



Étude de l'endommagement par fatigue thermique des moules de fonderie sous pression d'aluminium : effet de l'interaction avec l'aluminisation et l'oxydation

Mehdi Salem

► To cite this version:

Mehdi Salem. Étude de l'endommagement par fatigue thermique des moules de fonderie sous pression d'aluminium : effet de l'interaction avec l'aluminisation et l'oxydation. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Paul Sabatier de Toulouse, 2009. Français. NNT : 2009TOU30321 . tel-01696352

HAL Id: tel-01696352

<https://imt-mines-albi.hal.science/tel-01696352>

Submitted on 30 Jan 2018

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.



THESE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par l'Université de Paul Sabatier de Toulouse
Discipline ou spécialité : Génie Mécanique, Mécanique des Matériaux

Présentée et soutenue par Mehdi SALEM
Le 16 novembre 2009

Titre : *Etude de l'endommagement par fatigue thermique des moules de fonderie sous pression d'aluminium : effet de l'interaction avec l'aluminisation et l'oxydation*

JURY

Président :	Pr. J. Petit, Directeur de Recherche C.N.R.S., LMPM-ENSMA, Poitiers
Rapporteurs :	Pr. R. Fortunier, Professeur, École des Mines, Saint-Etienne Pr. M. Vilasi, Professeur, Université Henri Poincaré, Nancy
Examineur :	Pr. P. Lagarrigue, Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse
Directeurs :	Pr. F. Rézaï-Aria, Professeur, École des Mines, Albi Dr. P. Lamesle, Maître Assistant, École des Mines, Albi Dr. G. Dour, Maître Assistant hors classe, École des Mines, Albi

Ecole doctorale : Mécanique, Énergétique, Génie Civil et Procédés (M.E.G.e.P.)
Unité de recherche : Centre de Recherche Outillages, Matériaux et Procédés (C.R.O.M.e.P.)
Directeur(s) de Thèse : F. Rézaï-Aria, P. Lamelse et G. Dour

«Si tu peux, sois savant ; si tu ne peux pas, sois lettré ; si tu ne peux pas, aime-les ; et si tu ne peux pas, ne les méprise pas.» Omar Ibn Abdulaziz, 8^{ème} Calife, 682-720.

....À ma mère et mon père
À mes sœurs et mon frère
À ma fille et mon épouse

À mon ami Redouane

À la mémoire de M^r Omer MERCIER Chevalier dans l'Ordre des Palmes académiques

Aux gens qui m'ont soutenu par une parole, un geste, une pensée ...

Affectueusement

Remerciements

Ce travail de recherche a été réalisé au sein de l'équipe « Etude des Surfaces des Outillages » (E.S.O.) du Centre de Recherche sur les Outillages, Matériaux et Procédés (C.R.O.M.e.P.) de l'Ecole des Mines d'Albi-Carmaux. J'ai eu le plaisir d'y travailler pendant ces longues années de thèse.

Mes remerciements vont d'abord à Mrs. J. Petit, R. Fortunier, M. Vilasi, et P. Lagarrigue, pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse, et pour l'intérêt qu'ils ont manifesté à l'égard de mes travaux. Je suis honoré par les encouragements qu'ils ont formulés.

Que mes directeurs de thèse et encadrants trouvent dans ces quelques lignes l'expression de ma profonde reconnaissance, pour m'avoir fait confiance pour conduire cette étude. Le Pr. Farhad Rézaï-Aria, véritable bibliothèque vivante dans le domaine de la fatigue, a su me guider et me transmettre sa grande passion pour la recherche à travers les longues discussions que nous avons partagées. Le Dr. Pascal Lamesle m'a accompagné avec patience et humour tout au long de ce travail, en me faisant bénéficier de sa compétence dans le domaine de la corrosion ainsi que de son savoir-faire expérimental. J'ai eu également le plaisir de travailler avec le Dr. Gilles Dour, dont la compétence dans le domaine de la thermique et de la fonderie n'est plus à prouver, avec lequel j'ai eu des échanges très constructifs, et cela malgré son départ du centre au cours de ma dernière année de thèse. Qu'ils en soient tous les trois vivement remerciés.

Je tiens à rendre hommage au Pr. Omer Mercier, qui nous a malheureusement quitté depuis, pour m'avoir soutenu et aidé sans compter ses heures, en particulier lors de la rédaction de ce manuscrit. Il fut pour moi une lumière dans son passage dans l'ombre, et un exemple de courage et de ténacité lors de ses épreuves face à la maladie.

Je voudrais également exprimer mes remerciements et mon amitié à Sabine Le Roux, technicienne spécialisée en analyse d'images, qui a contribué massivement dans le développement, la réalisation, l'exploitation des travaux ainsi que dans la rédaction de ma thèse. Je salue par ailleurs son intelligence, sa méthodologie de travail et sa compétence en fatigue thermique.

Quant à l'ami Mr. Serge Tovar, technicien métallographe hors pair, je reprendrais la citation de - Michel Audiard (déjà reprise par Sylvain Jean dans les remerciements de sa thèse) : « *Lui [Serge], une épée, un cadord. Moi, je suis objectif, dans cent ans, on parlera encore de lui* ». Je le remercie pour ses apports techniques et scientifiques, ainsi que pour ses qualités humaines et son sens du commun.

J'exprime ma sincère gratitude à Mmes Esther Ramirez et Catherine Maffre, pour leur aide précieuse dans les démarches administratives et leur soutien moral dans les moments difficiles. Leur implication totale et sans appel m'a donné un nouveau souffle pour rebondir dans une période critique de ma thèse.

Je voudrais également adresser mes remerciements au Dr. Vincent Velay et au Dr. Mohamed Cheikh, pour leurs conseils avisés dans le domaine de la simulation numérique. Le cinquième chapitre de cette thèse n'aurait pas pu voir le jour sans leur collaboration active.

Je remercie le Dr. Christine Boher pour sa sympathie au quotidien, et pour les suggestions pertinentes qu'elle m'a apportée pour ma présentation orale. Mes remerciements vont aussi au Dr. Luc Penazzi pour ses conseils pédagogiques en simulation numérique, et pour la qualité de nos débats. Je n'oublierai jamais ces moments conviviaux lors des pauses déjeuner.

Je remercie Jean-Michel Mouys, Fabrice Rossi, Didier Adé, Georges Nepsinsky, Jean-Paul Routhe, techniciens à l'école des Mines d'Albi, pour leur contribution dans la mise en place des bancs d'essai.

J'ai beaucoup apprécié les messages d'encouragement matinaux formulés par Yannick Le Maoult, Fabrice Schmidt et Jean-Paul Arcens lors de la rédaction de ce manuscrit, et je les en remercie.

Durant cette aventure, j'ai été joyeux et parfois déprimé, confiant et quelquefois hésitant, enthousiaste et parfois défaitiste, mais jamais je n'ai été seul. J'étais enchanté de rencontrer Mustafa Demirel, Abdellah Tayibi, Mohamed Bensekou, Massoud Shah, Olivier Barrau, Olivier Joos, Gilles Dusserre, Souleymane Ramdé, Fabien Nazaret, Anwar Hamassaid, Zeechan Ahmer, Thomas Papaïx, Cédric Bellot, Maxime Bordival, Farid Medjedoub, Guy Mazel et Erno (dit « Ness »), Nathalie à l'accueil, Bensliman Khallil et Hicham Laribou. Je les remercie tous d'avoir rendu mon séjour aussi agréable.

Je terminerai en remerciant mon épouse Aziza El Yahiaoui, qui fut l'ossature de mon moral durant cette « épreuve ». Elle a contribué à faire sortir le meilleur de moi, et c'est à elle et à mes parents que je dois ce que je suis aujourd'hui.

Sommaire

Sommaire	1
Préface	7
Chapitre I : Problématique industrielle et scientifique	9
I.1. Contexte industriel	10
I.1.1. Fonderie Sous Pression d'Aluminium	10
I.1.1.1. Présentation du procédé	10
I.1.1.2. Matériaux	11
I.1.1.2.1. Alliages de coulée	11
I.1.1.2.2. Outillages de FSPAI	11
I.1.2. Sollicitations thermiques et thermomécaniques des moules de FSPAI	12
I.1.3. Endommagement des moules de FSPAI	14
I.1.3.1. Paramètres influant sur la durée de vie	14
I.1.3.2. Mécanismes d'endommagement	14
I.1.3.2.1. La corrosion	14
I.1.3.2.2. La Fatigue Thermique	15
I.1.3.2.3. L'érosion	15
I.1.3.3. Modes d'endommagement des moules de fonderie	15
I.1.3.3.1. Le lavage (« washout »)	15
I.1.3.3.2. Etamage (ou collage)	16
I.1.3.3.3. Fissuration	16
I.1.4. Illustration des mécanismes d'endommagement (cas de FSPAI)	18
I.2. Contexte scientifique	19
I.2.1. Étude de l'aluminisation	19
I.2.1.1. Technologies et essais d'aluminisation	19
I.2.1.2. Mécanismes d'étamage	20
I.2.1.2.1. Modèle de Han	20
I.2.1.2.2. Modèle de Joshi	22
I.2.1.2.3. Modèle de Zhu	22
I.2.1.2.4. Modèle de Shankar	23
I.2.1.2.5. Modèle de Chen	23
I.2.2. Étude de l'endommagement par FT	24
I.2.2.1. Procédure de l'étude de FT	24
I.2.2.2. Essais de FT de laboratoire	25
I.2.2.2.1. Chauffage ou refroidissement par convection (forcée)	25
I.2.2.2.1.1. Banc de FT par lits fluidisés	25
I.2.2.2.1.2. Banc d'essai de FT par flamme	26
I.2.2.2.1.3. Banc d'essai de FT par immersion dans un bain d'aluminium	26
I.2.2.2.2. Chauffage et refroidissement par rayonnement	26
I.2.2.2.3. Chauffage par induction à hautes fréquences	27
I.2.2.3. Paramètres d'endommagement des aciers à outils par FT	27
I.2.2.3.1. Paramètres intrinsèques	27
I.2.2.3.1.1. Effet de la température d'austénitisation	27
I.2.2.3.1.2. Effet de la dureté	28
I.2.2.3.1.3. L'effet de l'état de surface	28
I.2.2.3.1.4. Propriétés des matériaux	29
I.2.2.3.2. Paramètres extrinsèques	29

I.2.2.3.2.1. Effet des paramètres du cycle thermique	29
I.2.2.3.2.2. Effet de la géométrie de l'éprouvette	30
I.2.2.3.2.3. Effet des contraintes résiduelles	31
I.2.2.3.2.4. Effet de l'environnement	31
I.2.2.4. Étude de la durée de vie en FT	32
I.2.2.4.1. Étude de la propagation de fissure en FT par application de la MLER	33
I.2.2.4.2. Application de la MLER au cas de la FT	34
I.3. Conclusion	37
I.4. Références bibliographique	39

Chapitre II : Environnement Expérimental 45

II.1. Introduction	46
II.2. Matériaux étudiés	46
II.2.1. Acier à outils modifié X38CrMoV5 (bas % Si)	46
II.2.1.1. Composition chimique	46
II.2.1.2. Traitement thermique et microstructure	47
II.2.1.2.1. État recuit	47
II.2.1.2.2. État trempé 49	
II.2.1.3. Propriétés mécaniques et thermo-physiques de l'acier	53
II.2.2. Alliage d'aluminium	55
II.2.2.1. Composition chimique	55
II.2.3. Réactions de solidification	55
II.2.3.1. Microstructure	56
II.2.3.2. Propriétés physiques et mécaniques	56
II.3. Banc d'essai d'aluminisation solide/liquide	57
II.3.1. Dispositif expérimental	57
II.3.2. Éprouvettes d'essai de corrosion	57
II.3.3. Procédure expérimentale	59
II.3.4. Choix des paramètres d'essai	59
II.4. Banc d'essai de fatigue thermique	60
II.4.1. Principe de l'essai de FT	60
II.4.2. Dispositifs expérimentaux	60
II.4.3. Éprouvettes	62
II.4.4. Paramètres d'essai et procédure expérimentale	63
II.4.4.1. Cycles thermiques	64
II.5. Techniques de caractérisation	65
II.5.1. Moyens de caractérisation	65
II.5.1.1. Analyses et préparations métallographiques	65
II.5.1.2. Observation microscopique	65
II.5.2. Méthodes de quantification par analyse d'images	66
II.5.2.1. Analyse de composition chimique	66
II.5.2.2. Mesure de microdureté	66
II.5.3. Caractérisations des éprouvettes de corrosion	67
II.5.3.1. Préparation des échantillons	67
II.5.3.2. Identification des couches intermétalliques	67
II.5.3.3. Détermination des épaisseurs des couches intermétalliques	67
II.5.4. Caractérisation des éprouvettes de FT	68
II.5.4.1. Analyses non-destructives	68
II.5.4.1.1. Analyse de la densité de fissuration en surface	68
II.5.4.1.2. Suivi et mesure des macrofissures	69
II.5.4.2. Analyses post-mortem	70
II.5.4.2.1. Préparation des échantillons	71
II.5.4.2.2. Analyses microstructurales	72
II.5.4.2.3. Analyse des faciès de rupture	72
II.6. Conclusion	73
II.7. Références bibliographiques	74

Chapitre III : Interaction « Solide/Liquide » : aluminisation de l'acier par immersion à haute température 75

III.1. Introduction	76
---------------------	----

III.2. Analyse quantitative de d'aluminisation	76
III.2.1. Plan d'essais de corrosion par immersion dans un bain	76
III.2.2. Caractérisations microstructurales	76
III.2.2.1. Aspect externe et adhérence du dépôt	76
III.2.2.2. Morphologies des couches intermétalliques	78
III.2.2.3. Cinétiques de croissance des couches intermétalliques	82
III.2.2.4. Propriétés mécaniques	84
III.2.3. Identification des couches intermétalliques	86
III.2.3.1. Analyse par spectroscopie à dispersion d'énergie X (EDS)	87
III.2.3.2. Analyses par microsonde et thermodynamique	88
III.2.3.3. Analyse par diffractométrie des rayons X (DRX)	93
III.2.4. Synthèse des résultats de caractérisation des couches intermétalliques	99
III.3. Mécanismes d'interaction d'aluminisation à l'état « Solide/Liquide »	100
III.3.1. Effet de l'état de surface sur le mécanisme d'aluminisation	100
III.3.1.1. Rôle protecteur de l'oxyde ; aluminisation localisée	102
III.3.1.2. Dissolution électrochimique de la couche superficielle	103
III.3.2. Formation et croissance des cônes intermétalliques	103
III.3.2.1. Morphologie et composition des cônes intermétalliques	103
III.3.2.2. Mécanismes de croissance des cônes intermétalliques	104
III.3.2.3. Modes de croissance particuliers	107
III.3.3. Modélisation de la cinétique de croissance de la couche d'alliage	107
III.3.3.1. Description analytique du modèle diffusionnel	107
III.3.3.2. Application à l'aluminisation de l'X38CrMoV5	118
III.3.3.2.1. Vitesse de croissance de la couche d'alliage	110
III.3.3.2.2. Diffusivité dans le système d'aluminisation	111
III.3.3.2.3. Énergie d'activation du processus de la diffusion régissant l'aluminisation	111
III.3.3.3. Cinétiques particulières d'aluminisation	113
III.3.3.3.1. Effet du silicium sur la croissance des couches intermétalliques	113
III.3.3.3.2. Aluminisation en conditions dynamiques (effet de l'érosion)	114
III.3.4. Mécanisme de dissolution lors de l'aluminisation	115
III.3.4.1. Cinétiques de la dissolution de l'acier (corrosion)	117
III.3.4.2. Théories de la dissolution	118
III.4. Discussions et Conclusions	121
III.5. Références bibliographiques	124
Chapitre IV : Durée de vie et mécanismes d'endommagement en fatigue thermique	127
IV.1. Introduction	128
IV.2. Étude paramétrique de la FT	129
IV.2.1. Effet de la géométrie de l'éprouvette	130
IV.2.1.1. Endommagement superficiel	130
IV.2.1.2. Amorçage et propagation des macro-fissures en mode I	133
IV.2.2. Effet de la température maximale du cycle thermique	138
IV.2.2.1. Oxydation	138
IV.2.2.2. Évolution du faïencage uniaxial	140
IV.2.2.3. Amorçage et propagation des macro-fissures	143
IV.2.3. Effet des conditions atmosphériques	146
IV.2.3.1. Oxydation sous atmosphère à basse pression partielle d'oxygène	147
IV.2.3.2. Effet de l'environnement sur la fissuration par FT	148
IV.2.4. Effet de l'aluminisation	153
IV.2.4.1. Endommagement de la couche intermétallique	153
IV.2.4.1.1. Rôle de l'oxydation	153
IV.2.4.1.2. Évolution morphologique	155
IV.2.4.1.3. Transformations microstructurales	155
IV.2.4.2. Évolution de la macro-fissuration	157
IV.3. Mécanismes d'endommagement par FT	158
IV.3.1. Oxydation de l'X38CrMoV5 en FT	158
IV.3.1.1. Mécanismes	158
IV.3.1.2. Oxydation sous atmosphères variées mécanisme d'oxydation	160
IV.3.2. Mécanismes d'amorçage	161
IV.3.2.1. Conditions thermomécaniques des couches superficielles	161

IV.3.2.2. Phénomènes d'endommagement superficiel	162
IV.3.2.3. Effets des paramètres d'essais sur la fissuration superficielle	165
IV.3.3. Mécanismes de fissuration de l'acier (macro-fissures)	167
IV.3.3.1. Croissance des fissures macroscopiques	167
IV.3.3.1.1. Évolutions microstructurales	168
IV.3.3.1.2. Effet de l'environnement	169
IV.3.4. Mécanisme de propagation des fissures et durée de vie	174
IV.4. Conclusion	177
IV.5. Références Bibliographies	179

Chapitre V : Analyse thermomécanique ; Application aux calculs de durée de vie **181**

V.1. Introduction	182
V.2. Caractérisation des effets thermomécaniques de l'essai de FT	182
V.2.1. Simulation numérique des sollicitations thermiques et mécaniques (ou thermomécaniques)	183
V.2.1.1. Maillage de l'éprouvette	183
V.2.1.2. Détermination des évolutions thermiques	183
V.2.1.2.1. Mesures thermiques	184
N° Thermocouple (TC)	184
V.2.1.2.2. Conditions thermiques initiales et aux limites	187
a. Détermination du flux thermique de chauffage	188
b. Détermination des flux thermiques de refroidissement	189
V.2.1.2.3. Calcul thermique	190
V.2.1.3. Simulation numérique des effets thermomécaniques	192
V.2.1.3.1. Modèle de comportement Elasto-Plastique (EP)	193
V.2.1.3.2. Modèle de comportement Elasto-Visco-Plastique (EVP)	194
V.2.2. Résultats des calculs	196
V.2.2.1. Calculs thermiques	196
V.2.2.2. Calculs mécaniques	199
V.2.2.2.1. Évolution des déformations thermique, totale et mécanique	200
V.2.2.2.2. Évolution de la contrainte	202
V.2.2.2.3. Évolution de la déformation inélastique	204
V.2.2.2.4. Effet de la loi de comportement	206
V.3. Analyse de la fissuration en FT	210
V.3.1. Démarche entreprise	210
V.3.2. Méthodes de calcul de FIC	212
V.3.3. Résultats des calculs de FIC	215
V.3.3.1. Analyse thermomécanique	215
V.3.3.2. Analyse de l'évolution des profils du FIC	217
V.3.3.3. Corrélation entre les profils des FICs et les vitesses de propagation de fissures	218
V.3.3.4. Corrélation avec l'ouverture de fissures mesurée à froid	219
V.3.3.5. Analyse paramétrique du FIC déterminé par la méthode Mowb.	221
V.3.3.5.1. Effet de la température maximale	221
V.3.3.5.2. Effet de la dimension géométrique	222
V.3.4. Lois de propagation de fissures de FT, résultats et discussions	223
V.4. Conclusion	228
V.5. Références bibliographiques	229

Chapitre VI: Conclusion générale et Perspectives **231**

Table d'index **243**

Annexes **247**

Préface

Cette étude porte sur l'endommagement des moules de fonderie sous pression d'aluminium par l'effet combiné de la fatigue thermique et de l'environnement. Ce travail s'inscrit dans une suite historique d'activités de recherche menées depuis 1995 au Centre de Recherche sur les Outillages, Matériaux et Procédés sur la nuance d'acier à outils pour travail à chaud X38CrMoV5. Les thèses antérieures ont permis d'étudier le comportement de ce type d'aciers vis-à-vis de l'endommagement en fatigue isotherme (Delagnes 1998, Daffos 2004 et Shah en cours), en fatigue thermomécanique (Oudin 2001), et en fatigue thermique (Jean 1999 et Medjedoub 2004). L'endommagement à l'oxydation et au frottement a été également étudié (Bruckel 2003, Barrau 2004). D'autres thèses ont contribué à la description du comportement thermomécanique et microstructural de cette nuance sous différentes conditions de sollicitation (Mebarki 2001, Velay 2003, Michaud 2004, Maurières 2008).

L'objectif de cette thèse concerne l'étude de la fissuration par fatigue thermique de l'acier et le rôle de l'environnement, au travers de l'oxydation et/ou de l'aluminisation. L'étude vise également à caractériser l'interaction en condition statique entre l'aluminium en fusion et l'acier. Des modèles existants ont été appliqués en vue de prédire l'évolution de l'endommagement. Les résultats de cette étude sont exposés en cinq chapitres indépendants.

Le premier chapitre expose une revue de l'état de l'art concernant l'endommagement des moules de fonderie sous pression d'aluminium. Les problématiques industrielle et scientifique y sont rapportées et commentées. À l'issue de l'analyse bibliographique est présentée et justifiée l'approche expérimentale retenue. L'environnement et le protocole expérimental ainsi que les techniques et les moyens de caractérisation permettant l'exploitation des différents essais sont décrits dans le Chapitre II, où sont également présentés les matériaux utilisés. Le Chapitre III porte sur l'étude de l'aluminisation de l'acier en condition statique par immersion dans un bain d'aluminium en fusion. Les résultats des essais de corrosion statique sont exposés, accompagnés d'une modélisation des cinétiques de croissance des couches intermétalliques. Le Chapitre IV est consacré à l'étude de la fatigue thermique et à la description des différents essais correspondants. Les mécanismes d'endommagement et les durées de vie en fatigue thermique sont également décrits dans ce chapitre, où sont mis en évidence les rôles respectifs de l'oxydation et de l'aluminisation. Enfin, les sollicitations thermiques et mécaniques ont été calculées en utilisant des lois de comportement élasto-plastique et élasto-visco-plastique. Les résultats de ces calculs, rassemblés dans le Chapitre V, sont ensuite exploités pour modéliser la propagation de la fissuration en fatigue thermique.

Chapitre I : Problématique industrielle et scientifique

Chapitre I : Problématique industrielle et scientifique	9
I.1. Contexte industriel	10
I.1.1. Fonderie Sous Pression d'Aluminium	10
I.1.2. Sollicitations thermiques et thermomécaniques des moules de FSPAl	12
I.1.3. Endommagement des moules de FSPAl	14
I.1.4. Illustration des mécanismes d'endommagement (cas de FSPAl)	18
I.2. Contexte scientifique	19
I.2.1. Étude de l'aluminisation	19
I.2.2. Étude de l'endommagement par FT	24
I.3. Conclusion	37
I.4. Références bibliographiques	39

I.1. Contexte industriel

I.1.1. Fonderie Sous Pression d'Aluminium

I.1.1.1. Présentation du procédé

La Fonderie Sous Pression d'Aluminium (FSPA) consiste à « *produire des pièces en aluminium ou ses alliages en refoulant sous forte pression le métal fondu dans l'empreinte d'un moule permanent* » [1]. Elle est considérée comme le procédé industriel le plus efficace pour le moulage sous des cadences très élevées d'une série importante de pièces finies [2], dont les tolérances dimensionnelles et le respect de la forme sont les principaux atouts [3]. Le procédé de FSPA comprend plusieurs opérations élémentaires, depuis la fusion du métal jusqu'à la finition de la pièce [1, 3]. Le cycle de production d'une pièce, quant à lui, peut être résumé en quatre étapes :

a) **Remplissage du dispositif d'injection** ou « conteneur », appelée aussi chambre d'injection ou chambre de compression [4]. Dans le cas de l'aluminium et de ses alliages, dont la réactivité avec l'acier est très forte, le métal est maintenu en fusion dans un four complètement indépendant de la machine, appelée « machine froide » [3]. Le conteneur est alimenté par le métal liquide, soit automatiquement à l'aide d'un four doseur [3], soit manuellement (à la louche).

b) **Injection** : cette phase comporte deux étapes, qui se différencient par leur vitesse d'attaque. On distingue une 1^{ère} *phase d'injection*, dans laquelle le métal liquide est porté lentement jusqu'à l'entrée des empreintes de la pièce (porte d'attaque) [3]. Durant la 2^{ème} *phase d'injection*, le métal est projeté dans la cavité du moule dont le temps de remplissage est de l'ordre du dixième de seconde. Les pressions sont exercées par l'intermédiaire d'un piston ou par de l'air comprimé [1].

c) **Pression de compression** (ou pression de troisième phase), appliquée pour combler le retrait à la solidification et réduire les porosités dans la pièce [3, 4].

d) **Éjection et poteyage** : le moule s'ouvre après la solidification de la pièce, qui est extraite soit par son propre poids ou manuellement, soit par un dispositif d'éjection [4]. Une étape de poteyage est effectuée à l'issue de l'extraction de la pièce. Elle consiste à asperger la surface du moule avec un lubrifiant [3], de façon à protéger l'acier de la corrosion, réduire les chocs thermiques et faciliter le démoulage des pièces. La fermeture du moule marque la fin du cycle courant et le début de la phase de production de la pièce suivante.

Le moulage des alliages d'aluminium par fonderie sous pression se fait dans un intervalle de températures de coulée compris entre 650 et 700 °C [5, 6], avec des vitesses d'injection allant de 40 à 60 m.s⁻¹ [3]. Les pressions appliquées pendant la solidification peuvent atteindre 120 MPa [3]. Pour atteindre de telles pressions, les machines de FSPA mettent en oeuvre des forces de fermeture importantes, typiquement, de 50 à 3500 tonnes [4].

I.1.1.2. Matériaux

I.1.1.2.1. Alliages de coulée

L'essor industriel de la fonderie sous pression est dû au développement du secteur du transport, et en particulier celui de l'automobile [4]. L'application du procédé s'étend à une large gamme de matériaux notamment les alliages légers (Cu, Mg et Zn) [3, 5, 7]. Toutefois, l'aluminium et ses alliages sont généralement privilégiés dans les procédés de fonderie, et de la fonderie sous pression en particulier. Ils représentent en effet un bon compromis entre les caractéristiques mécaniques et physiques souhaitées pour les pièces (faible densité, bonne tenue à la corrosion, résistance, ductilité, etc...) et les propriétés de fonderie (coulabilité, absence de crique à chaud, forme et répartition du retrait volumique) [7]. Les nuances classiques de coulée en FSPA sont AS13, AS10, AS12 et AS9U3 (entre 9 et 13 % de Si) [3, 8], les deux dernières étant les plus courantes.

I.1.1.2.2. Outillages de FSPA

Selon Reynoldson [9], les matériaux destinés aux outillages de FSPA doivent présenter :

- ✓ Une conductivité thermique élevée,
- ✓ Une faible dilatation thermique,
- ✓ Une bonne résistance mécanique à chaud,
- ✓ Une bonne ductilité,
- ✓ Une bonne ténacité,
- ✓ Une dureté adéquate,
- ✓ Une microstructure stable à chaud,
- ✓ Une faible réactivité chimique avec l'environnement (oxydation et aluminisation).

Les sept premières caractéristiques permettent à l'outillage de résister à la fissuration (faïençage), alors que les deux dernières déterminent sa résistance à la corrosion [10]. Il est difficile de trouver un matériau satisfaisant toutes ces conditions à la fois, lesquelles sont parfois antagonistes. Les aciers à outils pour travail à chaud offrent à cet effet une alternative intéressante, car ils permettent un usage à des températures élevées [11]. Ces aciers sont caractérisés par leur résistance à la déformation à chaud, aux chocs thermiques et mécaniques, et par leur usinabilité à l'état recuit [11]. Les deux aciers les plus utilisés pour les empreintes de moule de FSPA sont les nuances "AISI H11" (X38CrMoV5) et "AISI H13", qui contiennent environ 0,36 à 0,4 % de carbone et dont les principaux éléments d'addition sont le chrome (5 %), le molybdène (1,3 %) et le vanadium (< 1 %). Les aciers à outils sont utilisés à des duretés variant entre 41-43, 44-46 et 46-48 HRC, respectivement pour la fabrication de pièces de très grande taille, de moyenne et de petite dimensions [12, 13]. La dureté et les caractéristiques mécaniques correspondantes sont déterminées par le traitement thermique, qui comprend généralement une étape d'austénitisation suivie d'une trempe et un ou plusieurs revenus [12]. Des recuits peuvent être effectués avant le traitement thermique [12, 14]. La fabrication de l'empreinte se fait habituellement par électroérosion et par rectification [15].

I.1.2. Sollicitations thermiques et thermomécaniques des moules de FSPA1

Les sollicitations thermiques subies par les moules de FSPA1 sont définies par les transferts thermiques mis en jeu, plus précisément à l'interface pièce / moule, et dépendent de : [16]

- ✓ La température et la nature du métal liquide,
- ✓ La température initiale du moule (préchauffage),
- ✓ La vitesse d'injection,
- ✓ La géométrie de l'empreinte,
- ✓ Les propriétés thermophysiques du moule,
- ✓ La phase de poteyage,
- ✓ L'épaisseur, la nature et l'état de surface (rugosité) de l'interface d'échange,
- ✓ Les conditions atmosphériques entourant le moule,
- ✓ Le refroidissement interne du moule (emplacement des conduites et nature et température du fluide de refroidissement),
- ✓ La durée des différentes phases du cycle de production.

Lors de l'injection du métal, la température de la surface du moule s'élève brutalement. Le pic de température est enregistré lors de la phase de compression, juste avant la solidification de la pièce. Des mesures in situ réalisées sur différents sites de production, et exploitées par des méthodes analytiques ou numériques, ont montré que les températures de surface des parties planes des moules ne dépassaient pas 500 °C, avec des pics de densité de flux de chaleur compris entre 15 et 20 MW/m² (cf. Figure I.1.a) [17, 18]. La température du moule décroît ensuite avec des vitesses de refroidissement différentes selon les zones. On peut distinguer trois chocs thermiques (chute brutale de la température), respectivement observés lors de l'ouverture du moule, après l'éjection de la pièce et à l'application du poteyage. En surface comme sur chaque partie du moule, le cycle thermique présente une forme relativement similaire ; en lissant les profils de température et, en simplifiant, il peut être décomposé en deux parties : une phase de chauffage et une phase de refroidissement (cf. Figure I.1.b). Lors des campagnes de mesures thermiques, l'instrumentation des moules est généralement réalisée sur des parties planes. La distribution des sollicitations thermiques sur les différentes régions de la surface de l'empreinte est cependant hétérogène (cf. Figure I.2.b-c). Les attaques et les zones de concentration de contraintes (singularités géométriques), souvent éloignées des canaux de refroidissement, sont les régions les plus chaudes du moule. De plus, la surface d'échange thermique est plus importante dans les angles, car le transfert s'effectue sur plusieurs facettes. Cela entraîne l'augmentation des puissances de chauffage, dont l'amplitude est localement beaucoup plus importante que celles appliquées sur les surfaces planes. L'endommagement est ainsi favorisé dans ces « zones chaudes », dont la durée de vie est effectivement plus courte que le reste du moule (cf. Figure I.2.d) [2, 16, 19-22]. La forte oxydation observée dans certaines régions du moule témoigne aussi de la sévérité des sollicitations thermiques, qui peuvent largement dépasser localement le seuil de température de 500 °C.

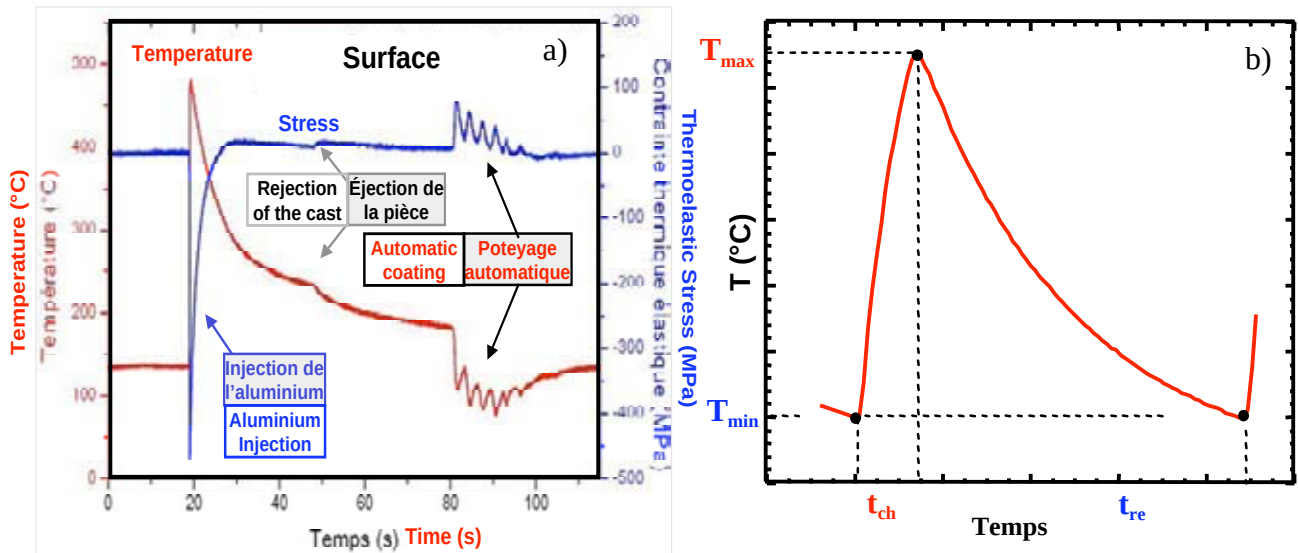


Figure I.1 : Forme typique du cycle thermique et thermomécanique déterminés sur un moule de FSPAI
 a) cycle thermique (à partir de mesures in situ) et thermomécanique (calculé par MEF en conditions thermo-élastiques) sur une surface plane [23], b) cycle thermique simplifié (lissage des profils de température)

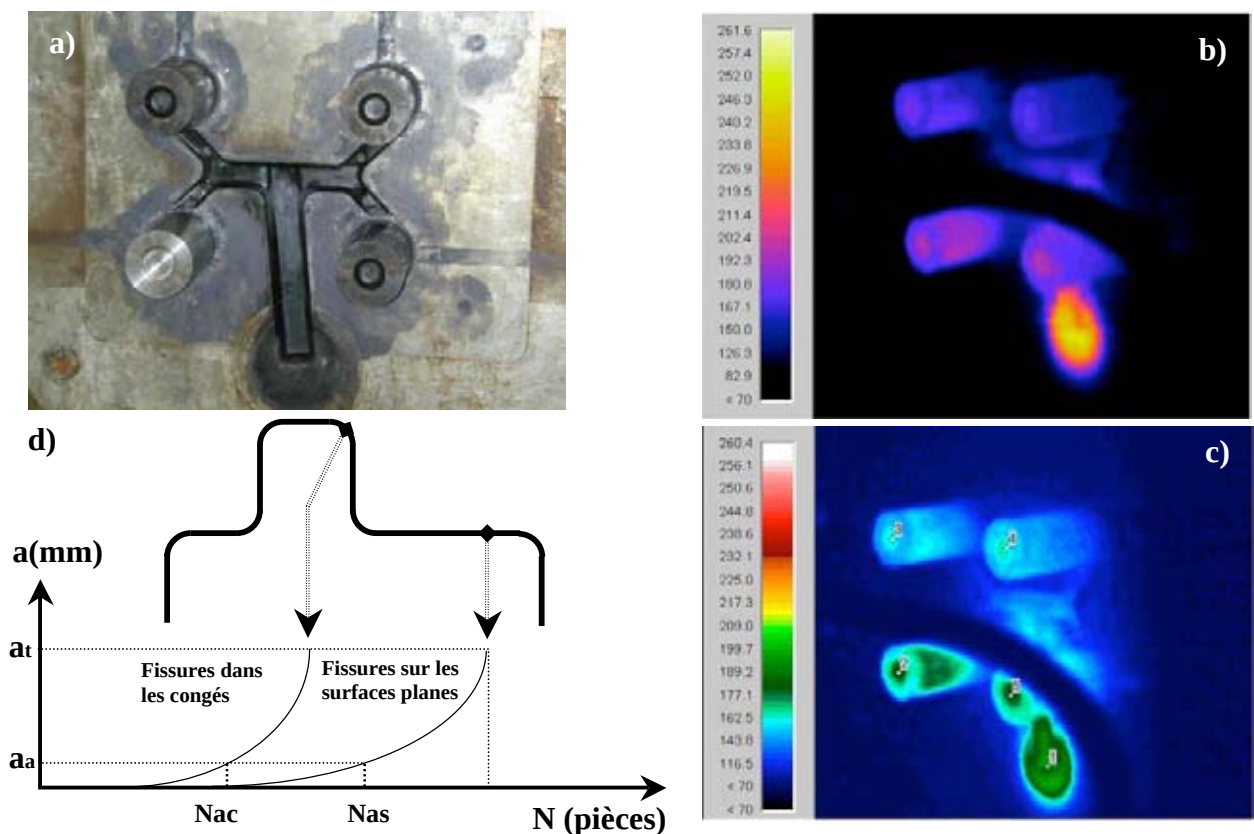


Figure I.2 : Distribution de la température et de l'endommagement sur la surface d'un moule de FSPAI [22]
 a) moule permanent (partie mobile), carte thermique mesurée par caméra IR avant (b) et après (c) l'application du poteyage, d) courbes de propagation de fissures (représentatives de la durée de vie), dans le cas d'une surface plane et dans les singularités géométriques

I.1.3. Endommagement des moules de FSPAl

I.1.3.1. Paramètres influant sur la durée de vie

La limitation de la durée de vie des moules de FSPAl, estimée entre 50 000 et 250 000 pièces [16, 24], dépend de nombreux facteurs [10, 16, 19-21, 25-31] que l'on peut classer en trois catégories selon leur origine :

a) **Paramètres liés au procédé** : température et composition de l'alliage de coulée, vitesse d'injection, pression de compression, température de préchauffage du moule, poteyage, durée des différentes étapes du cycle ;

b) **Paramètres liés au matériau (internes)** : microstructure (déterminée par le traitement thermique, en particulier la température et la durée d'austénitisation), propriétés thermomécaniques ($R_0(T)$, $R_m(T)$, dureté(T), $J(T)$) et thermophysiques ($\alpha(T)$, $\lambda(T)$, $\rho(T)$ et $E(T)$, résistance à la corrosion) ;

c) **Paramètres liés à la conception et à la mise en forme du moule (externes)** : géométrie de l'empreinte, disposition des canaux de refroidissement et des chemins d'attaque, dispositif d'éjection, contraintes résiduelles, état de surface (rugosité, revêtement).

I.1.3.2. Mécanismes d'endommagement

Le contact répété entre le métal et le moule est à l'origine de divers processus de type thermomécanique (contrainte, frottement), thermophysique (réactions de surface, diffusion de la chaleur et de la matière) et thermochimique (formation des phases intermétalliques et d'oxydes). L'action simultanée de ces processus entraîne l'endommagement très complexe du moule. Les principaux mécanismes contrôlant l'endommagement des moules sont la corrosion, la fatigue thermique (FT), et l'érosion, qui sont définis succinctement ci-dessous [32]. Il faut cependant signaler que notre étude porte plus précisément sur le couplage entre la corrosion et la FT.

I.1.3.2.1. La corrosion

La corrosion se produit lorsqu'une interaction de type physico-chimique intervient entre la surface de l'acier et son environnement. Dans le cas particulier de la FSPAl, elle se manifeste par des réactions d'oxydation (corrosion sèche) et d'aluminisation (corrosion aqueuse) de l'acier, résultant du contact respectif de l'acier avec les gaz présents dans la cavité du moule et l'alliage d'aluminium. Ces mécanismes, thermiquement activés, impliquent le transport des espèces chimiques à travers l'interface entre le moule et son environnement. Les réactions d'oxydation se traduisent par la formation de composés d'oxydes de fer et de chrome principalement, et les réactions d'aluminisation par la formation de composés intermétalliques constitués de fer, d'aluminium et de silicium. La dissolution des intermétalliques dans le bain d'aluminium est un autre aspect de la corrosion. Pour Norström, toutefois, l'aluminisation se produit uniquement quand l'aluminium est à l'état liquide ou semi-solide [33].

I.1.3.2.2. La Fatigue Thermique

La Fatigue Thermique (FT) est un processus de détérioration graduelle des matériaux sollicités par des cycles répétés de chauffage et de refroidissement, tandis que leur dilatation ou leur contraction thermique est partiellement ou complètement contrariée [34]. Le matériau est alors soumis à des contraintes thermomécaniques transitoires pouvant induire des déformations inélastiques. On parle plus spécifiquement de Fatigue Thermomécanique (FTM) ou Fatigue Mécano-Thermique, lorsque la restriction est imposée à la déformation thermique du matériau par des forces externes appliquées sur ses surfaces libres [34, 35]. Dans notre cas, nous ne nous intéressons qu'à la fatigue thermique (dite Fatigue de Contrainte Thermique ou « Thermal-Stress Fatigue »), dans laquelle les contraintes sont exclusivement d'origine interne (matériau). Ce cas de fatigue concerne les pièces présentant des dilatations thermiques anisotropes dues aux gradients thermiques issus de chauffages ou refroidissements violents, et/ou à l'hétérogénéité des caractéristiques des différents matériaux qui constituent le solide [34]. Le bridage est dit « interne », car la dilatation ou la contraction de chaque ensemble isotherme d'éléments de la structure est empêchée par l'ensemble des éléments adjacents, de température différente, ce qui fait de la FT un problème de structure.

I.1.3.2.3. L'érosion

L'érosion est l'action mécanique (par choc ou par frottement) conduisant à l'usure de l'acier lors de l'impact des particules liquides ou solides de métal propulsé sur la surface du moule [24]. L'état physique de l'aluminium n'est plus tout à fait liquide juste avant l'injection. En effet, lors de l'alimentation, les parois relativement froides du conteneur entraînent la solidification de l'aluminium et la formation d'un film solide à l'interface. Cette couche forme avec le métal liquide un mélange solide-liquide [24] où la fraction volumique des particules solides est de l'ordre de 10 à 20 %.

L'érosion dépend de la vitesse et de l'angle de l'injection, des températures et des compositions du métal et de l'acier ainsi que l'état de surface de ce dernier [21, 24, 26, 29, 36].

I.1.3.3. Modes d'endommagement des moules de fonderie

L'endommagement, variant selon les régions du moule, se manifeste sous différents aspects dont la période d'apparition et les conséquences sur la production sont très différentes [16]. Les expertises des moules de FSPAI ont permis d'identifier les modes d'endommagement et l'on distingue le lavage, l'étamage et la fissuration (appelée « faïençage » lorsqu'elle est microscopique, et « gross cracking » à l'échelle macroscopique) [10, 19-21, 24, 26, 30, 31, 33, 37-40].

I.1.3.3.1. Le lavage (« washout »)

Le lavage se traduit par une perte de masse au niveau de l'empreinte du moule [24, 33, 41], dont l'effet est irréversible et agit à long terme [24]. Il apparaît après plusieurs milliers de cycles, spécifiquement dans les attaques (portes d'injection) et sur les surfaces opposées. Une perte conséquente de matière diminue l'aptitude du moule à satisfaire les tolérances dimensionnelles de la pièce. De nombreux auteurs attribuent ce phénomène au couplage entre l'érosion et la corrosion, qui constitue le mécanisme de dissolution de la matrice [39]. Ici, l'érosion provoque le décapage de la

surface de moule, permettant ainsi le contact direct entre l'aluminium et l'acier, considéré comme nécessaire pour que l'aluminisation se produise [42]. L'érosion contribue également à la destruction mécanique ou chimique de la couche formée lors de la réaction de corrosion.

D'autre part, le lavage peut se faire par abrasion de l'oxyde ou du métal de base, qui est une autre conséquence de l'érosion [24]. Les zones érodées peuvent être distinguées à l'œil nu par leur brillance. Le couplage entre l'érosion et la corrosion conduit donc à accélérer la vitesse de dissolution de l'acier [33].

I.1.3.3.2. Étamage (ou collage)

L'étamage se réfère au phénomène de collage, selon lequel tout ou partie de la pièce moulée reste accrochée au moule et demeure ainsi après la phase d'éjection [24, 26, 40, 43, 44]. Ce phénomène est irréversible dans le cas de le FSPAl et se produit à court terme. Il impose une intervention du fondeur au cours de la production afin d'éliminer les débris collés sur la surface par polissage mécanique ou éventuellement d'éjecter la pièce accrochée au moule. Cela nécessite bien évidemment un arrêt de la production, ce qui réduit par conséquent le rendement du moule.

L'étamage se fait soit par simple accrochage mécanique soit par le biais d'une réaction entre l'aluminium et l'acier [41]. Le deuxième cas est le plus destructif, car l'adhérence est très forte. Du fait de leur très forte affinité chimique, le fer de l'acier et l'aluminium interagissent en effet pour former des composés intermétalliques à l'interface. Cette interaction dépend de la diffusion des deux espèces chimiques [24, 33, 45, 46]. L'aluminisation est dite de « Type 1 » dans le cas d'un système ternaire (Fe,Al,Si), donc en présence de silicium, et de « Type 2 » dans le cas d'un système binaire (Fe,Al) [39, 47]. En se basant sur les diagrammes d'équilibre et les analyses des moules étamés, certains auteurs rapportent que les phases susceptibles de se former à l'interface sont $\tau 1\text{-Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_3$, $\tau 2(\gamma)\text{-FeSiAl}_3$, $\tau 3\text{-Fe}_6\text{Si}_5\text{Al}_9$, $\tau 4(\delta)\text{-(FeSi}_2\text{Al}_4, \text{FeSi}_2\text{Al}_3, \text{Fe}_{15}\text{Si}_{28}\text{Al}_{57}, \text{Fe}_{15}\text{Si}_{38}\text{Al}_{47})$, $\tau 5(\alpha)\text{-(Fe}_2\text{SiAl}_7, \text{Fe}_2\text{SiAl}_8, \text{Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_{12}, \text{Fe}_5\text{Si}_2\text{Al}_{20})$, $\tau 6(\beta)\text{-Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_3$ pour une aluminisation de « Type 1 », et principalement $\theta\text{-FeAl}_3$, $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$ et $\zeta\text{-FeAl}_2$ pour une aluminisation de « Type 2 » [39]. Par ailleurs, la présence de la phase $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$ fait l'unanimité dans les expertises industrielles [26, 39, 46, 48-50].

L'étamage dépend des températures du métal et du moule, de la composition des deux alliages et de la nature des intermétalliques formées à l'interface, de l'état de surface (poteyage ou revêtement), de la géométrie du moule, de la position de la surface par rapport aux attaques et au système de refroidissement, et de la vitesse et de l'angle d'injection [20, 24, 26, 33, 39].

I.1.3.3.3. Fissuration

La fissuration par FT est un des modes de dégradation majeurs rencontrés par les fondeurs. Les fissures superficielles réduisent considérablement la qualité des pièces produites, nécessitant des opérations de finition ultérieures. Cela se traduit par des coûts supplémentaires et diminue la productivité du moule [16, 19, 21, 49]. D'autre part, la croissance de fissures macroscopiques par FT conduit à la mise au rebut définitif de l'outil [2, 16, 49]. Les effets de la FT apparaissent généralement après un nombre important de cycles, à la différence de l'érosion et de la corrosion.

Durant la production, la surface du moule est soumise à de sévères cycles alternés de chauffage et de refroidissement, correspondant respectivement aux étapes d'injection (1^{er} et 2^{ème} phase d'injection) et d'ouverture (éjection et application du poteyage). D'importantes quantités de chaleur sont alors échangées à travers la surface du moule, soumettant ce dernier à de forts gradients thermiques transitoires. Cette distribution hétérogène de la température conduit à d'importants écarts de dilatation entre les différents éléments de la structure. Le bridage mutuel occasionné par la dilatation et la contraction thermique d'éléments voisins engendre des déformations et des contraintes mécaniques d'origine thermique. Pendant le chauffage, la surface du moule est soumise à des contraintes thermomécaniques de compression qui peuvent provoquer d'éventuelles déformations inélastiques quand elles dépassent la limite élastique de l'acier correspondant à la température de sollicitation. Lors de la phase de refroidissement, le déchargement de la déformation produite par le chauffage entraîne des contraintes thermomécaniques de traction, qui peuvent elles aussi induire, selon la vitesse de refroidissement, des déformations inélastiques.

La répétition de ces cycles conduit à la dégradation graduelle du moule par un processus de fatigue oligocyclique anisotherme, dans lequel la sollicitation est représentée par une succession de boucles d'hystérésis de type compression-traction. D'autre part, les effets de ces contraintes se conjuguent à l'effet de la température et entraînent des changements microstructuraux dans l'acier, notamment en surface [51]. Cette région du moule, la plus chaude, opère par ailleurs dans un environnement très corrosif. L'endommagement des moules par FT se produit donc d'abord en surface, en couplage avec la corrosion. Il se manifeste alors par la formation d'une couche superficielle (oxyde, intermétalliques, lubrifiants), puis se poursuit par l'amorçage et la croissance d'un réseau de « faïençage ». Sur les surfaces planes, où l'état de contraintes est multi-axial, les micro-fissures d'orientation différentes se rejoignent pour former un réseau interconnecté (cellules de faïençage). En revanche, dans les singularités géométriques ou les zones de concentration de contraintes, les micro-fissures s'orientent toutes perpendiculairement à la contrainte principale pour former un réseau de fissuration parallèle.

Un réseau de fissures macroscopiques croît ultérieurement à partir de l'empreinte du faïençage. La propagation à cœur de certaines fissures, dont la croissance se fait préférentiellement dans les zones de concentration de contraintes [2, 29], peut conduire à la rupture finale de la structure [37, 52]. Ce phénomène, désigné par la fissuration catastrophique ou « gross cracking », est attribué par certains auteurs [4] au choc thermique qui est considéré comme un cas particulier de la FT [4]. Que ce soit en FT ou par choc thermique, la rupture finale se produit lorsque la ténacité (K_{Ic}) de l'acier est dépassée (c'est-à-dire lorsque la fissure atteint une certaine dimension qui, sous l'effet de la contrainte présente à cette même profondeur, conduit à la limite de la résistance de l'acier à la fissuration). Plusieurs analyses post-mortem des moules endommagés révèlent la présence d'oxydes et d'intermétalliques au fond de fissures [21, 25, 27, 38].

Il est d'usage de séquencer la durée de vie en FT, qui est étroitement liée aux conditions de sollicitations et d'environnement, en deux étapes : une phase d'amorçage des fissures (de quelques dixièmes de millimètre), et une phase de propagation [21, 35, 53].

I.1.4. Illustration des mécanismes d'endommagement (cas de FSPAl)

La Figure I.3 illustre quelques micrographies réalisées au MEB (en mode BSE) sur une broche de moule de FSPAl, mise au rebut en raison de sa fissuration. L'outillage, utilisé pour le moulage de pièces d'automobile en AS9U3, est en acier « AISI H11 », de dureté initiale 47 HRC. Les résultats de cette expertise sont en accord avec les conclusions de l'analyse bibliographique.

Elle montre que sur les surfaces planes (où l'état de contraintes est multi-axial), les fissures suivent des directions multiples (cf. Figure I.3.b), alors qu'elles sont parallèles (uniaxiales) dans les congés (cf. Figure I.3.a). L'analyse en coupe des parties de broche étamées met en évidence différents aspects de l'endommagement, qui se distinguent par la nature du dépôt. Ainsi, la surface de l'acier revêtue par une épaisse multi-couche de lubrifiant (poteyage) ne présente ni corrosion, ni fissuration (cf. Figure I.3.c). Certaines surfaces de la broche semblent au contraire ne pas avoir reçu de poteyage, ou alors le lubrifiant a été enlevé par l'effet de l'érosion (cf. Figure I.3.d et e). Les zones oxydées présentent une fine couche à l'interface et des fissures multiples mais peu profondes. La Figure I.3.e illustre la sévérité de l'aluminisation, qui se manifeste par une épaisse couche intermétallique multi-phasée. La couche compacte, contiguë au substrat, a été identifiée comme la phase η -Fe₂Al₅. L'interface est très irrégulière, et l'observation dans d'autres zones aluminisées a permis de mettre en évidence des fissures de 50 μ m de profondeur.

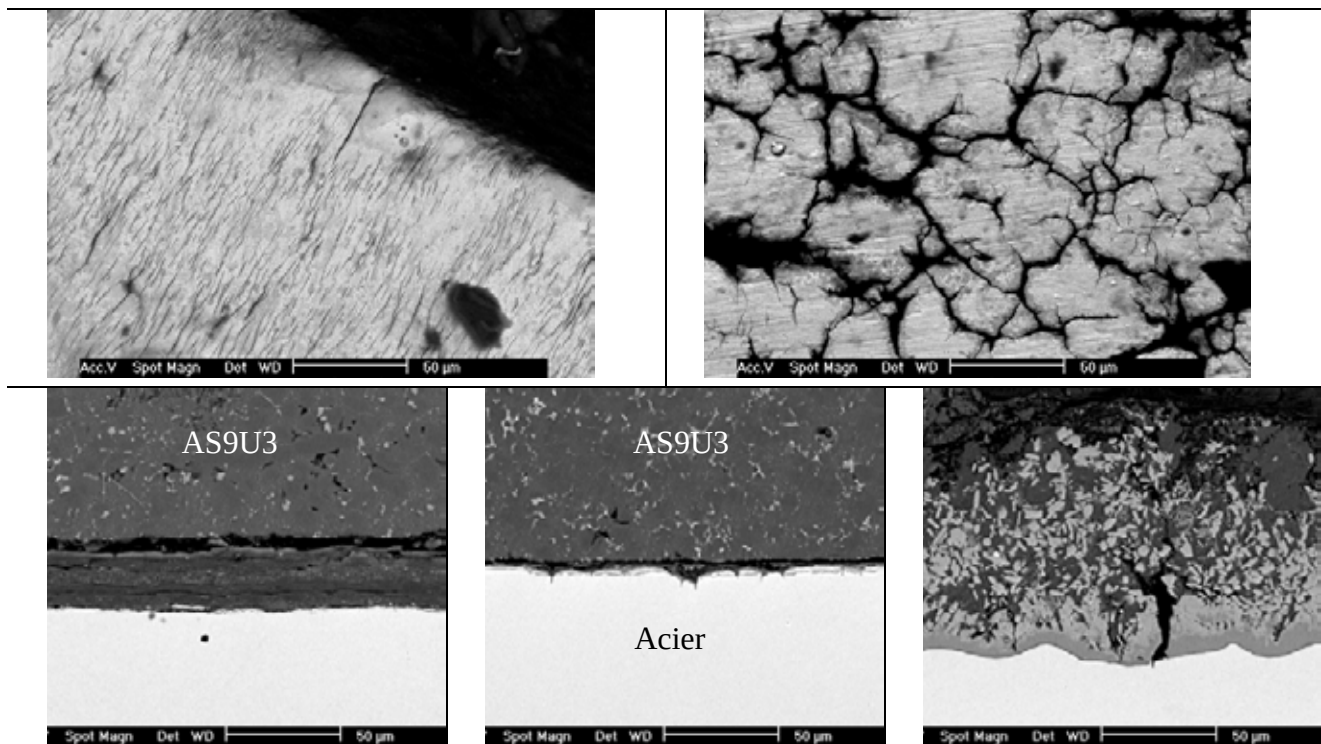


Figure I.3 : Micrographies MEB (mode BSE) réalisées sur une broche de moule de FSPAl (AS9U3) en acier « AISI H11 »

Vues en surface : fissuration uniaxiale observée dans une zone de congé (a) et fissuration multi-axiale sur une surface plane (b)

Vues en coupe d'une interface poteyée (c), oxydée et fissurée (d), et aluminisée et fissurée (e)

I.2. Contexte scientifique

Dans cette section sont présentées et discutées les différentes approches expérimentales menées pour étudier l'endommagement des moules de FSPAl. L'analyse est restreinte à l'endommagement, qui résulte soit de la corrosion par aluminisation, soit de la FT laquelle nous intéresse plus particulièrement. L'oxydation de l'acier, qui représente un aspect majeur de l'effet de l'environnement, a déjà fait l'objet d'un travail de thèse antérieur sur le même sujet de la FSPAl [54].

I.2.1. Étude de l'aluminisation

L'aluminisation des aciers à outils a fait l'objet de nombreux travaux de recherche, aussi bien pour les besoins de la fonderie que pour les applications industrielles de revêtement par aluminisation de tôles métalliques [36, 42, 43, 46, 47, 50, 55-59]. Il faut préciser néanmoins que ces deux applications industrielles se distinguent par leurs domaines de température et par les durées d'aluminisation.

I.2.1.1. Technologies et essais d'aluminisation

Les études menées pour caractériser l'interface entre les moules de FSPAl et la pièce d'aluminium se distinguent par la nature de l'interaction recherchée. Dans la plupart des cas répertoriés, les auteurs s'intéressent à la morphologie et à la nature de l'interface d'un point de vue microstructural (métallurgie d'interface) [50, 55, 56, 60]. Certains d'entre eux analysent en outre les phénomènes d'interface sur le plan physique, en explorant par exemple les problématiques du contact et des énergies d'interfaces par des essais de mouillabilité [40, 61, 62]. D'autres abordent l'interface d'un point de vue plus mécanique, et cherchent à caractériser les forces d'adhérence [63, 64], ou l'endommagement superficiel par érosion [36]. C'est l'aspect microstructurel que nous abordons dans ce qui suit. L'objectif de notre travail consiste en effet à identifier les processus régissant l'interaction, et à déterminer les phases intermétalliques et les cinétiques relatives aux couches identifiées.

Les dispositifs expérimentaux développés pour étudier l'aluminisation consistent à tester des échantillons d'acier soit directement sur un moule de FSPAl réel ou sur un modèle prototype adapté à l'échelle de laboratoire [41, 43, 65-67], soit par immersion dans un bain en fusion [46, 55]. La première configuration satisfait les conditions industrielles où les sollicitations sont complexes. Bien que le deuxième cas s'éloigne un peu des conditions nominales, il permet néanmoins de valider les modèles d'aluminisation dans un cas de sollicitation découplée. Les résultats des études utilisant l'immersion pour simuler l'aluminisation dans le cas de FSPAl montrent que ce moyen expérimental reproduit bien ce qui se passe en conditions industrielles [50]. L'interface issue de l'aluminisation se compose en effet de plusieurs couches intermétalliques. Les phases intermétalliques détectées sont par ailleurs identiques, dans les deux cas, bien qu'en FSPAl elles se forment dans des conditions thermodynamiques différentes (température variable et pression élevée). La croissance des couches semble contrôlée par un mécanisme diffusionnel dont la morphologie, l'épaisseur et la nature des couches intermétalliques varient en fonction des paramètres du procédé ou d'immersion [55, 68].

I.2.1.2. Mécanismes d'étamage

I.2.1.2.1. Modèle de Han

Han [58] étudie l'étamage dans le cas du moulage de l'aluminium pur en utilisant un substrat en fer (système binaire Fe-Al). L'auteur conditionne l'étamage à la formation d'une solution solide à l'interface. L'auteur établit en effet une température critique en dessous de laquelle l'interface intermétallique est à l'état purement solide, ce qui empêche le collage.

Au contact, le métal fondu élève la température du moule. Les atomes d'aluminium diffusent dans le moule et dissolvent des atomes de fer de la surface. Sous l'effet de la vitesse, le métal dissout ce mélange d'atomes formé dans la pièce. Autrement, lorsque les concentrations des éléments et les conditions thermodynamiques deviennent favorables, des composés intermétalliques se forment à l'interface. L'arrivée cyclique du métal fait augmenter les gradients de concentration en aluminium à l'interface, entraînant la croissance des intermétalliques. En combinant les profils de concentration avec le diagramme d'équilibre, l'auteur distingue dans l'interface les zones suivantes (cf. Figure I.4.a) :

Région I (située du côté du moule). Elle consiste en une solution solide riche en aluminium avec une concentration en aluminium supérieure à 61,3 % (en masse) et contenant une proportion de θ -FeAl₃. Sa température de solidification est, selon le diagramme d'équilibre fer-aluminium (Fe/Al), comprise entre 655 et 660 °C, ce qui est inférieur à la température de fusion de l'aluminium pur (~ 660 °C) ;

Région II, zone intermédiaire avec une concentration en aluminium comprise entre 11 et 61,3 % (en masse). Les phases probables sont θ -FeAl₃, η -Fe₂Al₅, ζ -FeAl₂ et β -FeAl. On note que les températures de solidification de ces phases sont supérieures à 1100 °C ;

Région III, contiguë au substrat avec une concentration en aluminium maximale de 11% (en masse).

Selon la condition de Han reliant le collage à la présence d'un système à l'état solide/liquide, l'étamage dépend alors uniquement de la région I, qui est susceptible de se présenter à l'état semi-solide. Cet état est toutefois déterminé par le profil de température dans le moule et de la concentration en aluminium. Dans l'hypothèse où la température du moule (T_D) serait inférieure à 655°C, les phases dans cette région se présentent toutes sous forme solide. La pièce ne peut donc adhérer à la surface d'acier, notamment si cette dernière est poteyée ou présente une couche d'oxyde.

Dans le cas contraire ($T_D > 655$ °C), une solution semi-solide se forme à l'interface, dont la fraction du volume liquide dépend de la concentration en aluminium et de la température exacte de cette région (cf. Figure I.4.b). Lors du refroidissement, la phase liquide de l'interface est la première à se solidifier, puisque la température dans le moule est inférieure à celle de la pièce (cf. Figure I.4.b). La solidification se poursuit ensuite vers la pièce. Le solide formé à l'interface permet la jonction entre la pièce et le moule. L'amplitude de l'étamage caractérisée par la force d'adhérence, est fonction de la fraction liquide de la phase semi-solide (faible adhérence pour de faibles fractions liquides).

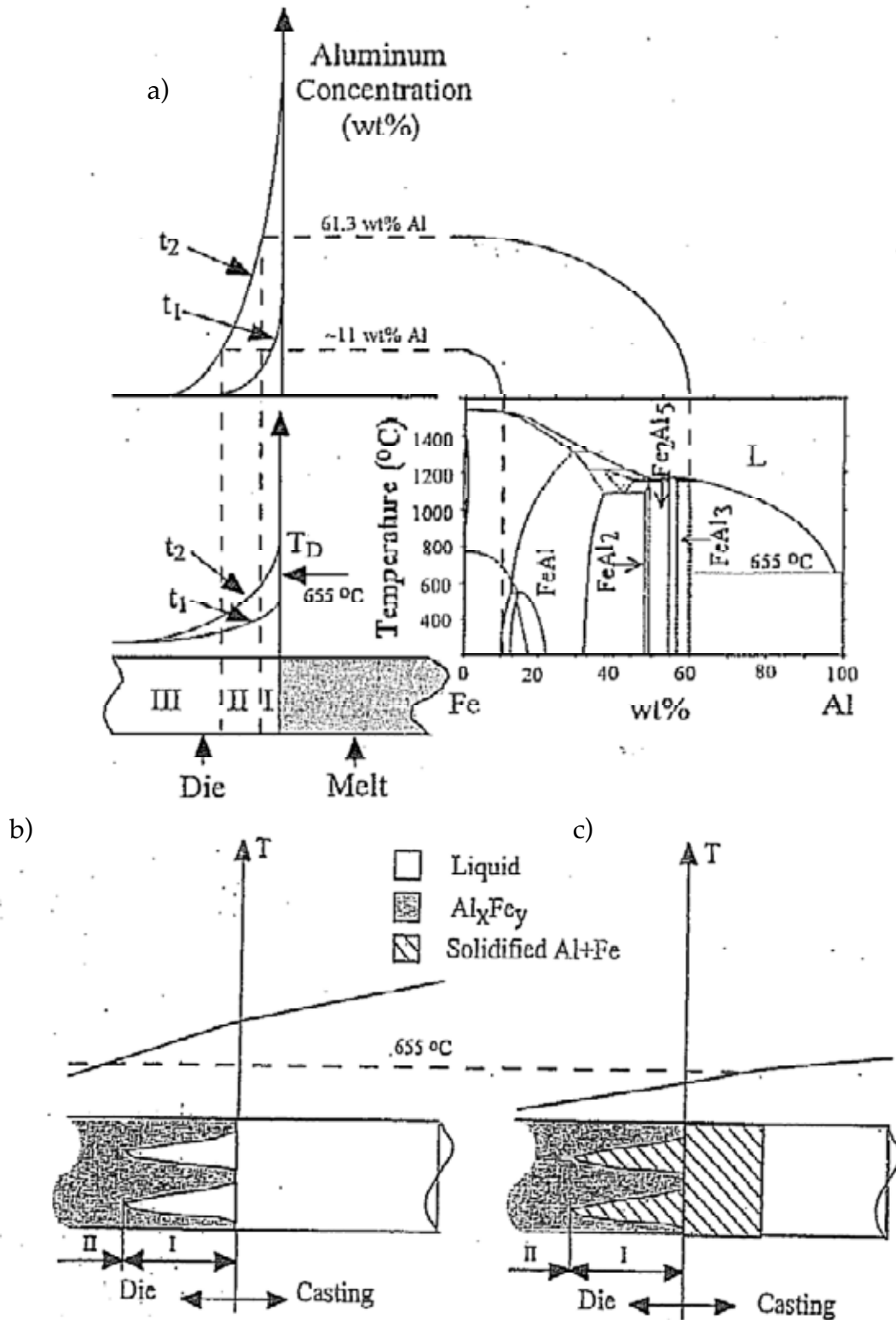


Figure I.4 : Schémas illustrant le mécanisme d'étamage (cas du système binaire Fe-Al), selon Han [58]

a) variation au cours des cycles ($t_1 < t_2$) des profils de température et de concentration en éléments, et phases intermétalliques correspondantes dans l'interface moule/pièce

b) présence du liquide à la surface du moule quand la température est supérieure 655°C (T critique)

c) étamage produit entre le moule et la pièce, au cours de la solidification de la phase liquide

I.2.1.2.2. Modèle de Joshi

Joshi [45] considère que l'étamage est régi par deux mécanismes antagonistes agissant simultanément, et dont les forces motrices relatives sont la diffusion et la dissolution. Ces forces dépendent l'une et l'autre de l'épaisseur de la couche intermétallique, dont l'évolution varie avec le temps et la température. En effet, l'épaisseur de la couche, plus importante à température élevée, augmente au départ de l'interaction puis diminue pour des durées plus longues.

Les étapes décrivant le modèle de Joshi sont résumées comme suit :

- a) Le processus débute par une interdiffusion des atomes de fer et d'aluminium, qui aboutit à la formation de phases intermétalliques à l'interface,
- b) Les gradients de concentration d'éléments à travers la fine couche intermétallique sont plus forts au départ, suite à l'enrichissement en aluminium provoqué par l'arrivée cyclique du métal. La diffusion est alors plus importante entraînant donc la croissance de la couche d'intermétalliques ;
- c) La force de diffusion diminue lors de la croissance de la couche intermétallique (diminution des gradients de concentration consécutive à l'augmentation de l'épaisseur de la couche). Lorsque cette dernière atteint une épaisseur critique, la force de dissolution devient relativement plus importante et conduit à l'amincissement de la couche ;
- d) La décroissance de la couche intermétallique tend à rééquilibrer de nouveau les forces.

I.2.1.2.3. Modèle de Zhu

Dans ce modèle, l'érosion, la fissuration, l'aluminisation et la dissolution électrochimique sont mêlées dans le mécanisme d'étamage, considéré comme mixte dans ce cas, c'est-à-dire à la fois mécanique et physico-chimique. Selon l'auteur, le collage se produit aussi par l'accrochage mécanique par le biais de l'aluminium solidifié dans les microcavités et les fissures. Lorsque ces dernières sont courtes, l'étamage est principalement physico-chimique, alors qu'il est essentiellement mécanique dans le cas de fissures profondes.

En utilisant des conditions d'essais plus sévères que celles de la FSPAI (740 °C et 136 m.s⁻¹), Zhu constate un étamage dès le deuxième cycle, où l'oxyde, imparfaitement formé, est facilement enlevé par érosion. Or, en fonderie, la présence des dépôts de surface retarde l'étamage. Dans le cas des moules non revêtus, l'aluminisation se fait à travers les surfaces saines (non-poteyées et non-oxydées). L'aluminium en contact avec l'acier diffuse dans le substrat et dissout une quantité de fer avec lequel il forme des intermétalliques. Le déchaussement de l'acier se fait sur les sites d'aluminisation par le détachement des intermétalliques lorsque ces derniers atteignent une taille critique, et conduit à la formation de puits dans le moule (microcavités). L'étamage ultérieur (durant les cycles suivants) est par conséquent plus fort, car il se produit à travers une surface de contact plus importante. Le mécanisme d'étamage est différent dans le cas des moules revêtus. La pénétration d'aluminium se fait dans ce cas par la destruction partielle du dépôt (dissolution électrochimique), à partir des défauts de surface formés par l'érosion. Zhu propose par ailleurs un modèle théorique qui caractérise la liaison d'interface (collage) en tenant compte de la température, de la nature chimique des espèces mises en contact, de la pression d'injection et de l'état de surface de l'acier.

I.2.1.2.4. Modèle de Shankar

L'étamage selon Shankar [50] comprend cinq étapes (cf. Figure I.5) :

- a) Attaque du métal par piquûre au niveau des joints de grain austénitique et d'inter-lattes martensitiques et déchaussement de la matrice au niveau des zones attaquées,
- c) Formation locale d'intermétalliques dans les sites d'attaques,
- d) Croissance pyramidale des intermétalliques permettant l'accrochage de l'aluminium,
- e) Croissance latérale et coalescence des pyramides intermétalliques,
- f) Homogénéisation des pyramides intermétalliques et formation de blocs continus.

Ainsi le modèle de Shankar considère l'effet de l'accumulation des débris d'aluminium sur la surface du moule, appelé « build-up », comme une étape post-étamage.

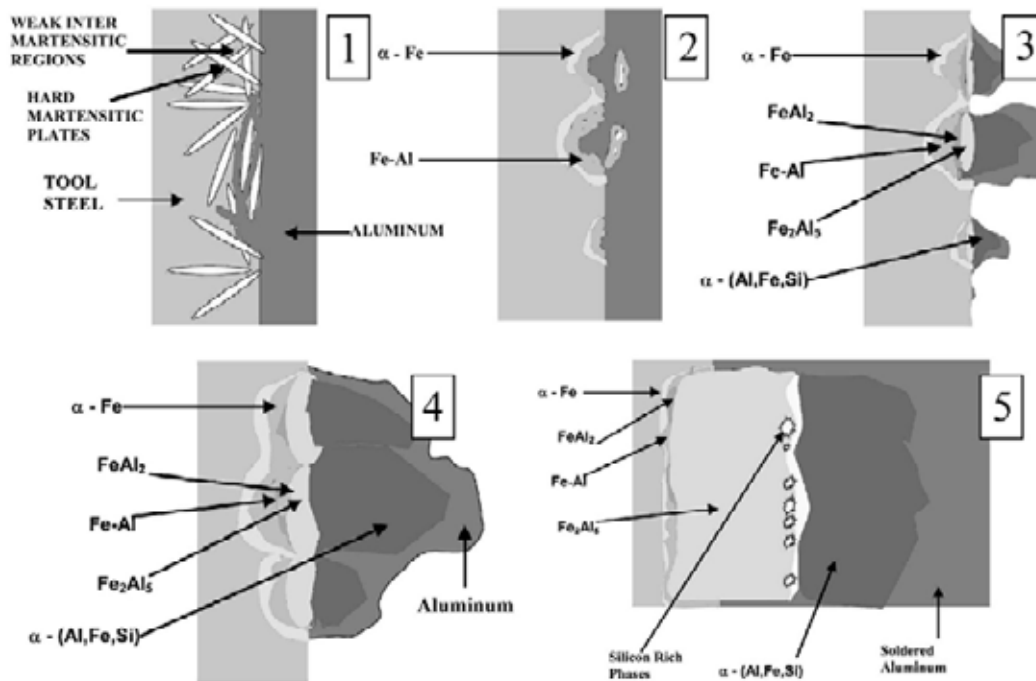


Figure I.5 : Schémas d'illustration du mécanisme d'étamage selon Shankar [50]

I.2.1.2.5. Modèle de Chen

Chen [43] utilise pour ses essais un moule prototype de FSPAl à l'intérieur duquel est maintenue une broche d'acier dont l'une des faces est exposée frontalement au jet d'aluminium [43]. Il remet en question la condition du rebut de la couche superficielle nécessaire pour l'aluminisation, ce qui est conforme avec la théorie de Zhu. Par ailleurs, contrairement à ce qu'avance Shankar [50], Chen met en évidence que le phénomène du « build-up » précède l'étamage [43]. Il considère que les débris d'aluminium se déposent sur la surface de l'acier durant la solidification par un phénomène thermomécanique et non pas par une aluminisation au sens strict (réaction chimique avec formation d'intermétallique). En effet, la solidification non uniforme conduit à une contraction localisée et un arrachement au niveau des zones non solidifiées. L'aluminisation s'amorce à partir de ces débris d'aluminium par interaction solide/solide ou solide/liquide.

I.2.2. Étude de l'endommagement par FT

I.2.2.1. Procédure de l'étude de FT

Selon Burelet, Remy et Chaboche (cf. référence [69]), l'étude de la fatigue thermique se résume suivant les étapes schématisées sur la Figure I.6. L'étude de la fatigue anisotherme vise principalement deux objectifs [70] :

a) La caractérisation du comportement et des mécanismes d'endommagement du matériau sous sollicitations proches ou non des conditions nominales. L'étude à ce stade concerne le domaine de la science des matériaux ;

b) La prédiction de la durée de vie du moule par l'application ou la réadaptation des modèles d'endommagement déjà établis (en FI ou FTM). Cela consiste à décrire l'amorçage et la propagation en FT, et s'inscrit dans le domaine de la mécanique.

Pour répondre à ces deux objectifs, les auteurs ont recours à l'analyse expérimentale en testant des échantillons au laboratoire ou en conditions réelles (pièces réelles ou modèles prototypes miniaturisés). Cela permet de caractériser le comportement à l'endommagement en FT du matériau, et à établir sa durée de vie définie par le temps (cycle). Les essais mécaniques (traction ou traction-compression, fluage, relaxation, etc.) effectués à température constante ou variable permettent d'autre part d'identifier le comportement mécanique et l'endommagement du matériau sous des conditions de chargement connues. L'exploitation des données expérimentales constitue la phase post-expérience qui regroupe différentes analyses théoriques (comportement et endommagement). Elle débute par la détermination des conditions de sollicitations thermiques et thermomécaniques à l'aide d'un calcul de structure. Ce dernier consiste à résoudre tout d'abord le problème thermique en se basant sur les mesures expérimentales et les conditions aux limites. Le calcul thermomécanique utilise une loi de comportement, dont les paramètres sont identifiés sur une gamme de températures correspondant à celles de l'essai de FT. L'étape finale consiste à appliquer des lois d'endommagement pré-déterminées pour la prédiction de la durée de vie.

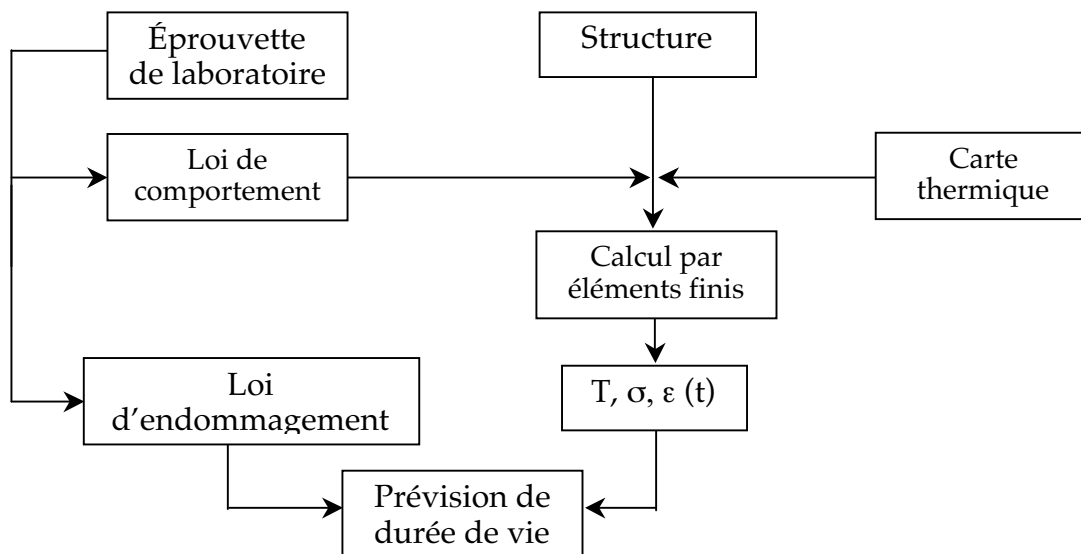


Figure I.6 : Schéma d'illustration du déroulement d'une étude de FT [69]

I.2.2.2. Essais de FT à l'échelle de laboratoire

Le processus de la FT dont l'essence même est propre au matériau, concerne toute structure soumise à des fluctuations thermiques comme les composantes des turbomachines, les cylindres de laminoir, les matrices de forge, les outils de mise en forme à chaud, les tubes d'échangeurs dans les centrales nucléaires, etc. [35, 53]. L'étude de la FT, qui est un problème de structure, ne peut se faire dans son ensemble qu'à partir de cette structure [35]. L'étude expérimentale de la FT à l'échelle du laboratoire s'effectue à l'aide d'essais dits pilotes, menés sur des structures simplifiées, de forme standard (cylindre, cube, etc.), permettant une meilleure maîtrise des niveaux de sollicitations. La géométrie ainsi que les conditions de sollicitation demeurent cependant arbitraires, du fait que ces essais ne sont pas encore normalisés. En effet, les essais de FT se distinguent par la géométrie de l'éprouvette testée, le critère de l'endommagement adopté, ainsi que les techniques de chauffage et de refroidissement, qui peuvent se faire par convection libre ou forcée, par radiation, par induction, etc. [71].

I.2.2.2.1. Chauffage ou refroidissement par convection (forcée)

Le principe de chauffage ou de refroidissement se fait ici par convection entre l'éprouvette et son milieu environnant. L'apport ou l'extraction de la chaleur se fait alors à travers les frontières externes de l'éprouvette, qui est mise en contact avec un fluide (gaz ou liquide) en conditions statiques (fluide inerte), ou dynamiques, où le fluide (ou matériau) est porté à une vitesse donnée (convection forcée). De nombreux dispositifs, basés sur ce principe, ont été développés. Dans la majorité des cas, le refroidissement (interne ou externe) se fait par convection libre avec l'air ou/et l'eau, ou forcée en utilisant soit de l'air comprimé, soit un arrosage par de l'eau ou d'autres fluides (N_2). Dans les cas où le dispositif expérimental ne permet pas de « forcer » le refroidissement (interne) à l'opposé du chauffage (éprouvette à inertie thermique forcée), le refroidissement se fait alors par simple conduction. Les éprouvettes présentent alors une partie massive opposée à la surface de chauffage, ce qui permet d'amplifier les gradients de température (éprouvette à inertie thermique intrinsèque).

Nous citons ci-dessous quelques techniques permettant d'étudier l'endommagement des aciers à outils en utilisant le principe de la convection pour le chauffage et/ou le refroidissement.

I.2.2.2.1.1. Banc de FT par lits fluidisés

Le banc d'essai de FT utilisant des lits solides fluidisés [71] est l'un des plus répandus [35]. Ce dispositif, développé par Glenn, a été conçu à l'origine pour simuler expérimentalement l'endommagement de pièces aéronautiques, en utilisant des éprouvettes en forme de disques de section prismatique avec un rayon de courbure périphérique [72]. Ce type de géométrie est en effet représentatif des aubes de turbines. Le principe de l'essai consiste à alterner une ou plusieurs éprouvettes entre deux enceintes (lits fluidisés) qui contiennent des particules réfractaires en suspension, maintenues à des températures différentes (un lit fluidisé pour le chauffage, et un autre pour le refroidissement).

Le montage de Glenn permet de réaliser des tests sous atmosphères diverses. Ce dispositif a été réadapté par Howes [73] pour étudier l'endommagement des aciers à outils [74, 75].

Howes a utilisé des lits fluidisés constitués d'air mélangé à de la poudre d'alumine pour le bain de chauffage, et d'air ambiant pour le refroidissement. Différentes géométries d'éprouvette en forme de plaque et de disque, saines ou pré-fissurées, ont été testées. Le cycle thermique à l'extrémité chaude de l'éprouvette varie entre environ 200 et 600 °C, avec une durée de cycle de 264 s (avec 180 s de chauffage), et un cycle sévère, de durée 28 s (avec 4 s de chauffage).

I.2.2.2.1.2. Banc d'essai de FT par flamme

Le chauffage de l'éprouvette se fait ici par un gaz de combustion en exposant sa surface à une flamme [20, 76]. Dans l'application aux outillages de FSPAl, Suzuki et al [77] ont utilisé un dispositif rotatif comportant plusieurs éprouvettes parallélépipédiques alternées périodiquement devant un système de préchauffage, puis devant un chalumeau de chauffage et refroidies ensuite par immersion dans un bain d'eau (à 100 °C). La température maximale de la surface de l'éprouvette atteint 500 °C, et la période du cycle est de 127 s.

I.2.2.2.1.3. Banc d'essai de FT par immersion dans un bain d'aluminium

L'essai de FT consiste ici à tremper les éprouvettes dans un bain d'aluminium liquide, puis à les arroser par un lubrifiant une fois extraites du réservoir. Cette technique est développée aux USA par le groupe de Wallace [41] à la Case Western Reserve University. Cette technique est spécifique à l'étude de l'endommagement des moules de FSPAl [10, 16, 78, 79]. Les éprouvettes sont parallélépipédiques avec perçage interne permettant d'effectuer le refroidissement par circulation d'eau. La nature et la température de l'alliage d'aluminium de fusion ainsi que l'état de surface des éprouvettes ont été étudiées. Les cycles thermiques utilisés par Benedyk et al. [78] et Graham et al. [16] varient respectivement entre 93 et 580 °C avec 12 s de temps de chauffage et 22 s de temps de refroidissement, et entre 93 et 650 °C avec les mêmes périodes de chauffage et de refroidissement.

I.2.2.2.2. Chauffage et refroidissement par rayonnement

Le chauffage se fait dans ce cas, par radiation en exposant l'éprouvette à une source de rayonnement (filaments en tungstène ou les lampes à quartz par exemple) [71]. Toutefois, l'usage des rayons laser est plus commun dans le cas des essais destinés à l'étude des aciers à outils [80], à l'instar du dispositif développé par Ebner et al. [81]. Ces derniers utilisent des éprouvettes en forme de disque, en réalisant des chauffages très localisés sous vide. Les cycles thermiques étudiés varient entre une température minimale fixée à environ 200 °C et des températures maximales allant de 475 à 650 °C, en conservant la même durée de chauffage (1,5 s). Un cycle thermique de 4,5 s de durée de chauffage et 575 °C de température maximale a été également étudié.

Le transfert thermique par rayonnement constitue également le mode avec lequel les éprouvettes de FT se refroidissent, lorsque leur surface externe est libre.

I.2.2.2.3. Chauffage par induction à haute fréquence

Le chauffage par induction est réalisé en soumettant un matériau conducteur d'électricité à un champ électromagnétique variable. Le chauffage est alors intrinsèque (lié matériau), et s'effectue sans contact entre la source et la pièce à chauffer. La chaleur est en effet créée par effet Joule dans la partie périphérique du matériau, où sont concentrés les courants induits (courants de Foucault). L'induction constitue le moyen de chauffage par excellence, malgré le coût élevé des installations requises, car il permet d'appliquer des flux thermiques très importants [71]. Cette technique a été largement utilisée dans l'étude de l'endommagement par FT des aciers à outils [15, 38, 82-87, 94]. Dans les essais de FT utilisant l'induction, les éprouvettes sont souvent d'une géométrie de révolution, permettant d'uniformiser le chauffage suivant la circonférence. Les éprouvettes sont également tubulaires afin de les refroidir par l'intérieur. L'éprouvette développée par Malm présente cependant un méplat sur la partie externe [21]. Les cycles thermiques étudiés sont très variables, et s'étendent dans des plages de température maximale comprises entre 500 et 800 °C.

L'induction est le moyen de chauffage qui a été retenu pour réaliser les essais de FT présentés dans cette étude.

I.2.2.3. Paramètres d'endommagement des aciers à outils par FT

Plusieurs classifications ont été proposées pour distinguer les paramètres qui influent sur l'endommagement par FT des moules de FSPAl [21, 25]. Une classification originale est donnée dans la référence [15], qui répertorie les facteurs contrôlant la résistance de l'acier à la FT selon leur origine en :

- a) Paramètres intrinsèques, qui sont liés au matériau et se déterminent lors de son élaboration, y compris les conditions du traitement thermique,
- b) Paramètres extrinsèques, relatifs au procédé de FSPAl, qui sont déterminés par les conditions de sollicitation de l'acier.

Nous résumons, ci-après, les résultats de l'analyse bibliographique portant sur les paramètres influant l'endommagement par FT des moules de FSPAl, donnée par les références [4, 15, 86].

I.2.2.3.1. Paramètres intrinsèques

I.2.2.3.1.1. Effet de la température d'austénitisation

Ce paramètre a été étudié par Benedyk et al. [78] pour les températures d'austénitisation de l'AISI H13 de 955, 1010, 1065 et 1120 °C sur trois niveaux de dureté différentes (45, 48 et 52 HRC). Graham et al. [16] ont pour leur part étudié sept températures d'austénitisation variant entre 1010 et 1150 °C sur deux niveaux de dureté de l'AISI H13 (45 et 47 HRC). Les résultats de ces deux travaux montrent qu'une élévation de la température d'austénitisation entraîne la prolongation de la durée de vie à l'amorçage de fissure, obtenue par extrapolation des courbes de propagation $a(N)$ sur l'axe des abscisses. En outre, une diminution de la vitesse de fissuration $\Delta a / \Delta N$ (où la taille de fissure (a) est égale à la longueur maximale moyenne à partir des fissures majeures), est observée lorsque la température d'austénitisation augmente.

Or, l'élévation de la température d'austénitisation entraîne un grossissement du grain austénitique ce qui réduit par conséquent la ténacité de l'acier [52, 88, 89]. Les critères de durée de vie utilisés dans la caractérisation de la fissuration peuvent être à l'origine de cette contradiction. Malm et al. [82], quant à eux, ne constatent aucun effet de la température d'austénitisation sur la densité du faïençage.

I.2.2.3.1.2. Effet de la dureté

À partir des essais précédemment décrits, Benedyk et al. [78] montrent que le traitement thermique pour 48 HRC présente un meilleur compromis par rapport aux duretés de 45 et 52 HRC. En effet, les courbes de propagation de fissures, selon le critère de la longueur ou de la densité de fissuration, présentent une vitesse de propagation plus faible dans le cas de l'acier à 48 HRC. Ils concluent alors que ce traitement thermique (48 HRC) améliore la résistance de l'acier à la FT, en lui conférant une meilleure résistance au revenu. Une dureté élevée (52 HRC) réduit la ténacité de l'acier qui tend alors à se comporter comme un matériau fragile. Les différences sont moins significatives en ce qui concerne l'amorçage de fissure, ce qui restreint le qualificatif de « résistance à la FT » à la résistance à la propagation de fissures. Dans une étude plus récente, Medjedoub et al. [15] ont montré qu'en FT la dureté n'a pas d'influence sur la densité du faïençage entre un niveau de 42 et 47 HRC. Par contre, une dureté plus faible (42 HRC) induit un amorçage précoce de fissures macroscopiques avec des vitesses de propagation plus lentes que dans le cas de l'acier à 47 HRC. Il faut préciser qu'ici également, les critères choisis pour la densité de fissure microscopique, l'amorçage et la propagation de fissures, sont spécifiques à l'auteur.

I.2.2.3.1.3. L'effet de l'état de surface

Malm et al. [21] ont réalisé une série d'essais pour étudier l'effet de l'état de surface de l'acier AISI H13 sur la fissuration, plus particulièrement :

a) L'effet de rugosité de la surface sur la densité de fissuration. Ce paramètre n'influe que sur la phase d'amorçage de fissure puisqu'il agit uniquement en surface. Malm et al. [21] montrent que la fissuration est effectivement plus dense dans le cas de surfaces rugueuses. De plus, la rugosité peut changer l'état de contraintes, entraînant ainsi une orientation préférentielle des fissurations.

b) L'influence de la carburation et de la décarburation de la surface sur la densité du faïençage et sur la vitesse de fissuration, en surface et en profondeur. Ils constatent une augmentation de la densité de fissuration sur la surface des échantillons fortement décarburés. La profondeur des fissures dépend du taux de décarburation. Ceci a été relié à la chute de dureté de la partie superficielle ayant subi une forte décarburation, qui se traduit par un appauvrissement en carbone. Ils concluent que la carburation de la surface de moule n'affecte pas le comportement de l'acier, alors qu'une forte décarburation réduit considérablement la résistance à la FT de la surface.

c) L'effet de la nitruration, par la formation des couches de nitrures caractérisées par une dureté très élevée. L'étude de l'effet des traitements de surface par revêtement sur l'endommagement des aciers à outils a fait l'objet de nombreuses études antérieures. En comparaison avec les échantillons non traités, les éprouvettes nitrurées résistent mieux au faïençage. Les revêtements s'avèrent très bénéfiques pour les moules de FSPAl, pour prévenir aussi bien la fissuration que la corrosion [90, 91].

I.2.2.3.1.4. Propriétés des matériaux

La conductivité et la dilatation thermique de l'acier jouent un rôle prépondérant dans le processus de FT. Une conductivité thermique (λ), ou plutôt une diffusivité thermique [92] élevée permet un meilleur transfert de chaleur, et réduit ainsi l'amplitude des gradients thermique responsables des contraintes thermomécaniques. De même, un faible coefficient de dilatation thermique (α) réduit les écarts entre la dilatation des différentes parties du moule, et diminue ainsi les contraintes induites par la structure. Les paramètres thermo-physiques influant sur les contraintes peuvent être représentés par le rapport « $E.\alpha/\lambda$ » (où E étant le module de Young) [93].

Les résistances mécanique, au fluage, à la corrosion, et au revenu ainsi que la limite élastique sont les paramètres du matériau qui gouvernent les propriétés du matériau à la fatigue [25, 93].

Le choix de l'outillage est ainsi basé, entre autres, sur les propriétés thermo-physiques, thermomécaniques et en fatigue, du matériau.

I.2.2.3.2. Paramètres extrinsèques

I.2.2.3.2.1. Effet des paramètres du cycle thermique

L'effet du niveau maximal du cycle sur la tenue à la FT des aciers à outils a fait l'objet de nombreux travaux [15, 21, 29, 81]. Malm et al. [21] ont montré que l'augmentation de la température maximale du cycle de 600 à 750 °C conduit à un faïencage plus important. Le même constat a été fait par Ohrberg et al. pour des températures maximales variant entre 650 et 750 °C [29]. Cependant, Medjedoub et al. [15] ont montré que la densité du faïencage est indépendante de la température maximale ($550\text{ °C} < T_{\max} < 685\text{ °C}$), alors qu'elle est étroitement liée à la densité de flux de chauffage. La densité de faïencage est proportionnelle à la densité de flux de chaleur appliquée pendant le chauffage, alors qu'elle reste constante lorsque la température maximale augmente (à vitesse de chauffage identique) [15]. En revanche, l'élévation de la température maximale réduit la durée de vie pour la croissance des fissures macroscopiques [15]. La densité de flux de chaleur provoque également une accélération de la fissuration macroscopique, aussi bien pour l'amorçage que pour la propagation. Elle influe en effet directement sur les gradients thermiques induits dans la structure, et modifie ainsi l'amplitude des sollicitations thermomécaniques, en particulier sur la surface. La chute de la résistance à la fissuration par l'élévation du niveau de la température a été attribuée dans tous les cas à la diminution des caractéristiques thermomécaniques à chaud, notamment l'élasticité et la limite élastique. L'instabilité microstructurale de l'acier à haute température est aussi à l'origine de cet endommagement précoce. L'adoucissement de l'outil, qui se traduit par chute de la limite élastique, conduit à davantage de déformation inélastique, entraînant une croissance plus rapide des fissures. Ebner et al. [81] ont montré que l'adoucissement de l'acier est d'autant plus important que la température est élevée. La microstructure est considérablement affectée à haute température, alors qu'à $T_{\max} = 475\text{ °C}$ elle demeure inchangée. Rousseau et al. [83] ont établi les mêmes conclusions quant à l'effet de la température maximale, en utilisant une nuance « AISI H11 » enrichie en tungstène. Ils ont montré cependant que la variation de la température minimale entre 100 et 200 °C n'affectait pas l'endommagement par FT [83].

L'effet de l'évolution de la température pendant le refroidissement a été étudié par Malm et al. [82] en effectuant deux cycles thermiques qui se distinguent par la période de refroidissement. Ils ont utilisé d'une part un refroidissement à l'air pendant 50 s, et d'autre part un refroidissement forcé à l'eau d'une durée voisine de 1 s. Ils constatèrent que la vitesse de propagation des fissures est plus élevée dans le cas du refroidissement à l'air, car l'acier est exposé à haute température plus longtemps. Dans ce cas, l'adoucissement thermique est prépondérant sur les contraintes provoquées par la sévérité du refroidissement forcé avec l'eau.

I.2.2.3.2.2. Effet de la géométrie de l'éprouvette

Les éprouvettes de FT peuvent être classées selon le mode de fissuration qu'elles provoquent en :

a) Éprouvettes provoquant une fissuration uni-axiale dans le sens perpendiculaire à la contrainte.

La géométrie, dans ce cas, favorise la concentration de contraintes suivant une seule direction correspondant à l'axe selon lequel s'effectue le bridage. Un tel type d'endommagement est obtenu avec les éprouvettes disques développées Glenney [72] et Howes [73], et les éprouvettes coins conçues par Meyer-Olbersleben et al. [94]. D'autres géométries favorisant une fissuration uni-axiale ont été développées par Taira [95] et Tret'yachenko [96]. Le mode d'endommagement uniaxial correspond à la fissuration observée dans les zones de concentration de contraintes dans les moules.

b) Éprouvettes provoquant une fissuration mixte (uni et multiaxiale). Cela est obtenu avec des éprouvettes parallélépipédique [10, 78], cylindrique avec des bords libres [15, 86] ou avec méplat [21] et plaque avec un chauffage central [97]. De nombreux auteurs ont mis en évidence une transition de fissuration cellulaire (faïençage) sur les surfaces planes (bridage dans le plan), à une fissuration parallèle dans les zones de bridage suivant un seul axe [10, 98, 99]. Ce phénomène a été relié à l'évolution des contraintes correspondantes, qui passent d'un état biaxial au centre des surfaces à un état uniaxial aux bords libres (cf. Figure I.7). Ces modes de fissuration sont également observés sur des moules de FSPA1 [2, 49, 92].

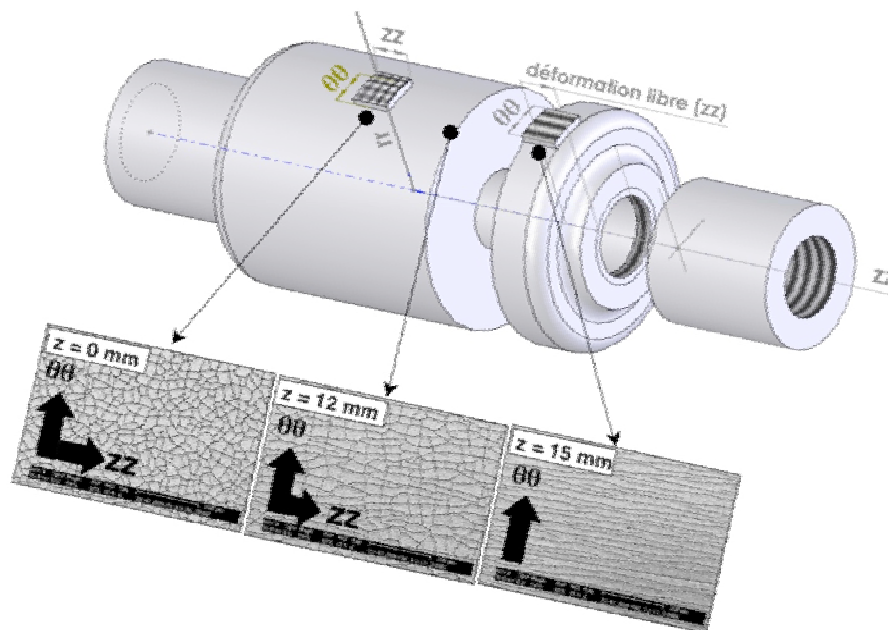


Figure I.7 : Eprouvette de FT cylindrique (CFT) [15, 86] présentant une transition de fissuration multiaxiale (au centre) en fissuration uniaxiale (aux bords libres)

I.2.2.3.2.3. Effet des contraintes résiduelles

À l'issue de la fabrication du moule et des différentes étapes de rectification effectuées sur l'empreinte, la surface est soumise à un état de contraintes résiduelles en compression [100, 101]. Des mesures de contraintes résiduelles in situ (réalisées sur moule industriel), montrent que dès les premières dizaines de cycles, l'état de contraintes en surface s'inverse et passe en traction, [101]. Cette inversion est due aux contraintes de traction engendrées lors des refroidissements, à la suite du déchargement de la déformation plastique de compression du premier chauffage. Les contraintes se stabilisent ensuite vers une valeur asymptotique, et demeurent ainsi jusqu'à l'amorçage de fissure (soit 10000 cycles environ). L'amplitude de saturation en traction varie selon la région du moule considérée, avec des valeurs maximales enregistrées aux attaques, où les sollicitations thermiques sont extrêmes. La partie superficielle concernée par le changement de l'état de contrainte résiduelle peut s'étendre sur 3 mm de profondeur. La fissuration provoque le retour en compression de l'état de contrainte résiduelle. Kiwanaga et al. [101] ont corrélé l'évolution de la densité du faïençage à une décroissance de la contrainte résiduelle.

Cette forme d'évolution des contraintes résiduelles, avec inversion rapide de la compression vers la traction, suivie d'un plateau étendu sur la majorité de la durée de vie du moule, et un retour en compression par la croissance de fissures, a été confirmée par d'autres études [77, 100, 134].

I.2.2.3.2.4. Effet de l'environnement

✓ Cas général

Le rôle de l'environnement sur l'endommagement des métaux à haute température a été mis en évidence par de nombreux travaux [102-108]. Selon Petit : « La résistance à la fatigue des matériaux métalliques peut être profondément altérée par le milieu environnant à l'état liquide ou gazeux » [109, 110]. L'auteur rapporte une revue des travaux menés sur l'étude des effets d'environnement sur divers matériaux (fer et aciers, aluminium et ses alliages, alliages base nickel, magnésium et ses alliages et alliages de titane) [109]. Le couplage entre la sollicitation mécanique et l'effet de l'environnement est communément qualifié de Fatigue-Corrosion, bien que le terme soit habituellement utilisé pour caractériser spécifiquement la fatigue en milieu aqueux [109]. Le liquide agit soit par la fragilisation du métal de base, soit par interaction chimique, conduisant à la formation de dépôts sur la surface. Selon Fernandes et al. [111], l'effet de la fragilisation peut être décrit par les modèles de réduction de l'énergie de surface (décrite par le théorème de Griffith), de réduction de la cohésion inter-atomique, de perturbation de l'émission de dislocations, de diffusion intergranulaire (Hancock et Ives), de dissolution assistée par la contrainte et de pénétration dans les joints de grains. Les mécanismes décrits sont causés soit par l'adsorption des atomes du liquide en surface, soit par la diffusion à l'intérieur du métal. Ces approches sont donc applicables à une échelle atomique, ce qui rend leur caractérisation quantitative très complexe. Toutefois, un modèle de propagation de fissures en fatigue, qui a été validé dans différentes conditions, est proposé par Petit et al. [110]. Le modèle rend compte de l'adsorption de la vapeur d'eau et de la fragilisation par l'hydrogène, intervenant à des vitesses de fissuration distinctes.

✓ Cas des aciers à outils

La forte sensibilité de l'acier à l'aluminium, à l'eau et à l'air, notamment à haute température, fait de l'environnement un facteur essentiel dans le processus d'endommagement des outillages. Les outillages de FSPAl ne sont exposés à l'aluminium en fusion que durant une très brève fraction du cycle (quelques centaines de millisecondes) [17]. Ainsi, les conditions de sollicitation en FSPAl ne sont pas considérées agir de la même manière que la corrosion sous contrainte ou que la fatigue sous corrosion [16]. Cependant, comme indiqué plus haut, l'oxydation et l'aluminisation sont omniprésentes dans les moules de FSPAl de production [21, 25, 27, 29, 38, 49, 92, 112]. Les mêmes conclusions sont retenues quant aux structures testées à l'échelle de laboratoire. L'effet de l'environnement, et notamment de l'oxydation, a été qualifié par Manson comme une source importante de l'instabilité de la surface [25]. L'oxydation et l'aluminisation impliquent le transport d'éléments d'alliages, conduisant à la modification de la composition chimique en surface [25]. Howes évoque « une déplétion en élément d'alliage » pour désigner ce phénomène d'appauvrissement de la matrice [73]. Les couches d'oxydes ou d'intermétalliques se caractérisent par leur comportement fragile (dureté élevée). Cela peut affecter, du point de vue mécanique, la résistance à la fissuration de la surface de l'acier. L'environnement agit également en profondeur avec d'éventuelles pénétrations des oxydes ou d'intermétalliques à l'intérieur des fissures [25, 27, 38, 73]. La présence de ces solides peut empêcher le déplacement libre des lèvres de fissures et accélère ainsi leur propagation [27]. Les fissures se propagent par ailleurs plus rapidement à travers ces couches de moindre ductilité.

Les constats relatifs à l'effet de l'environnement par FT des aciers à outils, avancés ci-dessus, ne sont toutefois fondés que sur des hypothèses. À notre connaissance, il n'existe pas d'étude expérimentale systématique sur la relation entre FT et environnement, bien que l'effet de ce dernier soit représenté dans la plupart des essais de FT. Cependant, les travaux de Rousseau sur l'effet d'une pré-oxydation ont permis de montrer son influence sur l'amorçage et la morphologie du faïençage [83]. Tsujii et al. [113] ont ainsi montré que la durée de vie de l'acier « AISI H11 » testé en FI (à 600 °C) était doublée sous vide par rapport à un essai sous air.

I.2.2.4. Étude de la durée de vie en FT

L'endommagement par FT est souvent traité comme un cas particulier de la fatigue classique, bien que les cycles de contraintes et de déformations soient engendrés par la variation thermique plutôt que mécanique [114]. Néanmoins, l'évaluation du dommage dans le cas de la FT est beaucoup plus complexe que dans le cas de fatigue mécanique, qui n'est elle-même pas spécialement simple [35]. Pour étudier l'amorçage, de nombreux auteurs ont tenté, avec succès, d'extrapoler les lois de la Fatigue Isotherme (FI) aux cas de la FT. Certains auteurs ont réadapté les modèles selon leurs conditions d'essais, pour rendre compte des effets de la température, de la période et de la forme du cycle, du temps et de l'environnement et donner ainsi une meilleure fiabilité aux calculs. De nouveaux modèles ont également été établis, en intégrant des mécanismes pouvant interférer avec

l'endommagement par FT, comme l'oxydation ou le fluage. Une revue bibliographique des modèles utilisés pour étudier l'amorçage en FT est donnée dans la référence [93].

Les études de propagation de fissures sous contraintes d'origine thermique sont toutefois moins avancées qu'en amorçage, bien qu'elles mettent unanimement en évidence l'usage de la mécanique de la rupture, particulièrement en élasticité [23, 35, 53, 93, 110, 114-123]. En effet, les paramètres caractéristiques de la distribution des contraintes ou des déformations thermomécaniques au voisinage de la fissure, définis par la Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture (MLER), peuvent rendre quantitatif le phénomène de fissuration par FT.

Cette section est dédiée à l'étude de la propagation des fissures de FT par application du concept de la MLER. La problématique, notamment sur le plan expérimental, est discutée ci-après.

I.2.2.4.1. Étude de la propagation de fissure en FT par application de la MLER

La modélisation de la propagation de fissure par application du concept de la MLER consiste à déterminer des lois empiriques qui relient les vitesses de fissuration mesurées expérimentalement au Facteur d'Intensité de Contrainte (FIC). On distingue, selon le domaine de sollicitation, deux types de lois de puissance représentées par les Équations (I.1) et (I.2) [93] :

$$\left(\frac{da}{dN}\right) = B(a)^n \quad (\text{I.1})$$

$$\left(\frac{da}{dN}\right) = C(\Delta k)^m \quad (\text{I.2})$$

où, da/dN est la vitesse de propagation, B : l'amplitude de la déformation plastique, a : la longueur de la fissure, n , C et m sont des constantes et $\Delta K = (K_{\max} - K_{\min})$ est l'amplitude du FIC.

Ces lois décrivent respectivement la fatigue oligo-cyclique à forte plasticité (LCF), et la fatigue à grand nombre de cycles (HCF), où la fissure se développe dans un domaine élastique ou avec une plasticité confinée. Lorsque les conditions du confinement du domaine plastique ne sont plus valables, où la dimension du domaine plastique devient importante par rapport à la taille de la fissure, l'analyse de la propagation doit rendre compte de la plasticité. Un calcul énergétique utilisant le paramètre J , qui représente la variation de l'énergie, sera mieux appropriée dans ce cas-là.

Différentes méthodes de calcul sont proposées pour déterminer les valeurs de FIC [124]. La forme générale du FIC (K) est exprimée en fonction d'un paramètre mécanique (σ), d'une dimension de la fissure (a) et d'un facteur correctif, suivant l'équation I.3 [125] :

$$K = \beta(a/L)\sigma\sqrt{a} \quad (\text{I.3})$$

Généralement, le paramètre mécanique consiste en une contrainte ou amplitude de la contrainte, bien que certains auteurs utilisent le paramètre de la déformation en introduisant la notion controversée du Facteur d'Intensité de Déformation (FID) pour la propagation de fissure en LCF [53]. Le FIC peut également être déterminé par des méthodes numériques basées sur un calcul énergétique [126]. La progression des outils informatiques a permis de développer des calculs sophistiqués pour évaluer les champs de contraintes et les déformations au voisinage de la fissure en conditions dynamiques. D'autre part, la mesure de l'écartement entre les lèvres en pointe de fissure (« Crack Tip

Opening Displacement » , ou CTOD) constitue un critère expérimental permettant de déterminer le FIC en élasticité ou même en élasto-plasticité [125].

La détermination du FIC dans le cas des structures fissurées sous sollicitation anisotherme (FT) se fait habituellement en combinant des expressions prédéterminées du FIC, spécifiques à des cas de chargement particulier, au principe de superposition [124, 125, 127]. Les formules utilisées sont choisies selon le mode de sollicitation et la géométrie de la structure correspondant au cas étudié.

Une fois déterminés, les profils du FIC sont reliés aux vitesses de fissuration suivant des lois de puissance. Les lois de propagation établies sont ensuite corrélées avec celles qui sont déterminées en condition isotherme. Certains auteurs ont introduit le critère de température équivalente comme plateforme de comparaison [128]. Les résultats de la corrélation entre les deux conditions sont toutefois nuancés, et les lois ne sont pas toujours comparables [129]. Plusieurs raisons peuvent être à l'origine de ce désaccord comme une sur- ou sous-estimation de la contrainte ou du FIC, la non-consideration de la plasticité, la présence de multi fissuration, etc. [129, 130]. Pour y remédier, il est suggéré soit de reconsidérer la valeur du FIC en intégrant d'autres facteurs de correction, soit d'appliquer d'autres méthodes permettant de tenir compte des facteurs comme la plasticité ou l'effet de l'environnement (FIC effectif, calcul de l'intégrale de Rice « J ») [109, 125].

I.2.2.4.2. Application de la MLER au cas de la FT

En réalité, dans les conditions de températures variables, la notion du FIC n'est physiquement pas tout à fait convenable. Tel qu'il est défini en condition isotherme, le FIC permet la caractérisation de la redistribution des contraintes au voisinage de la tête de fissure, à une température donnée. Cependant, en FT, la fissure est sollicitée selon des champs de contraintes variables et non-uniformes appliquées parallèlement à des transitoires thermiques. Il est par conséquent très difficile de déterminer de manière objective les effets de ces gradients de contraintes, notamment autour de la pointe de fissure où la température fluctue continuellement. De plus, la présence de défauts macroscopiques peut perturber localement la propagation de l'onde thermique. Ces facteurs peuvent compromettre l'usage assez simpliste de la MLR, et contraignent l'opérateur à valider un certain nombre d'hypothèses conformément aux conditions de son test avant d'appliquer le principe.

Mowbray et al. [131] ont été les précurseurs de l'application du concept de la MELR pour étudier la propagation des fissures de FT, en vérifiant un certain nombre de conditions. Les auteurs ont utilisé l'essai de Glenny pour conduire des tests de fatigue sur des éprouvettes disques en superalliage. Le calcul bidimensionnel des profils du FIC a été effectué par la Méthode des Éléments Finis (MEF), en se basant sur la méthode de la superposition. Une fonction d'influence (fonction de poids) est utilisée pour déterminer le FIC. La valeur du FIC en mode I, K_I , s'exprime en fonction de la distribution des contraintes $p(x)$ dans l'éprouvette non fissurée et de la fonction de pondération $m(x)$ (cf. Equation I.4 et I.5).

$$K_I = \sqrt{2/\pi} \int_0^a p(x)m(x)dx \quad (\text{I.4})$$

$$m(x) = (1/\sqrt{x})[1.0 + 0.615(x/a) + 0.25(x/a)^2] \quad (\text{I.5})$$

Le profil de contrainte utilisé dans le calcul correspond à l'instant où l'écart entre la température de la surface et la température moyenne de la structure est maximal. La solution choisie pour la fonction de poids a été proposée par Bueckner pour une plaque semi-infinie [132].

Cette approche a été largement reprise, avec le même succès, par de nombreux auteurs pour des conditions de test différentes (matériaux, géométries d'éprouvette, méthode d'influence) [115, 117, 119]. Dans ses travaux de thèse sur la FT des disques de laminoirs, Dias [129] a utilisé pour le calcul du FIC, outre une méthode analytique basée sur la fonction d'influence, une méthode numérique dont les détails sont donnés par la référence [126]. L'auteur a utilisé des éprouvettes de géométrie cylindrique où la propagation des fissures en profondeur est déterminée à l'aide d'essais destructifs à la fois coûteux et complexes. De plus, pour simplifier le calcul du FIC, l'auteur a supposé que la fissure principale se propageait en Mode I, en ne considérant que l'une des composantes de la contrainte surfacique (élimination de la contrainte axiale « zz »). De même, l'auteur n'a considéré que les valeurs positives du FIC dans la loi de propagation, en supposant que la propagation ne se produisait que pendant l'ouverture des fissures. Sous réserve de la validité de ses hypothèses, les lois de fissuration établies en FT pour les matériaux de structure homogène sont concordantes avec les lois de propagation déterminées en conditions isothermes. La comparaison a été effectuée à 20 °C, étant donné que les valeurs maximales du FIC sont obtenues à la fin du refroidissement où les températures des cycles de FT ne dépassent pas 80 °C. Le critère de K_{max} (à T_{min}) a également permis à Medjedoub et al. [15] de rationaliser la propagation des fissures dans le cas d'éprouvettes cylindriques en X38CrMoV5, testées en FT pour différentes températures maximales (600-685 °C). La détermination de la longueur de fissure par la projection axiale de sa taille mesurée en surface demeure cependant limitée, car les chemins de propagation sont souvent plus longs que la grandeur déterminée. Le suivi des fissures en profondeur était très complexe et n'a d'ailleurs guère permis d'établir une évolution rationnelle. La contrainte radiale, nulle sur les surfaces libres, s'accroît en profondeur où elle agit de manière simultanée avec les contraintes axiales « zz » et tangentielles « $\theta\theta$ » (cf. Figure I.7). Les fissures sont par conséquent tridimensionnelles (cf. Figure I.8) à cœur de l'éprouvette, et évoluent suivant un mode de propagation complexe.

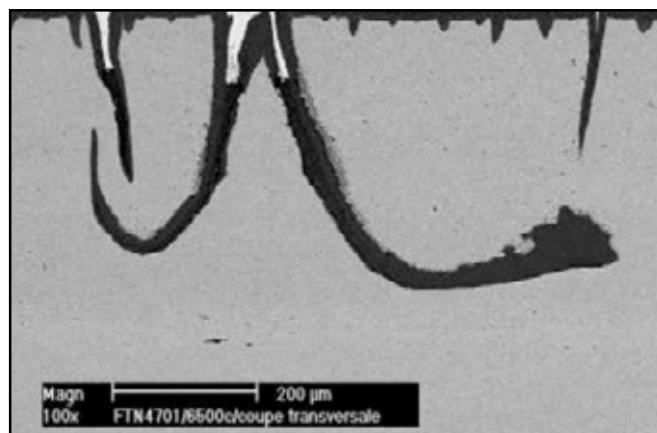


Figure I.8 : Vue en coupe transversale (plan « $0rz$ ») des chemins de propagation d'une fissure (3D) dans la profondeur d'une éprouvette cylindrique (CFT) testée en FT ($T_{max} = 650$ °C) [15]

Dans de telles conditions (multiaxialité), il est recommandé d'utiliser des expressions du FIC correspondant à d'autres modes de chargement. Autrement, l'accumulation des erreurs d'imprécisions dans le calcul du FIC peut décrédibiliser les lois de durée de vie établies. Les éprouvettes disques ou coins sont en revanche mieux adaptées pour étudier la propagation des fissures de FT en Mode I. En effet, elles permettent de déterminer plus facilement l'évolution des fissures. La profondeur de la fissure débouchant aux bords de l'éprouvette est mesurée par observation directe de la surface. Cependant, on distingue généralement, selon le type de sollicitation, deux zones dans les éprouvettes de FT (cf. Figure I.9) :

- a) Une zone périphérique d'amorçage, sollicitée en FTM. Cette partie du disque représente en effet une éprouvette de fatigue oligocyclique (élément de volume),
- b) Une zone centrale, représentant le reste de la structure. Les fissures se propagent dans cette partie, qui incarne l'éprouvette de propagation, sous régime élastique.

La couche superficielle des éprouvettes de FT dans laquelle les sollicitations sont extrêmes, peut contenir en effet des déformations plastiques considérables. À cœur, les gradients thermiques s'atténuent, de même que l'amplitude des contraintes engendrées.

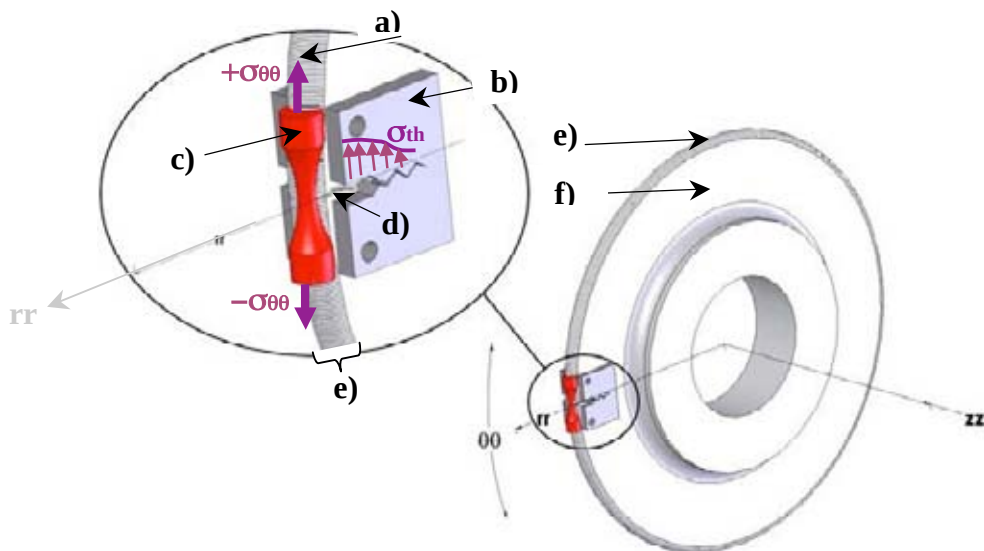


Figure I.9 : Représentation schématique de l'éprouvette axisymétrique tubulaire de section réduite développée dans cette étude, a) microfissures parallèles (faïençage uniaxial), b) éprouvette de propagation c) éprouvette de fatigue oligocyclique, d) macrofissure uniaxiale, e) couronne d'éprouvette (zone de déformation plastique), f) plateau latéral de l'éprouvette (zone élastique)

Howes [75] a été le premier à étudier la propagation de fissures macroscopiques en FT dans le cas de l'acier X38CrMoV5 sur des éprouvettes de type uniaxial. Les courbes de propagation établies montrent une évolution linéaire avec une vitesse constante. Wallace et al. [10], ont quant à eux étudié la propagation de manière statistique à partir de plusieurs fissures évoluant en mode I sur le bord d'éprouvettes parallélépipédiques. Ils ont ainsi établi un intervalle de propagation borné par deux courbes sigmoïde (en forme de S). Bergström et al. [133], enfin, ont rapporté des lois de propagation en FT parallèles dans une plage de températures (600–850 °C), en se basant sur le critère de FID (fissures courtes < 0.5 mm pour $T > 700$ °C).

I.3. Conclusion

Les outillages de FSPAI sont soumis à des sollicitations thermiques, thermomécaniques et physico-chimiques sévères, qui sont d'autant plus importantes dans les zones de concentration de contraintes et aux portes d'injection. L'endommagement des moules résulte d'un couplage complexe entre un processus de FT, d'érosion et de corrosion, et se manifeste par des phénomènes de lavage, d'étamage et de fissuration. L'effet de l'environnement se traduit par l'aluminisation et l'oxydation de l'acier, entraînant la formation d'une couche superficielle composée respectivement d'intermétalliques et d'oxydes (de fer et de chrome). Les transitoires thermiques résultant du contact répété entre l'aluminium liquide et le moule sont à l'origine d'un processus de fatigue anisotherme, qui provoque la fissuration superficielle au bout de quelques dizaines de milliers de cycles. La fissuration de la surface du moule se caractérise par un réseau de faïençage sur les parties planes, et par des fissures parallèles sur les congés. La morphologie et la densité du faïençage sont liées à la vitesse de chauffage, à l'oxydation et à l'état de contrainte. L'amorçage et l'évolution du faïençage dépendent de l'amplitude des sollicitations thermiques et thermomécaniques, de l'état de surface, de la dureté, des contraintes résiduelles et de l'environnement. Les résultats de la littérature montrent que la propagation des fissures macroscopiques est sensible à la température maximale qui contrôle l'adoucissement de l'acier. Les méthodes utilisées dans la caractérisation de l'évolution des fissures, en particulier en conditions de multiaxialité, sont ambiguës.

Les durées de vies rapportées dans la littérature sont très nuancées. Elles ont servi, dans la plupart des cas, de critère de sélection des matériaux présentant une meilleure résistance à la FT pour une condition de sollicitation donnée. Les critères de durée de vie adoptés ainsi que les conditions d'essais mises en œuvre, varient selon chaque auteur, bien que certains s'accordent en suivant une configuration commune. Les cycles thermiques étudiés en laboratoire ne ressemblent pas forcément aux cycles industriels, bien que les auteurs tentent, en fonction de leurs moyens expérimentaux de chauffage et de refroidissement, de se conformer au mieux aux conditions thermiques subies par les outillages. La diversité des conditions de test complique la transposition des différents résultats de la littérature. Toutefois, l'utilisation des critères mécaniques ou de température maximale permet d'établir des plates-formes de comparaison relativement objectives. Les sollicitations thermomécaniques sont déterminées par un calcul de structure basé sur les cycles thermiques, la géométrie et les propriétés thermophysiques et thermomécaniques du matériau. Le problème de l'environnement des essais demeure cependant d'une importance considérable sur la durée de vie de l'acier. **N'ayant pas été étudié dans le passé, ce paramètre fera l'objet de ce travail, qui porte également sur l'étude de la propagation des fissures dans le cas des aciers à outils sollicités en FT, second aspect insuffisamment exploré à ce jour.**

L'approche expérimentale proposée consiste à découpler les sollicitations en réalisant d'abord des essais de FT sous atmosphère inerte, permettant ainsi d'établir un endommagement propre au mécanisme de la FT, dont la durée de vie sera considérée comme référence. L'aluminisation sera par ailleurs étudiée sous contraintes nulles en réalisant des essais de corrosion en conditions isothermes.

Le couplage de ces sollicitations se fera par la réalisation des essais de FT sous atmosphère oxydante puis sur des éprouvettes pré-aluminisées. Cela permettra de conclure quant aux effets respectifs de l'aluminisation et de l'oxydation sur l'endommagement par FT relativement aux essais sous atmosphère inerte. L'étude sera conduite sur des éprouvettes disques pour étudier également la propagation de fissures sous diverses conditions.

Les cycles retenus dans les études antérieures variaient entre des températures minimales allant de l'ambiante jusqu'à 200°C et des températures maximales atteignant 750°C avec des vitesses de chauffage et de refroidissement très variables. À l'échelle du laboratoire (essais de FT appliqués à la FSPAI), la température maximale du seuil de fissuration de l'acier se situe à 550°C, alors qu'en milieu industriel les fissures apparaissent à des températures plus basses. Cette différence réside dans la complexité des sollicitations industrielles qui sont difficiles à reproduire à l'échelle du laboratoire, en particulier les densités de flux de chaleur très élevées et les grandes pressions de compression (~1000 bars). De ce fait, les auteurs se trouvent contraints d'élever le niveau des températures maximales pour pouvoir obtenir la fissuration. L'inconvénient est qu'au-delà de la température du deuxième revenu, la microstructure de l'acier subit de sérieuses transformations, entraînant la chute de sa dureté (adoucissement). De plus, l'amplitude de la déformation plastique augmente à haute température au détriment des propriétés mécaniques et du module de Young de l'acier. Par conséquent, la tenue à la FT de l'acier est fortement abaissée à haute température. Pour ces raisons, nous avons donc limité l'étude de la FT dans un domaine de température compris entre 550 et 650 °C.

I.4. Références bibliographiques

1. Commission Nationale de la Formation Professionnelle-Syndicat Général des Fondeurs de France, *Technologie de la fonderie en moules métalliques : Tome 2 : fonderie sous pression*, Edition Techniques des Industries de la Fonderie, 2 ed., 1977.
2. Danzer, R., et al., *Thermal fatigue cracks in pressure die casting dies*. Gie erei-Praxis, 1983: p. 288-297.
3. Dour, G., *Aide mémoire Fonderie*. Dunod, Paris, 2004.
4. Miquel, B., *Compréhension et détermination des paramètres influant sur le phénomène d'endommagement par fatigue thermique des moules en fonderie sous pression d'aluminium*, Rapport interne CROMeP-EMAC. 2000.
5. Persson, A., *On tool failure in die casting*. 2003: Uppsala universitet, Acta Universitatis Upsaliensis.
6. Breitler, R. *Recent Developments in Die Steels for Pressure Die Casting*. Transactions of the Driving Die Casting into the 21st Century. 1991.
7. Jacob, S., *Propriétés des alliages d'aluminium de fonderie*. Technique de l'Ingénieur. **M 4 675**: p. 1-14.
8. Polmear, IJ., *Light alloys, Metallurgy of the Light Metals 2nd Edition*. Edward Arnold, 1981.
9. Reynoldson, R., *Die casting Tools Manufactured From H13 Hot Work Tool Steels*. Die Casting and Technology, 1998: p. 39-49.
10. Schwam, D., J. Wallace, and S. Birceanu, *Effect of Design Factors on Thermal Fatigue Cracking of Die Casting Dies*. 2004, DE-FC07-00ID138486, Case Western Reserve University /Dept of Materials Science and Engineering (USA).
11. Roberts, G. and R. Cary, *Tool steels*. 1980: ASM International.
12. Siaut, M., *Traitement Thermique des Aciers Z38CDV 5 pour Moules Sous Pression d'Alliages Légers et Optimisation des Propriétés d'Emploi*. Traitement Thermique, 1988. **217**: p. 21-26.
13. Siaut, M., A. D. C 3: *The high performance steel for light alloys die casting dies*. Hommes et Fonderie (France), 2001. **315**: p. 28-34.
14. Lévêque, R., *Traitements thermiques dans la masse des aciers à outils*. Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, 2002(M 1134): p. 1134-1134.
15. Medjedoub, F., *Détermination des paramètres influant sur le phénomène d'endommagement par fatigue thermique des moules en fonderie sous pression d'aluminium*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines de Paris, 2004.
16. Graham, R. and J. Wallace, *Thermal Processing, Structure and Thermal Fatigue Relations for Dies Steel*, in *Die Casting Research Foundation, Inc.* 1974, Die Casting Research Foundation of American Die Casting Institute, Inc.
17. Hamasaiid, A., et al., *Heat transfer at the casting/die interface in high-pressure die casting-experimental results and contribution to modelling*. TMS, 2006: p. 1.
18. Papai, J. and C. Mobley, *Die Thermal Fields and Heat Fluxes During Die Casting of 380 Aluminium Alloy in H-13 Steel Dies*. Transactions, NADCA, 1991.
19. Nieh, C.Y. and J.F. Wallace, *Thermal Fatigue Behavior of H-13 Die Steel for Aluminium Die Casting with Various Ion Sputtered Coatings*, N.C. Report, Editor. July 1981, National Aeronautics and Space Administration. p. 50 p.
20. Herbst, N., *Material Selection in Diecasting - Part 1 - Die Insert Materials*. Die Casting Bulletin, Luke & Singer Pty Ltd / ADCA Publications. **50**: p. 11-29.
21. Malm, S. and J. Tidlund, *Increased Life for Die Casting Dies*. in *Transactions of the 10th International Die Casting Congress, Paper No. IG-T79-051*. 1979.
22. Medjedoub, F., et al., *Endommagement par fâiencage des moules de fonderie sous pression en fatigue thermique origines, mécanismes et approches*. Fonderie, Fondeur d'aujourd'hui, 2005(244): p. 22-36.
23. Medjedoub, F., et al., *Experimental conditions and environment effects on thermal fatigue damage accumulation and life of die-casting steel X38CrMoV5 (AISI H11)*. International Journal of Microstructure and Materials Properties, 2008. **3**(2): p. 336-349.
24. Gopal, S., A. Lakare, and R. Shivpuri, *Soldering in Die Casting: Aluminum Alloy and Die Steel Interactions*. Die Casting Engineer, 2000. **44**(3): p. 70-81.
25. Manson, S., *Thermal fatigue of Die Casting Dies – A Review and Proposed Future Program*. 1972.
26. Makhoulouf, M. and D. Apelian, *Casting Characteristics of Aluminium Die Casting Alloys*. DOE/ID13716, Worcester Polytechnic Institute, 2002.
27. Sjöström, J. and J. Bergström, *Thermal fatigue in hot-working tools*. Scandinavian Journal of Metallurgy, 2005. **34**(4): p. 221-231.
28. Gorbach, V., V. Alekhin, and G. Kurganova, *Determining thermal fatigue of steels for die casting of aluminum alloys*. Metal Science and Heat Treatment, 1977. **19**(11): p. 982-985.
29. Ohrberg, N. and J. Tidland, *Some Aspects of Die Steels*. Die Casting Bulletin, 1979: p. 21-28.
30. Mattavelli, D., *Die casting problems and possible solutions*, in *Pressocolata E Tecnologia (Die Casting & Technology)*. mars 1998. p. 42-51.

31. Maguire, M., et al. *Investment cast AISI H13 tooling for automotive applications*. in *Conference: 28. international symposium on automotive technology and automation: dedicated conference on mechatronics-efficient computer support for engineering, manufacturing, testing and reliability*, Stuttgart (Allemagne), 18-22 Sep 1995. 1995.
32. Rezai-Aria, F., *Sollicitations thermomécaniques des outillages de forge à chaud*. Bulletin du Cercle d'Etudes des Métaux, 2002, p. 38-40.
33. Norström, L., B. Klarenfjord, et M. Svensson, *General Aspects on "Washout" Mechanisms in Aluminium Die Casting Dies*. Transactions of the 17th International Die Casting Congress, Cleveland, October 1993, p. 219-225.
34. Spera, D., *What is Thermal Fatigue ?*. Thermal Fatigue of Materials and Components, ASTM STP 612, 1976, p. 3-9.
35. Remy, L. *Méthodologie de la fatigue thermique*. Journées Internationales de Printemps sur la Fatigue à Haute Température, Paris, France, Juin 9-11, 1986.
36. Zhu, H., J. Guo, et J. Jia, *Experimental study and theoretical analysis on die soldering in aluminum die casting*. Journal of Materials Processing Tech., 2002. **123**(2): p. 229-235.
37. Kosec, B., L. Kosec, et J. Kopa *Analysis of casting die failures*. Engineering Failure Analysis, 2001. **8**(4): p. 355-359.
38. Mitterer, C., et al., *Application of hard coatings in aluminium die casting soldering, erosion and thermal fatigue behaviour*. Surface & Coatings Technology, 2000. **125**(1-3): p. 233-239.
39. Apelian, S., *Die soldering - A metallurgical analysis of the molten aluminium/die interface reactions*. Transactions of the North American Association (NADCA) congress and Exposition, 1997.
40. Chu, Y., et al., *A study of the cast alloy/die surface interactions in aluminium die casting*. Transactions of the North American Association (NADCA) congress and Exposition, 1997.
41. Zhu, Y., et al., *Evaluation of soldering, washout and thermal fatigue resistance of advanced metal materials for aluminum die-casting dies*. Materials Science & Engineering A, 2004. **379**(1-2): p. 420-431.
42. Chacrone, A., *Étude métallographique et cinétique de la formation de la couche d'alliage lors des revêtements d'aciers par l'aluminium et l'aluminium-silicium*. Thèse de Doctorat à l'Université de Metz, 1986.
43. Chen, Z., *Formation and progression of die soldering during high pressure die casting*. Materials Science & Engineering A, 2005. **397**(1-2): p. 356-369.
44. Shahverdi, H., et al., *Microstructural analysis of interfacial reaction between molten aluminium and solid iron*. Journal of Materials Processing Tech., 2002. **124**(3): p. 345-352.
45. Joshi, V., A. Srivastava, et R. Shivpuri, *Intermetallic formation and its relation to interface mass loss and tribology in die casting dies*. Wear, 2004. **256**(11-12): p. 1232-1235.
46. Sundqvist, M., *Tribological aspects of hot work tool steels in contact with aluminium*. 1994, Materials Engineering Program, Cullen College of Engineering, University of Houston.
47. Richards, R., et al., *Metallurgy of continuous hot dip aluminizing*. International Materials Reviews(UK), 1994. **39**(5): p. 191-212.
48. Wladyslaw, K. et A. Fajkiel. *Testing the Soldering Tendencies of Aluminium Die Casting Alloys*. 1991.
49. Berns, H., *Beispiele zur Schädigung von Warmarbeitswerkzeugen*. Journal of Heat Treatment and Materials Z. Werkst. Wärmebeh. Fertigung Carl HANSER Verlag München. 2004. p. 379-387.
50. Shankar, S. et D. Apelian, *Die soldering: Mechanism of the interface reaction between molten aluminum alloy and tool steel*. Metallurgical and Materials Transactions B, 2002. **33**(3): p. 465-476.
51. Engberg, G. et L. Larsson. *Elevated-Temperature Low Cycle and Thermomechanical Fatigue Properties of AISI H13 Hot-Work Tool Steel*. Low Cycle Fatigue, ASTM STP 942, 1988, p. 576-587.
52. Worbye, J., *New Information Points the Way to Longer Die Casting Die Life*. Die Casting Engineer, 1985: p. 42-54.
53. Skelton, R.P., *Fatigue at high temperature*. Applied Science Publishers, 1983.
54. Bruckel, P., *Oxydation de l'Acier à Outils X38CrMoV5 à 600-700°C et en présence de vapeur d'eau*. Thèse de Doctorat à l'Ecole des Mines de Paris, 2003.
55. Yu, M., R. Shivpuri, et R. Rapp, *Effects of molten aluminum on H13 dies and coatings*. Journal of Materials Engineering and Performance, 1995. **4**(2): p. 175-181.
56. Chen, Z., D. Fraser, et M. Jahedi, *Structures of intermetallic phases formed during immersion of H 13 tool steel in an Al-11 Si-3 Cu die casting alloy melt*. Materials Science & Engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing, 1999. **260**(1-2): p. 188-196.
57. Chu, Y., P. Cheng, et R. Shivpuri. *Soldering Phenomenon in Aluminum Die Casting: Possible Causes and Cures*. 17 th International Die Casting Congress and Exposition, 1993.
58. Han, Q. et S. Viswanathan, *Analysis of the mechanism of die soldering in aluminum die casting*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2003. **34**(1): p. 139-146.
59. Denner, S., R. Jones, et R. Thomas, *Hot Dip Aluminizing of Steel Strip*. Iron Steel Int., 1975. **48**(3): p. 241-252.
60. Winkelman, G., et al., *Morphological features of interfacial intermetallics and interfacial reaction rate in Al-11Si-2.5 Cu-(0.15/0.60) Fe cast alloy/die steel couples*. Journal of Materials Science, 2004. **39**(2): p. 519-528.

61. Chen, Z. et M. Jahedi, *Die erosion and its effect on soldering formation in high-pressure die casting of aluminium alloy*. Materials & design, 1999. **20**(6): p. 303-309.
62. Carrera, S., et al. *The Development of a Surface Engineered Coating System for Aluminum Pressure Die Casting Dies*. Transactions of the North American Association (NADCA) congress and Exposition, 2001.
63. Joshi, V., et al., *Dissolution and soldering behavior of nitrided hot working steel with multilayer LAFAD PVD coatings*. Surface & Coatings Technology, 2001. **146**: p. 338-343.
64. Shivpuri, R., V. Joshi, et A. Srivastava, *Soldering and Ejection Behaviour of Duplex and Multilayer Filtered Arc PVD Coatings*. Transactions of the North American Association (NADCA) Congress and Exposition, Cincinnati, Oct-Nov. 2001.
65. Argo, D. et R. Barnhurst and W., *The causes of soldering in zinc die casting*. Transactions of the North American Association (NADCA) Congress and Exposition, 1997.
66. Shivpuri, R., et al., *A study of erosion in die casting dies by a multiple pin accelerated erosion test*. Journal of Materials Engineering and Performance, 1995. **4**(2): p. 145-153.
67. Jahedi, M. et D. Fraser. *Prevention of soldering in high pressure die casting dies using aluminium & iron oxide surface treatment*. Transactions of the 21st International Die Casting Congress and Exposition, North American Die Casting Association (NADCA), Cincinnati, 2001.
68. Sundqvist, M. et S. Hogmark, *Effects of liquid aluminium on hot-work tool steel*. Tribology International, 1993. **26**(2): p. 129-134.
69. Revel, P., *Etude du comportement et de l'endommagement d'un superalliage base cobalt soumis à la fatigue thermique*. Thèse de Doctorat à l'Université de Technologie de Compiègne: Compiègne, 1991.
70. Engler Pinto, C., *Etude de l'Endommagement en Fatigue Thermo-Mécanique de Superalliages à Base de Nickel*. Thèse de Doctorat à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 1996.
71. Glenny, E., et al., *A Technique for Thermal-Shock and Thermal-Fatigue Testing Based on the Use of Fluidized solids*. Journal of the Institute of Metals, 1958-1959. **87**: p. 294-302.
72. Glenny, E., *The Influence of The Geometry on Thermal Fatigue Behavior*. Thermal and Height Strain Fatigue, The Institute of The Iron and Steel Institute, 1967: p. 346-363.
73. Howes, M.A.H., *Evaluation of Thermal Fatigue Resistance of Metals Using the Fluidized-Bed Technique*. Fatigue at Elevated Temperatures, ASTM STP 520, 1973, p. 242-254.
74. Howes, M.A.H., *Evaluation of Thermal Fatigue Resistance of Metals Using the Fluidized-Bed Technique*. Fatigue at Elevated Temperatures, ASTM STP 520, 1973, p. 242-254.
75. Howes, M., *A Study of Thermal Fatigue Mechanisms*. Thermal Fatigue of Materials and Components. ASTM STP 612, 1976, p. 86-105.
76. Rezai-Aria, F., et al., *Thermal Fatigue Behavior of Mar-M 509 Superalloy*. Mechanical Behavior of Materials-IV,, 1983. **1**: p. 247-253.
77. Suzuki, M., M. Ishihara, et H. Miyachi. *Residual Stress and Heat Checking in Die Casting Dies*. Transactions of the North American Association (NADCA) Congress and Exposition Chicago, 1972.
78. Benedyk, J., D. Moracz, et J. Wallace, *Thermal Fatigue Behavior of Die Materials for Aluminum Die Casting*. Transactions of the 6th SDCE International Die Casting Congress, Cleveland, 1970, p. 1-20.
79. Klobar, D., J. Tuöek, and B. Taljat, *Thermal fatigue of materials for die-casting tooling*. Materials Science & Engineering A, 2008. **472**(1-2): p. 198-207.
80. Sun, Y., et al., *Fatigue behavior and fractography of laser-processed hot work tool steel*. Vacuum, 2004. **73**(3-4): p. 655-660.
81. Ebner, R., et al., *Thermal fatigue behaviour of hot-work tool steels heat check nucleation and growth*. International Journal of Microstructure and Materials Properties, 2008. **3**(2): p. 182-194.
82. Malm, S., M. Svensson, et J. Tidlund, *Heat Checking in Hot Work Steels*. Bull. Cercle Etud. Met, 1979. **14**(5): p. 339-75.
83. Rousseau, D., et al. *Fatigue Thermique des Aciers à Outils Pour travail à Chaud*. au 2^{ème} Colloque International sur les Aciers à Outils pour Travail à Chaud, St-Etienne, 1977.
84. Seux, M., J.C. Saint-Ignan, et R. Lévêque. *Improvement Service Life for mpm H13 Mandrels in Mechanical Working and Steel Processing Conference*. Toronto, 1988..
85. Starling, C. et J. Branco, *Thermal fatigue of hot-work tool steel with hard coatings*. Thin Solid Films, 1997. **308**: p. 436-442.
86. Jean, S., *Méthodologie d'exploitation mécanique et microstructurale d'un essai de fatigue thermique: application de l'étude de faïençage d'un acier pour outils de forge à chaud*. Thèse de Doctorat à l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 1999.
87. Velay, V., *Modélisation du comportement cyclique et de la durée de vie d'aciers à outils martensitiques*. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2003.
88. Wallace, J., Y. Wang, et S. Schwam, *Effect of Composition and Processing on the Thermal Fatigue And Toughness of High Performance Die Steel*. Die Casting Eengineer, 1997. **41**: p. 26-33.
89. Schwam, D. et J.F. Wallace, *Improvement of Die Life in Aluminium Die Casting*. Die Casting Engineer, 1995. **39**: p. 12-16.
90. Ivanov, V., I. Paine, et P. Revnyuk, *Study of thermal fatigue of H 13 die steel with various surface treatments*. High-Temperature Materials and Processes, 2002. **21**(1-2): p. 65-78.

91. D'Ans, P., *Contribution à la Mise au Point d'une Démarche Rationnelle de Sélection des Traitements de Surface, Illustrée dans le Cas des Dispositifs de Fonderie de l'Aluminium*. Thèse Doctorat à l'Université Libre de Bruxelles, 2009.
92. Noesen, S.J. et H.A. Williams. *The thermal fatigue of die casting dies*. The Fourth National Die Casting Exposition & Congress, Cleveland, 1966.
93. Dias, A. et Lieurade, H., *La fatigue thermique: mécanismes, simulation et modélisation*. Science et Industrie, Mécanique, Matériaux, Électricité, 1988(428): p. 3-19.
94. Meyer-Olbersleben, F., C. Engler-Pinto Jr, et F. Rezai-Aria, *On thermal fatigue of nickel-based superalloys*. Thermomechanical Fatigue Behavior of Materials: Second Volume, 1996: p. 41.
95. Taira, S. et Inoue, T., *Thermal fatigue under Multiaxial Thermal stresses*. Proceedings of the international conference held at Berkeley Castle, Gloucestershire, England, 1969, p. 66-80.
96. Tret'yachenko, G., et al., *Method of testing materials for thermal fatigue with a specified biaxial stress state*. Strength of Materials, 1996. **28**: p. 361-366.
97. Haddar, N., A. Fissolo, et V. Maillot, *Thermal fatigue crack networks: an computational study*. International Journal of Solids and Structures, 2005. **42**(2): p. 771-788.
98. Junyi, F., B. Mengxin, et D. Zijou, *Thermal fatigue under multiaxial stresses*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 1990. **13**(5): p. 525-534.
99. Srivastava, A., V. Joshi, et R. Shivpuri, *Computer modeling and prediction of thermal fatigue cracking in die-casting tooling*. Wear, 2004. **256**(1-2): p. 38-43.
100. Turquier, F., et al., *Residual stress measurements in a tool steel coated with plasma-sprayed zirconia and submitted to thermal fatigue in liquid aluminium*. Physica B: Physics of Condensed Matter, 2000. **276**: p. 872-873.
101. Kowanaga, S., T. Konaga, et M. Nakamura, *Initiation and Propagation of Heat Checking and Variation of Residual Stress in Aluminum Die Casting Dies*. J. Jpn. Die Cast. Assoc., 1989(90): p. 1-9.
102. Esmaeili, S., et al., *Interaction between oxidation and thermo-mechanical fatigue in IN738LC superalloy-I*. Scripta Metallurgica et Materiala, 1995. **32**(11): p. 1777-1781.
103. Snowden, K., *The effect of atmosphere on the fatigue of lead (Air pressure dependence of the fatigue life of polycrystalline lead, revealing the effects of oxygen and of surface condition and coatings)*. Acta Metallurgica, 1964. **12**: p. 295-303.
104. Wei, R. et G. Simmons, *Recent progress in understanding environment-assisted fatigue crack growth*. International Journal of Fracture, 1981. **17**(2): p. 235-247.
105. Williams, D., *A new criterion for failure of materials by environment-induced cracking*. International Journal of Fracture, 1973. **9**(1): p. 63-74.
106. Achter, M., *Effect of environment on fatigue cracks*. Paper from Fatigue Crack Propagation, ASTM STP No. 415, 1967, p.181-204.
107. Driver, H., et al. *Influence of temperature and environment on the fatigue mechanisms of single-crystal and polycrystal 316L*. Low Cycle Fatigue, ASTM STP 942, 1988, p. 438-455.
108. Marshall, P. *The influence of environment on fatigue and creep/fatigue*. Journées Internationales de Printemps sur la Fatigue à Haute Température, Paris, France, Juin 1986.
109. Petit, J. *Influence de l'Environnement sur la Tenue en Fatigue des Métaux et Alliages Métalliques*. Colloque National MECAMAT-Aussois. 2007.
110. Petit, J., G. Henaff, et C. Sarrazin-Baudoux, *Fissuration par fatigue et environnement atmosphérique*. Journal de Physique 4, 2000. **10**(4): p. 203-212.
111. Fernandes, P. et D. Jones, *Mechanisms of liquid metal induced embrittlement*. International Materials Reviews, 1997. **42**(6): p. 251-261.
112. Hairy, P. et M. Richard, *Réduction du collage en fonderie sous pression par l'utilisation de traitements de surface*. Fonderie, Fondateur d'aujourd'hui, 1996(160).
113. Tsujii, N., et al., *Effect of testing atmosphere on low-cycle fatigue of hot-work tool steel at elevated temperature*. ISIJ international, 1995. **35**(7): p. 920-926.
114. Malm, S. et L. Norström, *Material-related model for thermal fatigue applied to tool steels in hot-work applications*. Metal Science, 1979, p. 544-550.
115. Policella, H. and P. Lesne. *Crack initiation and propagation in thermal fatigue - Predictive modeling (Amorçage et propagation de fissures en fatigue thermique - Calculs de prévision)*. aux Journées Internationales de Printemps sur la Fatigue à Haute Température, Paris, France, Juin 1986.
116. Burlet, H., et al., *Crack growth behaviour in a thermal fatigue test. Experiments and calculations*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 1989. **12**(2): p. 123-133.
117. Tret'yachenko, G., V. Barylo, et N. Solov'eva, *Thermal fatigue crack propagation in massive cylinders during their cyclic heating*. Strength of Materials, 1999. **31**(4): p. 380-388.
118. Persson, A., S. Hogmark, et J. Bergström, *Simulation and evaluation of thermal fatigue cracking of hot-work tool steels*. International Journal of Fatigue, 2004. **26**(10): p. 1095-1107.
119. Lieurade, H., et al., *Experimental simulation and theoretical modelling of crack initiation and propagation due to thermal cycling*. High Temp. Technol., 1989. **8**(2): p. 137-145.

120. Oudin, A., *Thermo-mechanical fatigue of hot-work tool steels*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines des Paris, 2001.
121. Daffos, C., *Endommagement des outillages de forgeage traités par nitruration: Etude et Modélisation*. Thèse de Doctorat à l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 2004.
122. Delagnes, D., *Comportement et tenue en fatigue isotherme d'aciers à outils Z38CDV5 autour de la transition oligocyclique-endurance*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines de Paris, 1998.
123. Rezaï-Aria, F. et L. Remy, *An oxidation fatigue interaction damage model for thermal fatigue crack growth*. Engineering Fracture Mechanics, 1989. **34**(2): p. 283-294.
124. Rooke, D., F. Baratta, et D. Cartwright, *Simple methods of determining stress intensity factors*. Engineering Fracture Mechanics, 1981. **14**(2): p. 397-426.
125. Broek, D., *The practical use of fracture mechanics*. Kluwer Academic Publishers, 1988. 522 p.
126. Parks, D., *A stiffness derivative finite-element technique for determination of crack tip stress intensity factors*. International Journal of Fracture, 1974. **10**(4): p. 487-502.
127. Sih, G., *Handbook of stress-intensity factors: Stress-intensity factor solutions and formulas for reference*. Bethlehem, Pa., Lehigh University, 1973. 815 p, 1973.
128. Lemaitre, J. et Chaboche, J.L., *Mécanique des Matériaux Solides*. Dunod, 1985.
129. Morao Dias, A.A., *Étude des mécanismes de fatigue thermique et modélisation du phénomène dans le cas de matériaux pour cylindres de laminaires à chaud*. Thèse de Doctorat à l'Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay, 1985.
130. Rezaï-Aria, F., *Fatigue thermique et fatigue isotherme d'un superalliage à base de cobalt: étude métallurgique de l'endommagement et modélisation*. 1986, Thèse de Doctorat à l'Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay.
131. Mowbray, D., D. Woodford, et D. Brandt, *Thermal fatigue characterization of cast cobalt and nickel-base superalloys*. Fatigue at Elevated Temperatures, ASTM STP 520, 1973, p. 416-426.
132. Bueckner, H., *Field singularities and related integral representations*. Mechanics of Fracture, 1973. **1**: p. 239-314.
133. Bergström, J. et F. Rezaï-Aria. *High temperature fatigue of tool steels*. Proceedings of 7th International Tooling Conference on Tooling Materials and Their Applications from Research to Market, Polytechnique de Turin, 2006.
134. Bocquet, G. et Rézaï-Aria, F. *Étude de performances de deux nuances d'aciers X38CrMoV5 sous conditions de fonctionnement industrielles*, Rapport interne, 2005

Chapitre II : Environnement Expérimental

Chapitre II : Environnement Expérimental	45
II.1. Introduction	46
II.2. Matériaux étudiés	46
II.2.1. Acier à outils modifié X38CrMoV5 (bas % Si)	46
II.2.2. Alliage d'aluminium	55
II.2.3. Réactions de solidification	55
II.3. Banc d'essai d'aluminisation solide/liquide	57
II.3.1. Dispositif expérimental	57
II.3.2. Éprouvettes d'essai de corrosion	57
II.3.3. Procédure expérimentale	59
II.3.4. Choix des paramètres d'essai	59
II.4. Banc d'essai de fatigue thermique	60
II.4.1. Principe de l'essai de FT	60
II.4.2. Dispositifs expérimentaux	60
II.4.3. Éprouvettes	62
II.4.4. Paramètres d'essai et procédure expérimentale	63
II.5. Techniques de caractérisation	65
II.5.1. Moyens de caractérisation	65
II.5.2. Méthodes de quantification par analyse d'images	66
II.5.3. Caractérisation des éprouvettes de corrosion	67
II.5.4. Caractérisation des éprouvettes de FT	68
II.6. Conclusion	73
II.7. Références bibliographiques	74

II.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la description des différents essais mis en oeuvre dans cette étude. Tout d'abord sont présentés les matériaux utilisés puis sont décrits dans le détail les différents équipements développés pour le programme expérimental ainsi que les techniques de caractérisation utilisées pour l'exploitation des essais.

II.2. Matériaux étudiés

Deux alliages métalliques, communément utilisés en Fonderie Sous Pression d'Aluminium (FSPA), ont été choisis pour cette étude. Il s'agit de l'acier à outils pour travail à chaud X38CrMoV5 et de l'alliage d'aluminium AS9U3. L'alliage AS7G a, par ailleurs, été utilisé comme « matériau test » pour les essais de faisabilité.

II.2.1. Acier à outils modifié X38CrMoV5 (bas % Si)

Le choix du matériau d'outillages s'est porté sur la nuance modifiée de l'acier à outils pour travail à chaud X38CrMoV5 (AISI H11), dont le nom commercial est « ADC3 ». Cet alliage est bien connu du CROMeP, ayant servi de support à de nombreuses études dans le cadre d'applications de mise en forme à chaud notamment le Forgeage et la FSPA [1-10]. Cet acier a été élaboré selon les moyens conventionnels (fusion en four électrique, dégazage, coulée et forgeage) par l'aciériste AUBER & DUVAL, et fourni sous forme de barreaux cylindriques ($\phi = 40$ mm, $L = 100$ mm).

II.2.1.1. Composition chimique

La nuance « ADC3 » de l'alliage X38CrMoV5 utilisée dans cette étude présente une composition chimique légèrement différente de celle de la nuance mère, connue sous le nom commercial « SMV3 ». Elle présente en effet une composition beaucoup plus pure que cette dernière, et contient également moins de silicium (cf. Tableau II.1).

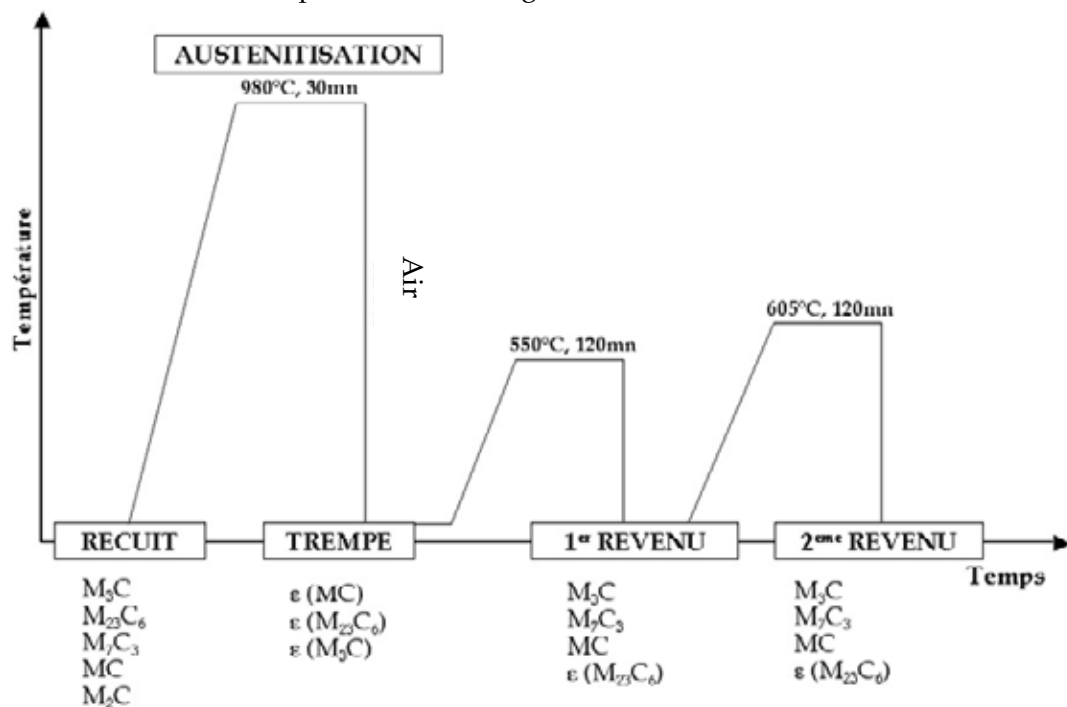
C'est dans la perspective d'atténuer les micro-hétérogénéités et les risques éventuels de Fragilité de Revenu Réversible (FRR) que cette nouvelle nuance a été élaborée avec des teneurs réduites en silicium et en impuretés [4]. Toutefois, les deux nuances présentent des propriétés physiques, thermomécaniques et métallurgiques similaires, bien que l'ADC3 montre une meilleure résistance à la fatigue isotherme (HCF) vers 550 °C [1]. Cette particularité a été expliquée par l'influence du silicium sur la précipitation de certains carbures (carbures spéciaux) au cours du traitement thermique de l'acier. Les carbures spéciaux sont susceptibles d'évoluer sous l'effet de la contrainte et particulièrement au-dessus de 500 °C, entraînant ainsi un sur-vieillissement de la nuance à plus forte teneur en silicium. Au-delà de la deuxième température de revenu (~600 °C), la coalescence des carbures spéciaux est d'autant plus accélérée par l'effet thermique que l'écart entre les deux nuances est estompé (rôle du silicium masqué) [1].

Nom commercial	C	Si	Mn	S	P	Cr	Mo	V	Fe
«SMV3» [1]	0,38-0,42	0,80-1,10	0,20-0,50	≤ 0,005	≤ 0,020	4,80-5,30	1,20-1,50	0,40-0,60	Compl.
«ADC3»	0,36	0,35	0,36	0,0011	0,006	5,06	1,25	0,49	Compl.

Tableau II.1 : Composition chimique des différentes nuances de l'acier X38CrMoV5 (% massique)

II.2.1.2. Traitement thermique et microstructure

Les barreaux d'acier ont été fournis à l'état traité 47 HRC, c'est-à-dire au niveau de dureté requis pour les moules destinés à la fabrication de petites pièces en alliage d'aluminium. Après les étapes d'élaboration, l'acier doit subir une série de traitements thermiques pour lui conférer la microstructure et la dureté souhaitées. Le traitement thermique est effectué par l'aciériste AUBERT & DUVAL. Il comprend, outre le recuit préliminaire, une austénitisation à 980 °C suivie d'une trempe à l'air et un double revenu à 550 °C puis 605 °C (cf. Figure II.1).

Figure II.1 : Etapes de traitement thermique 47 HRC de l'X38CrMoV5 47 HRC (ϵ : faible proportion) [4]

II.2.1.2.1. État recuit

À l'issue du refroidissement lent de la structure brute issue de la coulée et du forgeage, l'acier présente une microstructure anisotrope et hétérogène et devient le siège d'importantes contraintes résiduelles. Par conséquent, l'acier subit un recuit à 750 °C de façon à relaxer ces contraintes résiduelles et à lui conférer une microstructure beaucoup plus homogène. Ce traitement de recuit permet également d'adoucir l'acier pour faciliter sa mise en forme (usinage de l'empreinte dans le cas des moules de fonderie).

La microstructure de l'acier à l'état recuit est présentée en Figure II.2 et 3. Elle est composée de la phase ferrite (α) et de carbures de tailles et de formes variables selon l'échelle de l'observation. À l'échelle microscopique, on observe essentiellement des carbures globulaires uniformément répartis, dont certains sont biphasés.

À plus fort grossissement (quelques dizaines de nanomètres), on peut distinguer des carbures anguleux et allongés. Les carbures dépendent de la composition de l'alliage et de sa microstructure, qui est elle-même étroitement liée à l'histoire thermique et mécanique de l'alliage. Les carbures obtenus à la suite de chaque étape du traitement thermique de l'acier X38CrMoV5 sont indiquées dans la Figure II.1.

Dans les aciers non traités à 5 % de chrome et 0,38 % de carbone, les carbures sont principalement de type M_3C , $M_{23}C_6$ et M_7C_3 . Ces derniers sont riches en fer et en chrome [4]. Le molybdène et le vanadium conduisent, respectivement, à la formation de carbures de type M_6C (M : Fe, Mo), M_2C (M : Mo, Cr), et MC (M : V) [3].

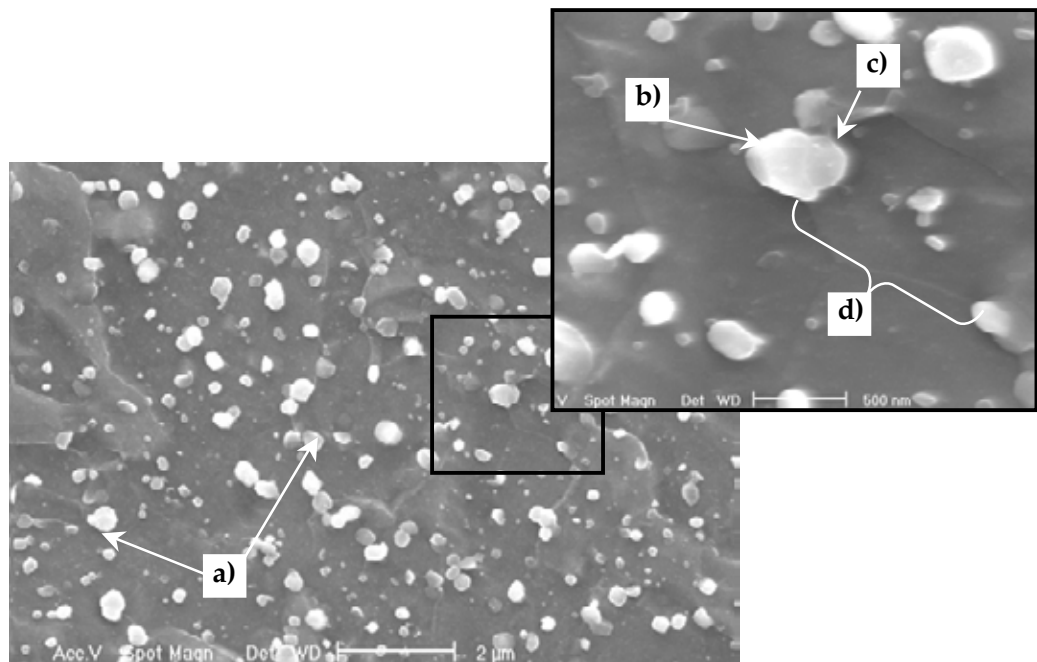


Figure II.2 : Microstructure de l'X38CrMoV5 à l'état recuit, révélée par une attaque au Nital à 3% pendant 15s (MEB-détecteur SE) : carbures globulaires (a), carbures polyédriques (b et c), grain de ferrite (d)

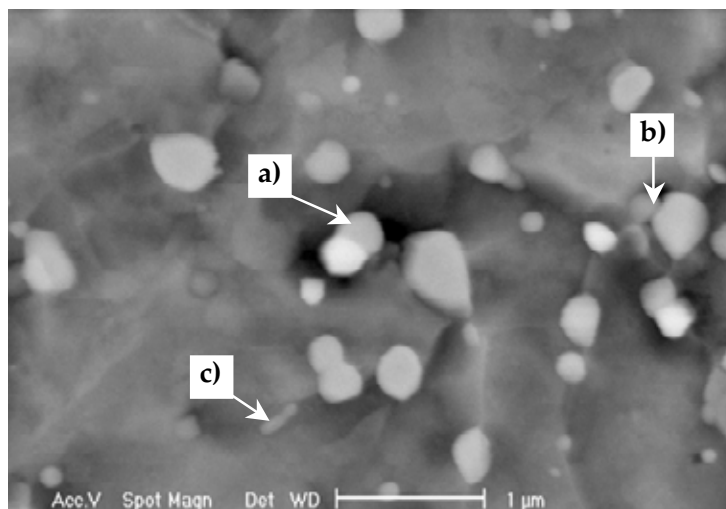


Figure II.3 : Micrographie à fort grossissement du X38CrMoV5 à l'état recuit (MEB-détecteur BSE) : carbure biphasé (a), carbure anguleux (b), carbure allongé (c)

II.2.1.2.2. État trempé

À l'issue du recuit, la dureté de l'acier est de l'ordre de 22 HRC. Pour élever cette valeur et obtenir la microstructure finale, l'acier subit tout d'abord une austénitisation sous vide à 980 °C pendant 30 min. Cette étape permet de dissoudre les carbures antérieurs et de contrôler la taille des grains austénitiques. La température d'austénitisation (980 °C) est située dans le domaine γ au-dessus du point de la transformation AC3 (cf. Figure II.4).

L'austénitisation doit être suffisamment longue pour permettre la mise en solution des carbures et la transformation austénitique, et suffisamment brève pour éviter une croissance très importante des grains austénitiques. Une durée trop faible risque cependant de ne pas permettre d'atteindre l'équilibre thermodynamique. Les anciens joints de grains de la structure austénitique, invisibles à l'état trempé revenu, sont révélés à l'aide d'une attaque électrolytique à l'acide chromique (cf. § II.3.1.4). Une quantification par analyse d'images a alors permis de mettre en évidence une distribution uniforme de la taille des grains d'austénite (cf. Figure II.5).

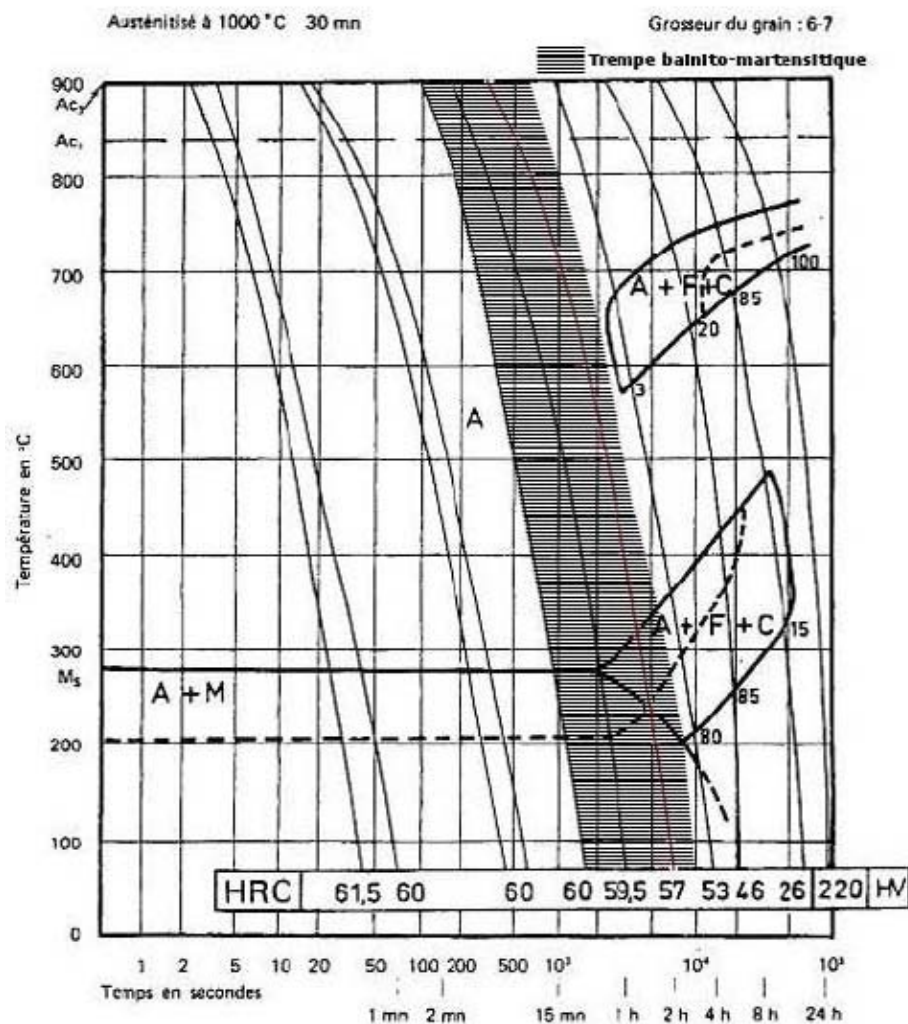


Figure II.4 : Diagramme TRC de l'acier X38CrMoV5 [10]

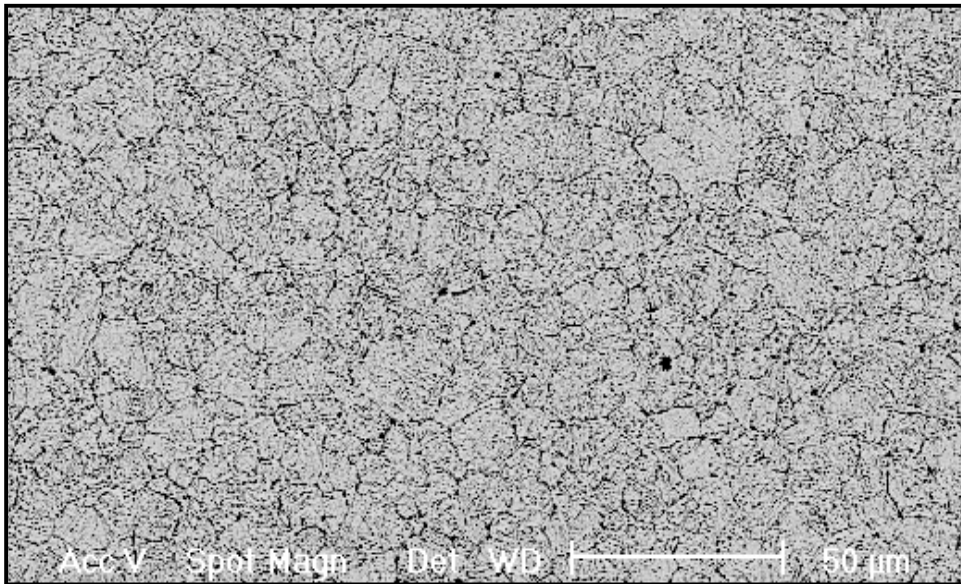


Figure II.5 : Structure austénitique de l'acier X38CrMoV5 après le traitement thermique

Une trempe à l'air est effectuée à la suite de l'austénitisation, en suivant le profil de refroidissement présenté (en hachuré) sur le diagramme TRC de la Figure II.4 [10]. Elle permet d'obtenir une microstructure bainito-martensitique.

La transformation austénite/martensite dite « athermique », à l'opposé des phénomènes diffusionnels qui sont thermiquement activés, se fait de manière très rapide [1].

La structure martensitique obtenue est une phase métastable constituée d'une solution sursaturée en carbone dans le fer (α). Les atomes de carbone occupent les sites inter-atomiques suivant l'axe « z » du réseau CFC de la phase mère (γ), et le déforment dans ce sens pour former la martensite [1]. La structure obtenue après la trempe, représentée schématiquement sur la Figure II.6, se présente sous forme de lattes empilées parallèlement par paquets [11].

Outre la martensite, la structure possède une faible proportion d'austénite non-transformée (dite austénite résiduelle), et des carbures non dissous lors de l'austénitisation. Elle contient également un grand nombre de défauts (forte densité de dislocations) et des contraintes résiduelles très élevées.

La température élevée de l'austénitisation entraîne la dissolution de certains carbures issus de l'état du recuit, notamment ceux de type M_3C dont la dissolution débute dès 800 °C. La dissolution des carbures $M_{23}C_6$ (contenant du Cr, du Mo et du Fe) commence, quant à elle, à partir de 900 °C. Les carbures de type MC ne sont que partiellement dissous, car leur mise en solution nécessiterait des températures beaucoup plus élevées.

À l'état brut de trempe, l'acier est composé d'une faible proportion de carbures puisque le carbone se trouve essentiellement en solution solide. Durant la trempe, des carbures de type M_3C peuvent précipiter.

À l'issue de la trempe, la dureté de l'acier est de l'ordre de 60 HRC, ce qui donne à l'acier un caractère fragile et la structure se trouve sous d'importantes contraintes résiduelles.

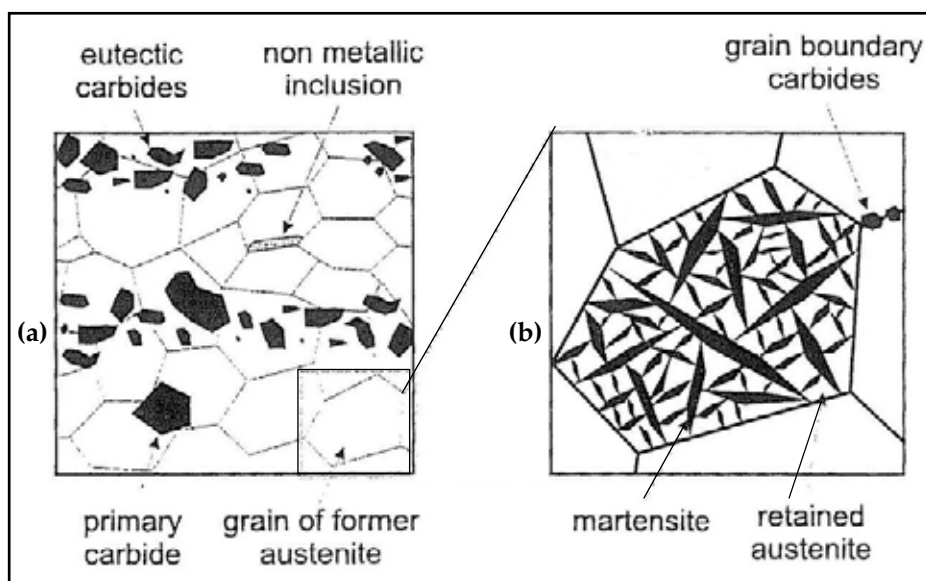


Figure II.6 : Microstructure de l'acier martensitique, avant (a) et après (b) la trempe revenu [11]

Un double revenu est effectué pour stabiliser la structure finale et obtenir les propriétés mécaniques désirées. Le premier revenu est effectué à 550 °C pendant deux heures, et le deuxième se fait à 605 °C durant deux heures également.

Le premier revenu relaxe les contraintes résiduelles brutes de trempe, et permet d'obtenir la structure martensitique revenue. La ductilité de l'acier est alors augmentée par l'adoucissement de la martensite primaire issue de la trempe. Cette étape permet également la précipitation des carbures secondaires. Comme le montre la Figure II.7, la température du premier revenu correspond au pic de durcissement (54 HRC) obtenu aux alentours de 550 °C. La dureté finale de l'acier est déterminée par le deuxième revenu, dont la température varie selon le niveau de dureté souhaité. L'adoucissement de l'acier est attribué aux modifications effectuées sur les carbures secondaires et les dislocations [4]. Au-delà de 600 °C, seule la taille des carbures précipités lors du premier revenu est modifiée par un phénomène de coalescence ; leur morphologie demeure cependant inchangée.

La densité des dislocations diminue et leur structure d'enchevêtrement s'estompe graduellement. La distribution des dislocations devient alors hétérogène avec des densités de dislocation beaucoup plus élevées dans les zones proches des carbures et des joints de lattes.

L'attaque au Nital a permis de mettre en évidence une microstructure bainito-martensitique à l'état trempé doublement revenu en accord avec les références bibliographiques précitées (cf. Figure II.8). Elle est constituée principalement de paquets de lattes d'orientation aléatoire, et de carbures allongés suivant ces orientations. Ces carbures se trouvent entre les lattes martensitiques ou dans les anciens joints austénitiques. Les carbures globulaires apparents sont de petite taille par rapport à ceux obtenus à l'état du recuit.

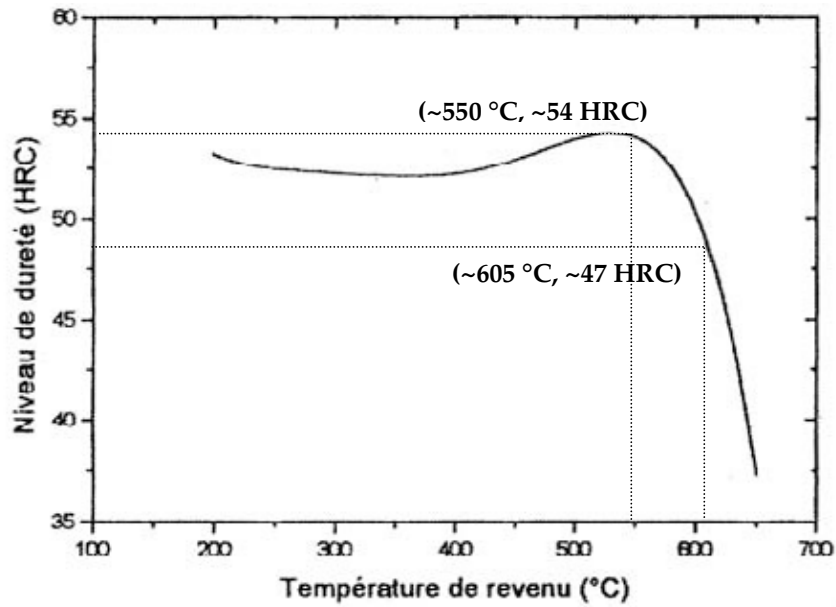


Figure II.7 : Evolution de la dureté en fonction de la température de revenu pour le traitement thermique de l'X38CrMoV5 [4]

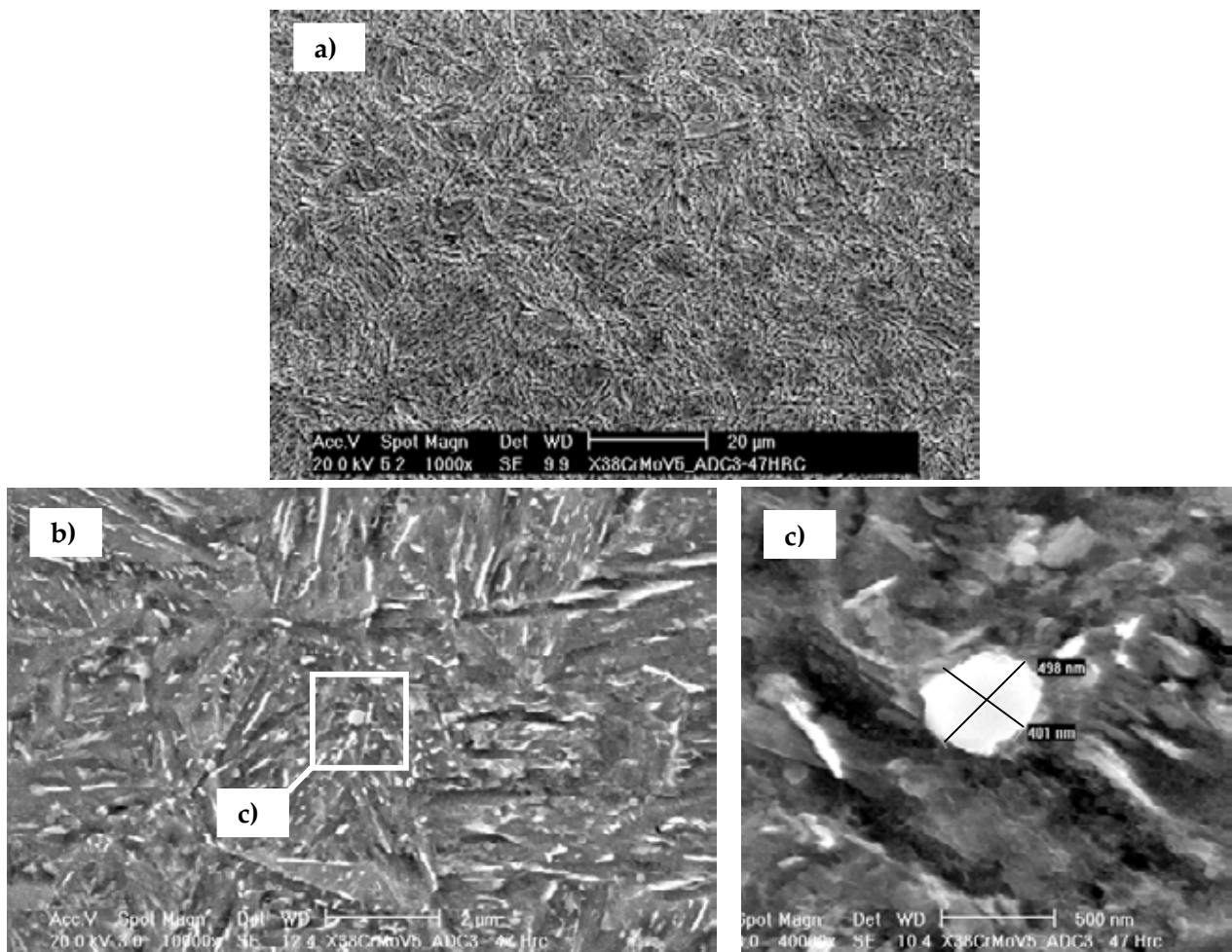


Figure II.8 : Microstructure de l'X38CrMoV5 trempé revenu

a) structure en lattes martensitiques (révélée par une attaque au Nital à 3 % pendant 20 s, b) carbures interlattes allongés révélés par une attaque *Villela* et c) morphologie d'un carbure globulaire

II.2.1.3. Propriétés mécaniques et thermo-physiques de l'acier

L'acier X38CrMoV5 appartient à la famille des aciers à outils pour travail à chaud, qui se caractérise par une bonne résistance mécanique, à l'oxydation et à la corrosion.

La caractérisation de l'endommagement de l'acier X38CrMoV5 en FT requiert la connaissance de ses propriétés thermophysiques et mécaniques dans la gamme de températures étudiée. Les évolutions en fonction de la température de la conductivité thermique (λ), de la masse volumique (ρ), de la chaleur massique (C_p), de la diffusivité thermique ($a = \lambda/[\rho \cdot C_p]$), du coefficient de dilatation thermique (α) et du module d'élasticité (E) sont rapportées dans la Figure II.9.

La diffusivité thermique des deux nuances est identique à chaud, mais diffère légèrement en dessous de 400 °C (cf. Figure II.9.d). On peut considérer dès lors que la réponse à une sollicitation thermique sera la même, quelle que soit la nuance.

Les propriétés thermophysiques dépendent principalement de la composition chimique du matériau, alors que le module d'élasticité et le coefficient de dilatation thermique sont fonction des liaisons interatomiques définies par la structure cristalline. Cette dernière étant la même pour les deux nuances, leurs propriétés élastiques peuvent donc être considérées comme identiques.

Quant au coefficient de dilatation thermique, les valeurs sont beaucoup plus nuancées, et on retrouve une grande disparité entre les mesures données dans la littérature, même s'agissant de la même nuance (SMV3). Dans le cas des aciers, le coefficient de dilatation augmente de manière linéaire avec la température alors qu'on observe, sur la Figure II.9.e (le cas de l'ADC3), une baisse de α au-delà de 550°C. Nous retiendrons par conséquent les valeurs de la nuance SMV3 à partir de cette température.

La Figure II.9.f représente également les évolutions en fonction de la température, de la limite élastique conventionnelle ($R_{0.2}$) et de la résistance à la traction (R_m) de l'X38CrMoV5 à 47 HRC (SMV3). Les caractéristiques mécaniques diminuent avec la température, mais de manière plus sensible au-delà de 400 °C.

Les deux nuances présentent en effet un comportement thermomécanique identique, bien que l'ADC3 devance légèrement le SMV3 dans certaines caractéristiques mécaniques [1]. Les deux nuances se distinguent en effet, par leur comportement à l'endommagement, dans une plage de température spécifique. Elles présentent un écart de durée de vie en FI, précisément dans le régime de transition LCF-HCF, dans une gamme de température comprise entre 500 et 600 °C [1]. Cette divergence, dépendant du temps et liée aux phénomènes microstructuraux produits dans une échelle microscopique, ne semble cependant pas affecter le comportement mécanique global du matériau.

En l'absence de tous les éléments de caractérisation de la nuance étudiée, nous avons utilisé dans le dimensionnement de l'essai de FT, les paramètres mécaniques identifiés sur la nuance SMV3 (étude complète), en supposant que les deux nuances présentent les mêmes caractéristiques mécaniques.

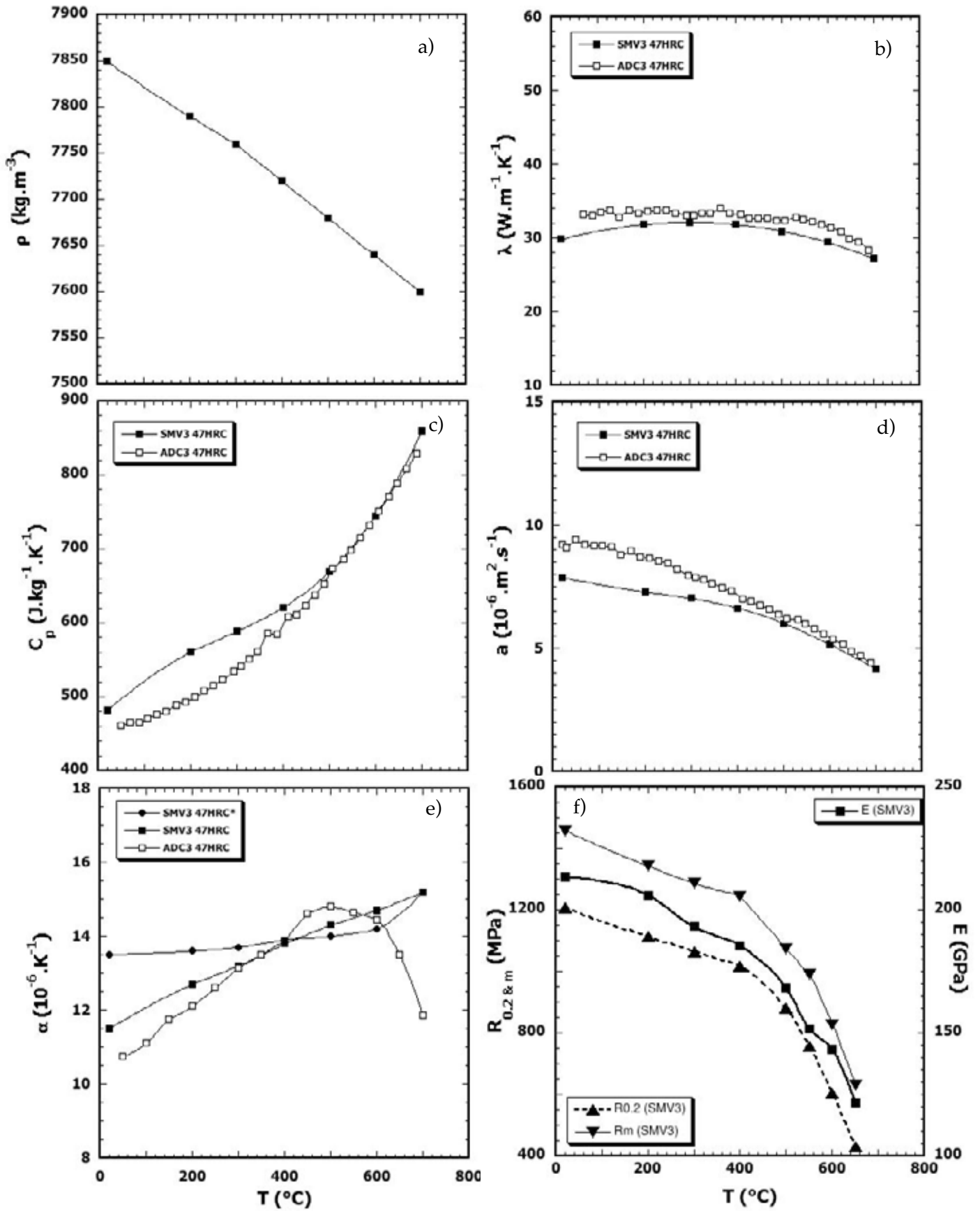


Figure II.9 : Propriétés thermophysiques et mécaniques du X38CrMoV5 47 HRC [2, 3, 7]

a) densité, b) conductivité thermique, c) chaleur massique, d) diffusivité thermique, e) coefficient de dilatation et f) limite élastique conventionnelle ($R_{0.2}$), résistance mécanique (R_m) et module d'élasticité (E)

*

II.2.2. Alliage d'aluminium

II.2.2.1. Composition chimique

Des lingots d'AS9U3 (ancienne dénomination française selon la norme NF EN 1706) ont été fournis par la société SOFUAL. Cet alliage est désormais désigné sous le nom « AlSi9Cu3 (Fe) » (en abrégé AlSi9Cu3), et par le symbole numérique « EN AC 4600 » selon la nouvelle norme européenne (EN 1780) [12, 13]. Aux USA, son équivalent est la nuance A380, qui présente une teneur en zinc légèrement plus élevée mais qui ne semble pas modifier de manière conséquente les caractéristiques globales du matériau [14].

La composition chimique des lingots et celle de l'alliage conventionnel (selon les différentes normes précitées), sont reportées dans le Tableau II.2. Les teneurs normalisées sont représentées par des fourchettes de valeurs (min-max) pour les éléments d'alliage (Al, Si et Cu), et par des valeurs maximales pour les éléments d'impuretés. La présence des différents éléments d'impuretés provient du fait que l'AlSi9Cu3 est un alliage de deuxième fusion, généralement obtenu à partir de rebuts d'aluminium recyclé [13].

Alliage/Norme	Élément (% massique)										
	Si	Cu	Mg	Mn	Zn	Fe	Ni	Ti	Pb	Sn	Al
Lingots d'AS9U3*	8,74	3,17	0,19	0,17	0,58	0,86	0,003	0,03	0,1	0,01	Complément
AlSi9Cu3**	8-11	2-4	0,55	0,55	1,2	1,3	0,55	0,25	0,35	0,25	Complément
A380***	7,5-9,5	3,0-4,0	0,1	0,5	3,0	1,3	-	0,35	-	-	Complément

Tableau II.2 : Composition chimique de l'alliage d'aluminium
(* : composition des lingots fournie par SOFUAL, ** : norme européenne, *** : norme USA)

II.2.3. Réactions de solidification

L'AlSi9Cu3 est un alliage hypo-eutectique (Al-Si) comportant deux étapes principales de solidification : la formation de dendrites d'aluminium (α -Al), puis le développement de deux phases eutectiques (α -Al+Si) [15]. La présence de cuivre et de magnésium ainsi que de certains éléments d'impuretés (comme le fer et le manganèse) engendre d'autres séquences de solidification. Bäckerud et al. [16] et Samuel et al. [17] ont identifié les différentes réactions de solidification pour l'AlSi6Cu3 pour des teneurs en silicium et en cuivre respectivement égales à 5,7 et 3,4 % et 6,2, et 3,8 %. Dans le Tableau II.3 sont rapportées l'ensemble des réactions identifiées, qui semblent identiques, mises à part de légères différences dues au petit écart des compositions chimiques.

Bäckerud et al. [16]	T (°C)	Samuel et al. [17]	T (°C)
Réseau dendritique d'aluminium (α)	609	Réseau dendritique d'aluminium (α)	610
(1) Liq. $\rightarrow$ (Al)+Al ₁₅ Mn ₃ Si ₂ +(Al ₅ FeSi)	590		
(2) Liq. $\rightarrow$ (Al)+ Si+Al ₅ FeSi	575	Précipitation du Si eutectique	562
		Précipitation de l'Al ₆ Mg ₃ FeSi ₆ +Mg ₂ Si	554
(3) Liq. $\rightarrow$ (Al)+Al ₂ Cu+Si+Al ₅ FeSi	525	Précipitation de l'Al ₂ Cu	510
(4) Liq. $\rightarrow$ (Al)+Al ₂ Cu+Si+Al ₅ Mg ₈ Cu ₂ Si ₆	507	Précipitation de l'Al ₅ Mg ₈ Cu ₂ Si ₆	490

Tableau II.3 : Réactions de solidification de l'AlSi6Cu3

Les réactions de solidification d'un alliage de la série AlSi9Cu_x contenant de faibles proportions de fer et de magnésium ne diffèrent pas trop de celles de l'alliage précédent et se résument selon Dobrzanski et al. [15] par la formation du réseau dendritique d'aluminium (α) suivie des réactions (1), (2) et (3) indiquées dans le Tableau II.3.

II.2.3.1. Microstructure

La microstructure des lingots d' AlSi9Cu3 est illustrée sur la Figure II.10. À l'instar des alliages hypo-eutectiques, elle se compose essentiellement d'aluminium dendritique, de silicium eutectique en forme de cristaux allongés dans les joints dendritiques, et de composés intermétalliques. L'analyse chimique par EDS a permis d'identifier les phases suivantes : Al_2Cu , Al_5FeSi et $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$.

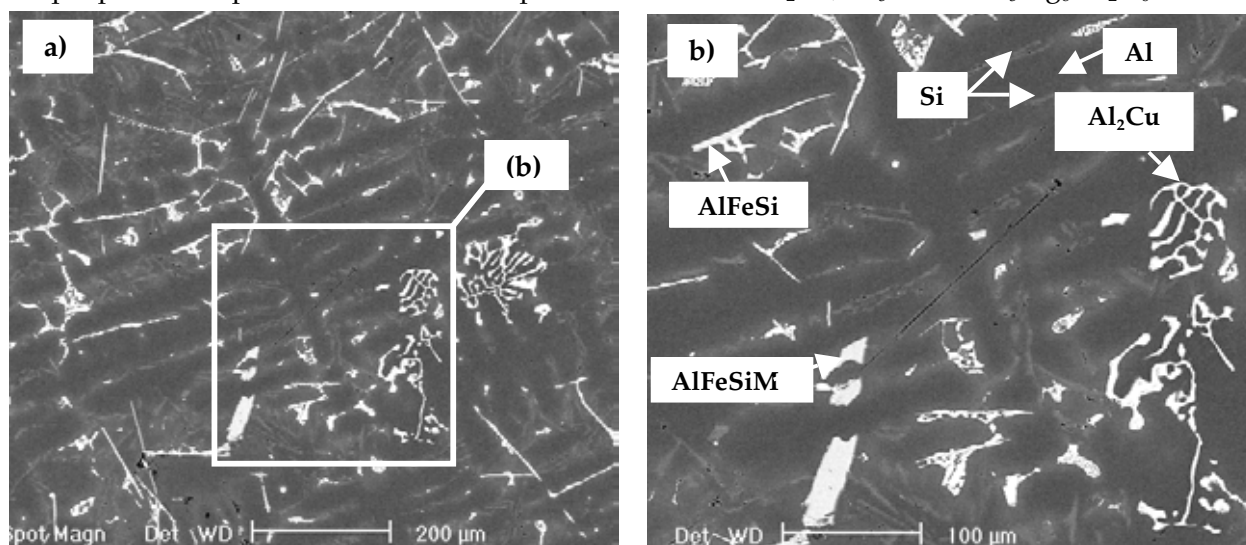


Figure II.10 : Micrographie MEB/BSE de l'alliage AlSi9Cu3

a) microstructure dendritique, b) analyse à fort grossissement des dendrites et des précipités

II.2.3.2. Propriétés physiques et mécaniques

Quelques propriétés mécaniques et physiques de l'alliage AlSi9Cu3 sont présentées dans le Tableau II.4. En plus de ces caractéristiques, ses propriétés de moulage exceptionnelles le favorisent dans les procédés de FSPAl par rapport aux autres alliages d'aluminium. En effet, sa teneur en silicium, proche de celle de l'eutectique, lui confère une bonne coulabilité, une solidification rapide et une température de fusion relativement basse [18]. Le silicium permet également d'augmenter la densité et la résistance du matériau [19]. Le cuivre est un élément d'addition complémentaire, qui permet une bonne tenue à chaud par la précipitation d' Al_2Cu [19]. La présence d'impuretés, au-delà des teneurs maximales fixées par les normes, entraîne une chute des caractéristiques mécaniques de l'alliage. La présence de fer, habituellement considérée comme un élément d'impureté, est toutefois recommandée en fonderie, car il réduit le taux de dissolution de la matrice ferreuse dans l'aluminium liquide [13, 18, 19]. En revanche, une teneur excessive conduit à un durcissement du matériau, par la formation de composés intermétalliques [14].

	E (GPa)	ρ (g/cm ³)	λ (W/m.K)	L_f (kJ/kg)	C_p (J/kg.K)	T_{Liquidus} (°C)	T_{Solidus} (°C)	$R_{p0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)
AlSi9Cu3	76	2,76	105	395	963	595	540	140	240

Tableau II.4 : Caractéristiques physiques et mécaniques de l' AlSi9Cu3 [12]

II.3. Banc d'essai d'aluminisation solide/liquide

L'objectif est de simuler l'interaction d'aluminisation représentative du mécanisme d'aluminisation produit en FSPAl, en éliminant les effets liés aux transitoires thermiques, à la pression, à la vitesse et à l'angle de l'injection. Il permet ainsi de discriminer l'effet conjugué de la sollicitation thermique et physico-chimique génératrice de la corrosion et l'effet des contraintes thermomécaniques et de frottement. À cet effet, un banc d'aluminisation isotherme solide/liquide a été conçu. Le principe consiste à plonger un échantillon d'acier dans un bain d'aluminium fondu dont la température est maintenue constante. L'analyse microstructurale des couches formées à l'interface permet ainsi d'identifier les mécanismes de corrosion statique intervenant lors du contact de l'acier avec l'aluminium liquide.

II.3.1. Dispositif expérimental

Le banc d'essai de corrosion est présenté sur la Figure II.11. Il est constitué d'un four surmonté d'un châssis supportant le dispositif pneumatique d'immersion. Ce dernier se compose d'un vérin permettant de fixer l'échantillon et d'une armoire électrique de commande (automate). Le vérin est suspendu verticalement au-dessus du four grâce à des supports verticaux reposant sur des barres solidaires du châssis. La mobilité du système de fixation permet de centrer l'axe du vérin par rapport au creuset du four (dans un plan horizontal), et d'ajuster l'altitude de l'échantillon (verticalement) par rapport à la surface du métal liquide. L'automate régule l'admission et la sortie de l'air comprimé dans le vérin à l'aide d'une électrovanne, permettant la translation de l'échantillon entre la position basse (immersion dans le bain) ou haute (hors du bain). Entre ces deux positions, le bras du vérin parcourt une course fixe de 0,4 m. Les vitesses de descente et de montée, contrôlées par la pression de l'air comprimé, ont été maintenues constantes pour l'ensemble des essais, afin de reproduire des conditions thermiques identiques avant et après immersion.

Le dispositif permet également de réaliser des essais cycliques, en fixant le temps de maintien dans les positions extrêmes, ainsi que le nombre de cycles programmés à l'aide de l'automate.

II.3.2. Éprouvettes d'essai de corrosion

Les éprouvettes de corrosion statique sont usinées à partir de barreaux cylindriques en acier, selon le plan de prélèvement schématisé sur la Figure II.12. Afin d'éviter des hétérogénéités de dureté, les éprouvettes sont prélevées de telle sorte que la base utile soit située vers le cœur du barreau. Elles présentent la forme d'un parallélépipède rectangle de base carrée de 32 mm de côté et 28 mm de hauteur (cf. Figure II.12). L'éprouvette de corrosion est percée au centre de sa surface supérieure, le trou taraudé permettant de la fixer au bras tubulaire du vérin.

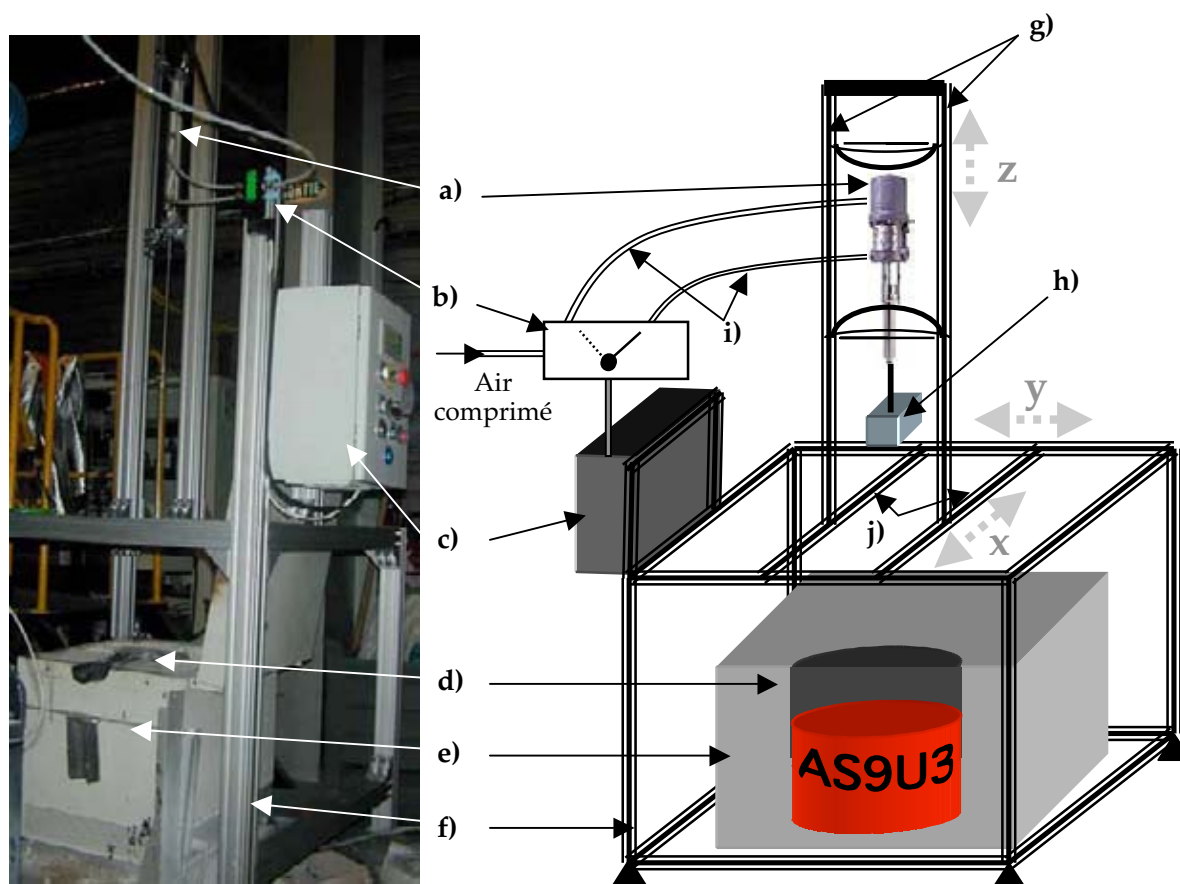


Figure II.11 : Vue d'ensemble et schéma du banc de corrosion dans l'aluminium liquide
a) vérin, b) électrovanne, c) automate, d) creuset, e) four, f) châssis de fixation, g) supports verticaux, h) éprouvette, i) canalisations d'air comprimé, j) supports latéraux

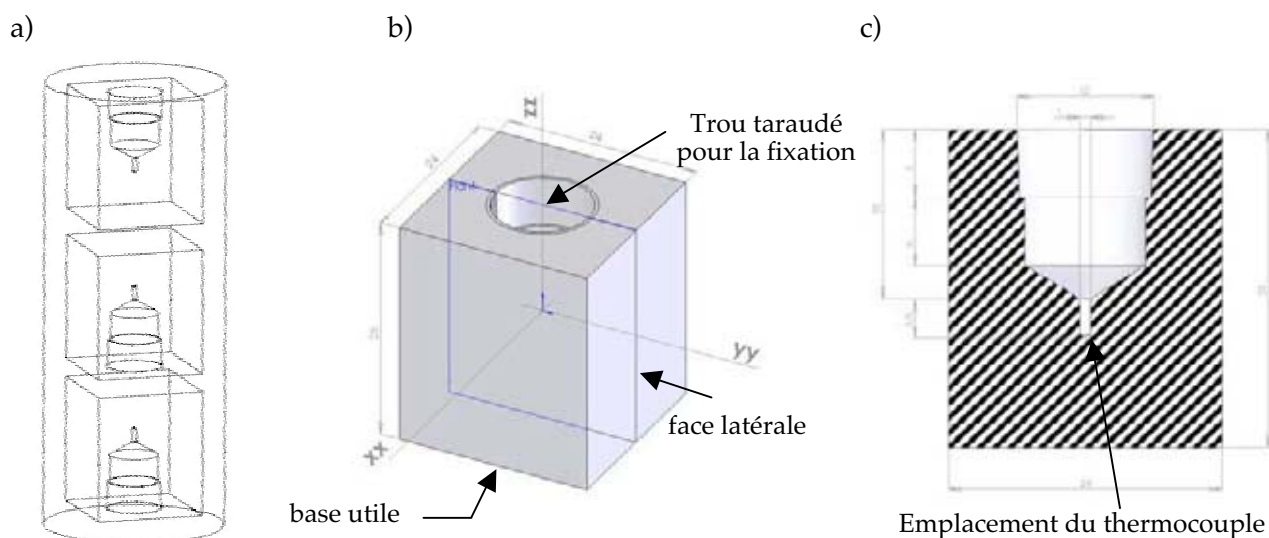


Figure II.12 : Prélèvement et géométrie des éprouvettes de corrosion isotherme :
a) plan de prélèvement des éprouvettes sur le barreau cylindrique,
vues isométrique (b) et en coupe (c) des éprouvettes de corrosion statique (ISO)

Un thermocouple chemisé (K , $\Phi = 0,1$ mm) est introduit à travers le bras pour mesurer la température à cœur de l'éprouvette. Seules les surfaces destinées à l'observation (base « utile » opposée à la face taraudée et deux faces latérales parallèles) subissent un polissage mécanique pour obtenir un état de surface « poli miroir » ($R_a 0,05 \mu\text{m}$).

Avant d'être montées sur le banc d'essai, les éprouvettes sont préalablement dégraissées à l'acétone dans un bain à ultrasons pendant 30 min.

II.3.3. Procédure expérimentale

L'essai d'immersion consiste à plonger l'échantillon en acier, pendant une durée déterminée dans un bain d'aluminium isotherme. La température du bain est mesurée par un thermocouple gainé immergé dans l'aluminium liquide et régulée par l'automate du four « Eurotherm ». Lors de l'immersion, l'échantillon fixé au bras du vérin est déplacé vers le creuset contenant l'aluminium liquide pour être plongé dans le bain. Le temps d'immersion est régi par l'automate qui assure le contrôle du dispositif pneumatique de levée de l'échantillon.

Le creuset est brassé avant chaque immersion afin d'enlever la couche d'alumine formée en surface du métal liquide. De plus, un balayage d'azote est effectué à la suite de chaque opération de nettoyage du creuset, ainsi que pendant la descente de l'éprouvette.

Les températures du bain et de l'éprouvette sont enregistrées à l'aide d'une station d'acquisition (cf. Annexe A1).

II.3.4. Choix des paramètres d'essai

Les principaux paramètres de l'essai sont la température du bain d'aluminium et la durée d'immersion dans le bain. Dans le cadre de nos essais, la température et le temps d'immersion ont été variés en vue de réaliser une étude paramétrique et de déterminer les cinétiques de croissance des couches intermétalliques formées à l'issue des interactions métallurgiques.

Les températures du bain ont été choisies en concordance avec les conditions industrielles en FSPAl, où le moule en acier interagit avec l'alliage d'aluminium en fusion. Les températures investiguées s'étalent entre 600°C (température minimale proche du *Liquidus* de l'alliage), et 700°C (correspondant approximativement à la température de l'alliage dans le four de maintien, ou encore à celle exceptionnellement atteinte durant la phase de remplissage).

Dans les applications de revêtement de tôles par aluminage, les études expérimentales répertoriées dans la bibliographie portent sur les interactions entre l'aluminium liquide et un substrat ferreux avec des durées d'immersion très courtes (de l'ordre de quelques minutes) [20-22]. Dans le cas des études consacrées à la FSPAl, les temps d'immersion sont nuancés et vont jusqu'à 100 heures. Si on considère qu'en FSPAl le moule reste en contact avec l'aluminium liquide pendant une seconde durant un cycle, le temps d'immersion total de 25 heures équivaut à environ 100 000 cycles de production. La durée maximale pour les essais a été rallongée jusqu'à 100 heures afin d'optimiser les lois cinétiques de croissance des couches intermétalliques.

II.4. Banc d'essai de fatigue thermique

II.4.1. Principe de l'essai de FT

L'essai de FT consiste à réaliser des cycles thermiques répétés (chauffage/refroidissement) sur une éprouvette, de façon à appliquer des densités de flux thermique de l'ordre de celles rencontrées en FSPA1. L'objectif est d'étudier l'effet de l'environnement (oxygène, aluminium) sur l'endommagement de l'éprouvette, et notamment sa durée de vie.

Le principe du chauffage par induction a été retenu car le matériau (acier) présente des propriétés électromagnétiques appropriées. L'intérêt de ce mode de chauffage est qu'il permet de chauffer une pièce de façon superficielle, rapide et sans contact. L'éprouvette est placée dans un champ électromagnétique, provoquant ainsi son chauffage par production de courants de Foucault focalisés dans une surface réduite.

II.4.2. Dispositifs expérimentaux

Une vue d'ensemble du banc d'essai de FT est présentée sur la Figure II.13. L'installation est constituée des éléments suivants :

- ✓ Un générateur à Haute Fréquence Hüttinger® (P= 25 kW et f = 2-4 MHz) équipé d'un adaptateur (condensateurs/transformateurs) pour l'ajustement des tensions de sortie aux bornes de l'inducteur ;
- ✓ Un régulateur de température Eurotherm-2704™, piloté par le logiciel Itools™,
- ✓ Un inducteur solénoïdal en cuivre à quatre spires, de diamètre 50 mm, optimisé pour les éprouvettes utilisées,
- ✓ Un porte échantillon,
- ✓ Une enceinte étanche,
- ✓ Une pompe à vide,
- ✓ Un système d'acquisition de données.

Le porte-échantillon est représenté sur la Figure II.14. Il permet de positionner et maintenir l'éprouvette au centre de l'inducteur. La position du porte-échantillon peut être ajustée dans les plans vertical et horizontal, et des repères permettent de mettre en place l'éprouvette de façon reproductible à chaque essai. Cette position est ajustée de façon à obtenir un gradient thermique le plus faible possible dans l'axe ortho-radial de l'éprouvette. Le gradient maximal obtenu est de 5 °C pour une température maximale ($T_{\max}$) de 650 °C. Durant l'essai, l'éprouvette est refroidie en continu par circulation interne d'eau à 20 °C.

La température de l'éprouvette est mesurée au moyen de thermocouples de type K (chromel/alumel) de diamètre 0,8 µm soudés sur sa surface (au sommet de la crête). Un système d'acquisition de données permet l'enregistrement sur PC et en temps réel les températures avec des fréquences d'échantillonnage atteignant 1000 Hz (cf. Annexe A1).

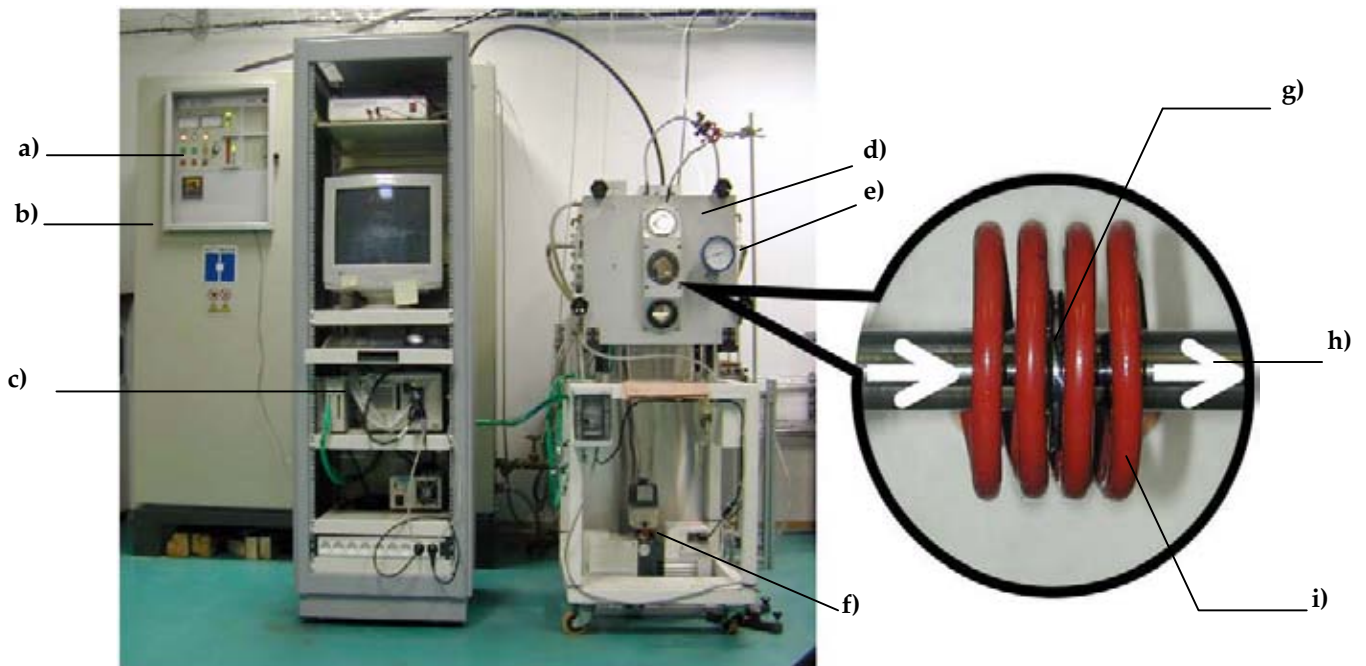


Figure II.13 : Vue d'ensemble de l'installation de FT sous atmosphère contrôlée :
 a) armoire électrique du générateur, b) générateur à haute fréquence « Hüttinger® » ($f = 2-4$ MHz, $P = 25$ kW), c) centrale d'acquisition de données (LabView™ -National Instrument®),
 d) enceinte étanche, e) entrée du gaz (inerte), f) pompe à vide, g) éprouvette,
 h) sens de circulation de l'eau de refroidissement interne, i) inducteur solénoïde à quatre spires

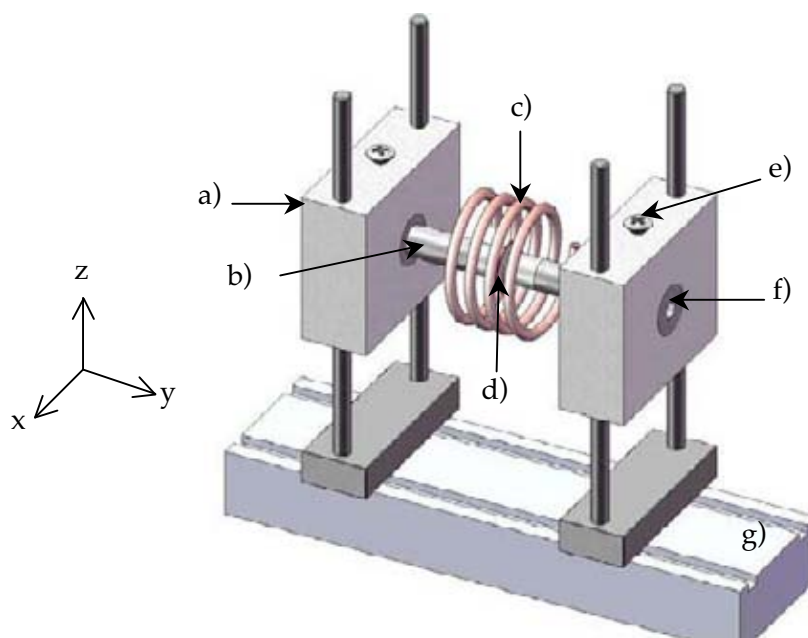


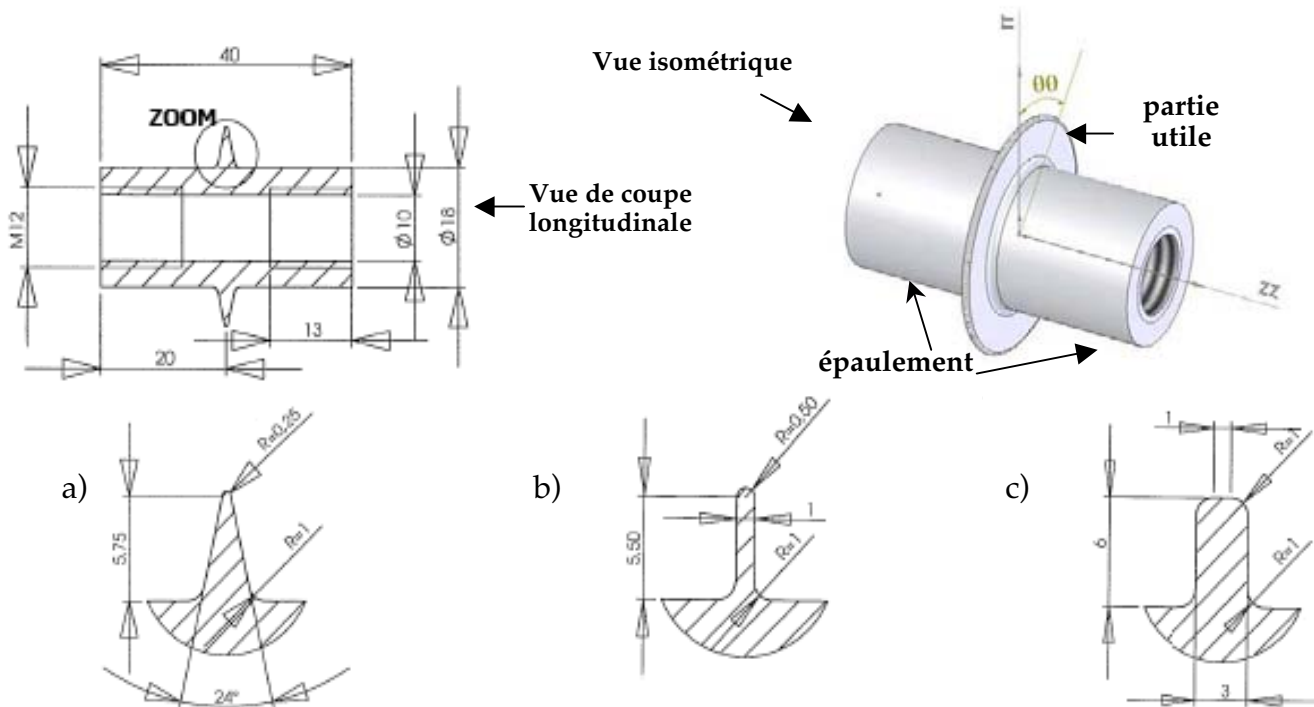
Figure II.14 : Schéma du porte-échantillon
 a) blocs métalliques coulissants, b) épaulés de fixation de l'éprouvette,
 c) inducteur, d) partie utile de l'éprouvette, e) vis de fixation,
 f) point de branchement des conduites d'eau de refroidissement interne, g) rails à glissières

II.4.3. Éprouvettes

Les éprouvettes de FT traditionnellement utilisées au laboratoire sont de forme cylindrique tubulaire [2, 7]. La géométrie a été réadaptée pour favoriser l'amorçage rapide de fissures et le suivi de leur propagation. Ainsi, de nouvelles géométries ont été développées permettant un mode de sollicitation thermomécanique en condition uniaxiale.

Les éprouvettes sont de forme axisymétrique de révolution. Elles se composent d'une partie centrale (dite « zone utile ») de 30 mm de diamètre externe, épaulée par deux parties latérales permettant sa fixation sur le porte échantillon (cf. Figure II.15). Le diamètre externe de l'épaulement est réduit à 18 mm afin de l'éloigner au maximum du champ électromagnétique et dégager la zone utile. Les éprouvettes sont évidées en leur centre (diamètre interne 10 mm), de façon à permettre leur refroidissement interne par circulation d'eau.

La section transversale de la partie utile est, selon les cas, de forme rectangulaire ou prismatique. L'éprouvette désignée sous le nom SRG est de section prismatique de type « Glenly », avec 24° d'angle et de 0,25 mm de rayon de courbure [23]. Les éprouvettes « disques », de section rectangulaire, sont désignées par « SR1 » et « SR3 » d'épaisseurs respectives égales à 1 et 3 mm. Les plans détaillés des différentes géométries sont reportés en Annexe A2.



Zoom sur les vues en coupe de la partie utile des différentes géométries
(dimension en mm)

Figure II.15 : Éprouvettes de FT à section réduite (uniaxiale) développées :
Éprouvette « SRG » de section prismatique (type Glenly) (a), éprouvettes disques de section rectangulaire
d'1 mm d'épaisseur « SR1 » (b) et de 3 mm d'épaisseur « SR3 » (c)

II.4.4. Paramètres d'essai et procédure expérimentale

Les paramètres expérimentaux des essais de FT sont d'une part le cycle thermique de référence imposé sur la surface de l'éprouvette (au sommet de la crête), et d'autre part le nombre de cycles. L'essai est interrompu régulièrement pour caractériser l'endommagement de l'éprouvette. Les fréquences d'arrêt sont fixées en fonction de l'évolution de l'endommagement déterminé lors d'essais pilotes. Le cycle thermique est caractérisé par les températures minimale ($T_{\min}$) et maximale ($T_{\max}$), et par les vitesses de chauffage et de refroidissement. Les consignes correspondantes sont fournies au générateur via le régulateur « Eurotherm », sous la forme d'un signal de puissance en fonction du temps $P(t)$.

Le générateur est piloté en mode P.I.D. (action Proportionnelle, Intégrale et Dérivée), grâce au thermocouple de contrôle implanté en surface de l'éprouvette. Un deuxième thermocouple permet d'enregistrer la température de l'éprouvette via la centrale d'acquisition. Le schéma représentant l'installation de FT est décrit sur la Figure II.16. Les paramètres de l'essai (températures et durées de chauffage et de refroidissement) ont été définis expérimentalement sur des éprouvettes témoins. Il s'agit de déterminer, pour chaque cycle envisagé, la puissance (P) que doit fournir le générateur, ainsi que les durées de chauffage (t_{ch}) et de refroidissement (t_{ref}) correspondants. Certains paramètres sont fixés pour l'ensemble des essais, comme la température minimale du cycle (100 °C) et la vitesse de chauffage (~ 460 °C/s). La variable de l'essai est la température maximale du cycle référence (mesurée en surface sur la crête d'éprouvette). Les paramètres de réglage (P et t_{ch}) sont ajustés de façon à appliquer les mêmes flux thermiques pendant le chauffage, quel que soit le niveau de température visé. Le refroidissement externe étant naturel, la période de refroidissement du cycle (t_{ref}) est ajustée pour atteindre la température minimale ($T_{\min}$).

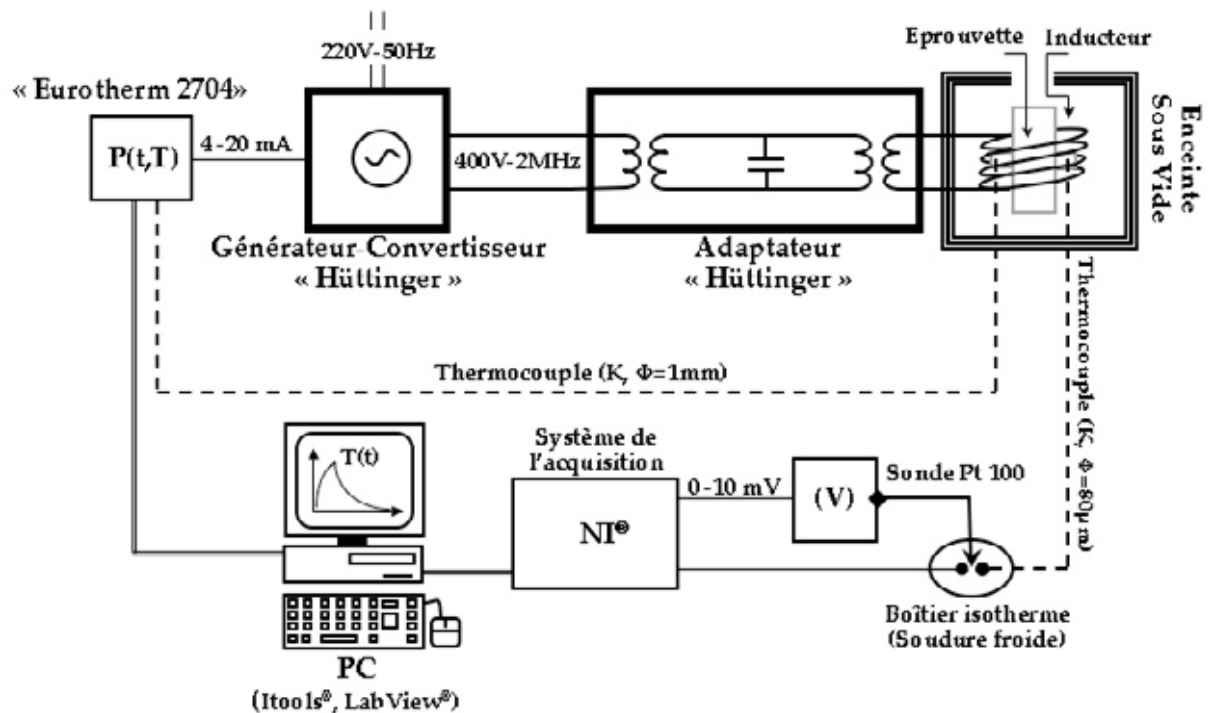


Figure II.16 : Schéma de principe de l'installation de FT

L'interruption régulière de l'essai permet de caractériser l'évolution de l'endommagement. Les fréquences d'arrêt varient en fonction des paramètres de l'essai (en particulier $T_{\max}$). La surface d'éprouvette est observée au microscope optique et/ou au MEB à chaque interruption de l'essai afin de localiser les éventuelles zones endommagées ou fissurées.

Au cours de l'essai, l'oxydation et l'altération des caractéristiques électromagnétiques de la couche superficielle sollicitée ont pour effet de modifier les conditions de chauffage. Ainsi, on peut observer (notamment au début du test) de légères diminutions progressives de la température maximale au fur et à mesure du cyclage. Pour rétablir le cycle thermique visé, la puissance de chauffage est réajustée à chaque reprise d'essai. Le mode de fonctionnement (PID) du générateur permet de conserver la même densité de flux de chauffage malgré les variations attribuées aux puissances. Néanmoins, à grand nombre de cycles, la multiplication de fissures profondes peut sérieusement déformer le cycle thermique entraînant l'arrêt du test.

II.4.4.1. Cycles thermiques

L'analyse de l'état de l'art nous a conduit à adopter le cycle thermique de référence suivant : 100-650 °C ($t_{\text{ch}} \sim 1,2$ s et $t_{\text{ref}} \sim 7,6$ s). D'autres cycles thermiques ont été étudiés, en faisant varier le niveau de la température maximale tout en conservant la même vitesse de chauffage et la même température minimale du cycle de référence. Les autres températures choisies sont 550 et 600 °C, correspondant respectivement à la température limite de la non fissuration (à l'échelle de laboratoire) et à une température proche de celle du deuxième revenu. Les différents cycles thermiques étudiés sont illustrés en Figure II.17.

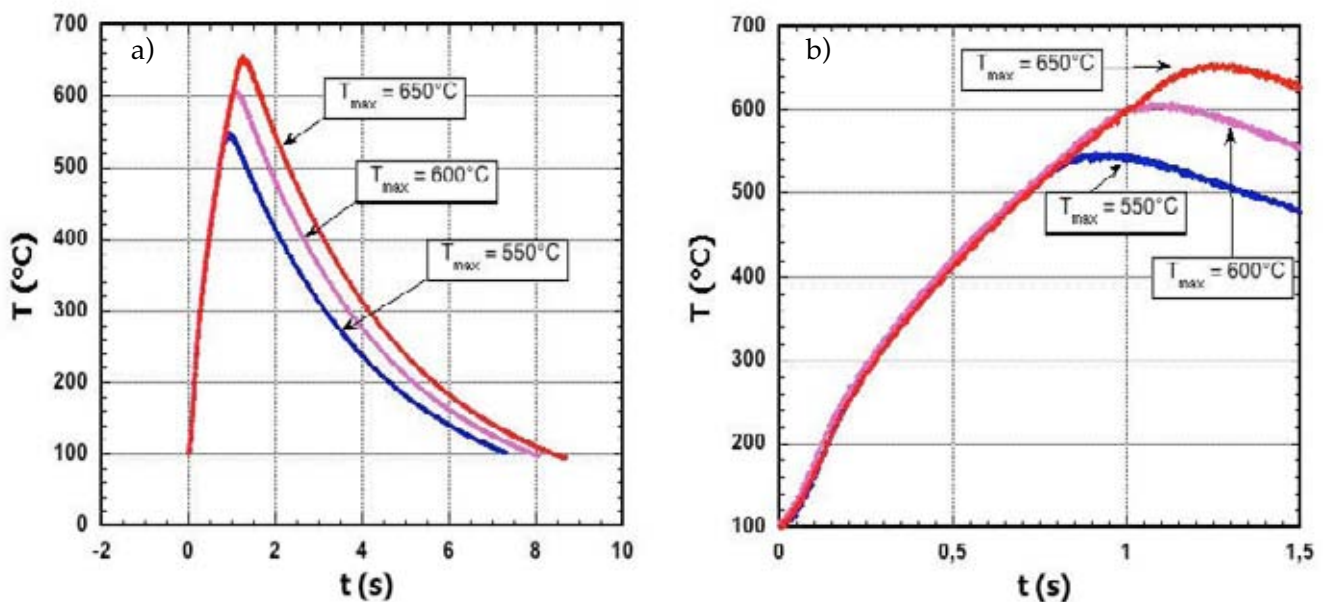


Figure II.17 : Cycles thermiques étudiés : a) cycle complet, b) détail de la phase de chauffage

Contenue dans l'inducteur, l'éprouvette est plongée, lors du chauffage, dans un champ électromagnétique variable créé par le courant alternatif traversant la bobine. L'énergie électrique induite est dissipée dans la pièce sous forme de chaleur par effet Joule.

La puissance de chauffage dépend de la pénétration des courants induits (courants de Foucault) dont la profondeur est inversement proportionnelle à la racine carrée de la fréquence du courant d'alimentation (effet de peau). Dans les conditions de nos essais, la fréquence des courants induits a été évaluée à 2 MHz par des mesures de champs à l'aide d'un oscilloscope. Cela correspond à un chauffage pelliculaire de quelques dizaines de microns (20 μm pour un acier magnétique). Ce mode de chauffage permet de soumettre la partie supérieure de l'éprouvette à de sévères gradients thermiques, qui sont renforcés par le refroidissement interne de l'éprouvette. Le flux électrothermique est suspendu pendant la phase de refroidissement.

Le débit d'eau de refroidissement interne (circulation permanente) varie entre 5 et 10 l.mn⁻¹. La chaleur diffuse par conduction vers les régions les moins chaudes de l'éprouvette avec une vitesse dépendant de la diffusivité thermique de l'acier, de la géométrie de l'éprouvette ainsi que du gradient thermique. La chaleur est échangée simultanément avec l'environnement à travers les surfaces libres de l'éprouvette, d'une part par radiation et convection à l'air libre du côté externe (en contact avec l'air environnant), et d'autre part par convection à eau forcée du côté de la paroi interne.

II.5. Techniques de caractérisation

Les outils usuels de la caractérisation de la fissuration et des couches physicochimiques sont utilisés dans le cadre de cette étude. Ils ont permis de dimensionner l'endommagement par la fissuration et la cinétique de croissance des couches en utilisant les moyens d'observation optiques et électroniques ainsi que l'analyse d'images. Les phases issues des interactions ont été également identifiées en les distinguant par leurs propriétés.

II.5.1. Moyens de caractérisation

II.5.1.1. Analyses et préparations métallographiques

Les analyses destructives (en coupe) requièrent la préparation métallographique de l'échantillon. Cette étape comprend les opérations de découpe, d'enrobage, et de polissage mécanique. Certaines caractérisations microstructurales nécessitent des attaques chimiques spécifiques. Des attaques au « Nital » et « Catella » sont utilisées pour mettre en évidence la microstructure de l'acier. Les joints de grains de la structure austénitique (initiale) de l'acier sont révélés par une attaque électrolytique à l'acide chromique (tension = 5 V, durée = 10 à 20 s, et distance entre électrodes = 25 mm). Le réactif d'attaque est constitué d'oxyde chromique (CrO_3) dilué dans l'eau distillé (10 % de volume).

II.5.1.2. Observation microscopique

Les équipements de microscopie utilisés sont :

- ✓ Microscope optique « Leica » (grossissement x25 à x1000),
- ✓ Microscope Electronique à Balayage (MEB) « PHILIPS XL 30 », équipé de détecteurs SE, BSE et EDS,
- ✓ MEB Environnemental (MEBE) « FEI-ESEM-FEG-XL30 »,

- ✓ Télescope optique à longue distance portable pour l'observation in-situ des fissures pendant l'essai de FT,
- ✓ Microscope confocal « AltiSurf 520 » pour la caractérisation de la topographie des surfaces.

La microscopie optique est utilisée pour les observations préliminaires. L'analyse plus fine des interfaces, des surfaces et de la taille des défauts est menée par microscopie électronique à balayage.

II.5.2. Méthodes de quantification par analyse d'images

La quantification des épaisseurs des couches métallurgiques et des distances séparant les microfissures a été réalisée par traitement d'images [24]. Ce moyen d'analyse a permis de déterminer d'une part les cinétiques de croissance des couches intermétalliques formées au cours des essais de corrosion dans l'aluminium liquide et, d'autre part, l'évolution de la distance inter-fissures dans l'oxyde au cours des cycles de FT. Ces analyses ont été réalisées à partir de micrographies MEB en mode BSE ("*back-scattering electron*"), permettant de mettre en évidence un contraste chimique entre les différentes phases. Le traitement des images se fait à l'aide du logiciel « Aphelion ». La valeur mesurée représente une moyenne de huit mesures à différentes positions de la zone utile de l'éprouvette.

II.5.2.1. Analyse de composition chimique

Les espèces chimiques composant les couches métallurgiques ont été identifiées de manière semi-qualitative, grâce aux analyses utilisant la spectrométrie X par dispersion d'énergie (EDS/MEB). L'analyse par microsonde a également été utilisée pour déterminer les profils de concentration d'éléments dans les couches intermétalliques.

Un diffractomètre à rayons X « PHILIPS X'PERT PRO » a été utilisé pour identifier les phases composant les produits d'interaction entre l'acier et l'environnement (oxyde de fer et composés intermétalliques). L'appareil est équipé d'une anticathode en cuivre $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$), d'un monochromateur et d'un détecteur ponctuel.

L'analyse est effectuée directement sur des structures massives en appliquant le faisceau incident de manière focalisée sur la zone contenant les phases étudiées en surface ou en coupe. C'est ainsi que la fraction volumique des phases apparaît importante, par rapport à la matrice, révélée par des pics relativement intenses. Après un balayage angulaire en 2θ , un ensemble de raies de diffraction est observé. Chaque raie peut être caractérisée par la position, l'intensité et la largeur de cette raie. L'analyse des pics de diffraction sur la base de fiches JCPDS permet de déduire les phases présentes. Le post traitement des diffractogrammes se fait sur le logiciel X'pert High Score.

II.5.2.2. Mesure de microdureté

Les mesures de dureté ont été faites au moyen d'un microduremètre MICROMET 2001 (BUELHER). Celui-ci est équipé d'un indentateur Vickers (forme pyramidale à base carrée), et permet d'appliquer des charges allant de 25 à 1000 g. La mesure de l'empreinte est réalisée automatiquement par un système d'analyse d'image intégré, grâce à un objectif (x10-40) et une caméra CCD.

II.5.3. Caractérisation des éprouvettes de corrosion

II.5.3.1. Préparation des échantillons

À l'issue de l'essai de corrosion, les éprouvettes sont découpées perpendiculairement aux surfaces pré-polies suivant le plan 1 (cf. Figure II.18). Une partie de l'éprouvette est enrobée dans une résine conductrice, puis polie miroir pour subir un examen métallographique.

a) Coupe suivant un plan médian vertical

b)

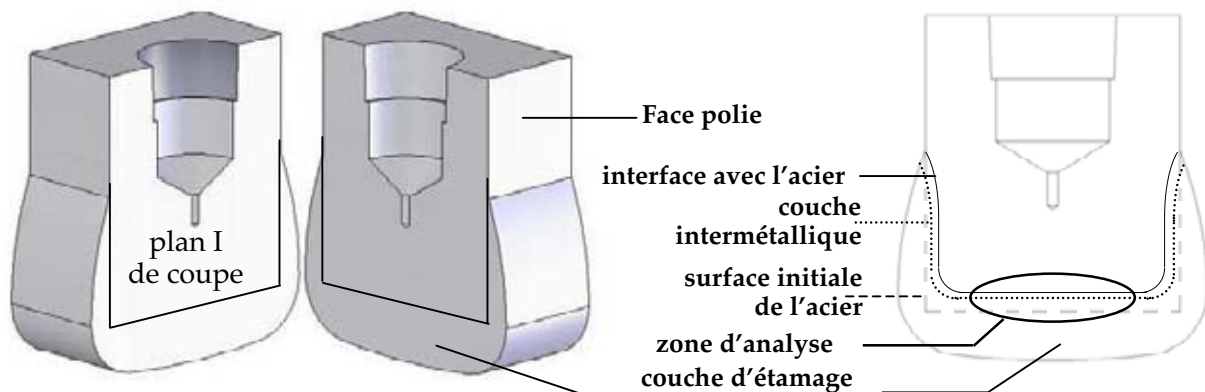


Figure II.18 : a) Plan de découpe d'une éprouvette de corrosion isotherme
b) identification des différentes zones de l'interface d'aluminisation

II.5.3.2. Identification des couches intermétalliques

L'observation des interfaces de réaction a été principalement conduite dans la zone utile indiquée sur la Figure II.18. Les couches intermétalliques sont identifiées par leur morphologie et leurs caractéristiques mécaniques, chimiques et cristallographiques. Les moyens de caractérisation utilisés sont respectivement l'analyse microstructurale, l'analyse chimique par EDS et par microsonde, l'analyse de la micro dureté et la DRX. Les stœchiométries des phases composant chaque couche sont déterminées à partir des résultats de la caractérisation en s'appuyant sur les diagrammes d'équilibre de phases binaire (Fe/Al) et ternaire (Fe/Al/Si).

II.5.3.3. Détermination des épaisseurs des couches intermétalliques

Les évolutions des épaisseurs de couches intermétalliques en fonction de la température et du temps d'immersion ont été déterminées par analyse d'images à partir de micrographies MEB des couches intermétalliques. Les images sont acquises en mode BSE avec un grandissement variable en fonction de l'épaisseur totale de la couche.

L'algorithme de traitement des images comprend les étapes suivantes :

- ✓ Calibration de l'image initiale (cf. Figure II.19.a),
- ✓ Filtrage médian pour atténuer le bruit électronique sur l'image (cf. Figure II.19.b),
- ✓ Seuillage à niveau de gris de l'ensemble des couches intermétalliques (cf. Figure II.19.c),
- ✓ Seuillage des intensités claires et filtrage morphologique du bruit binaire pour détecter la couche inférieure (cf. Figure II.19.d),
- ✓ Calcul de la variance des niveaux de gris sur l'image initiale (cf. Figure II.19.e),

- ✓ Seuillage de l'image variance et filtrage morphologique du bruit binaire pour détecter la couche supérieure (cf. Figure II.19.f),
- ✓ Différence logique de l'image « c » avec les images « d » et « f », pour détecter la couche intermédiaire (cf. Figure II.19.g),
- ✓ Analyse de la surface globale des différentes couches,
- ✓ Calcul des épaisseurs équivalentes des couches respectives (rapport de la surface de la couche à la longueur du champ-image).

L'image « h » met en évidence les différentes couches intermétalliques détectées. Le tracé des courbes $e = f(t)$, à partir des épaisseurs équivalentes mesurées pour chaque durée d'immersion, permet de déterminer la cinétique de croissance des couches.

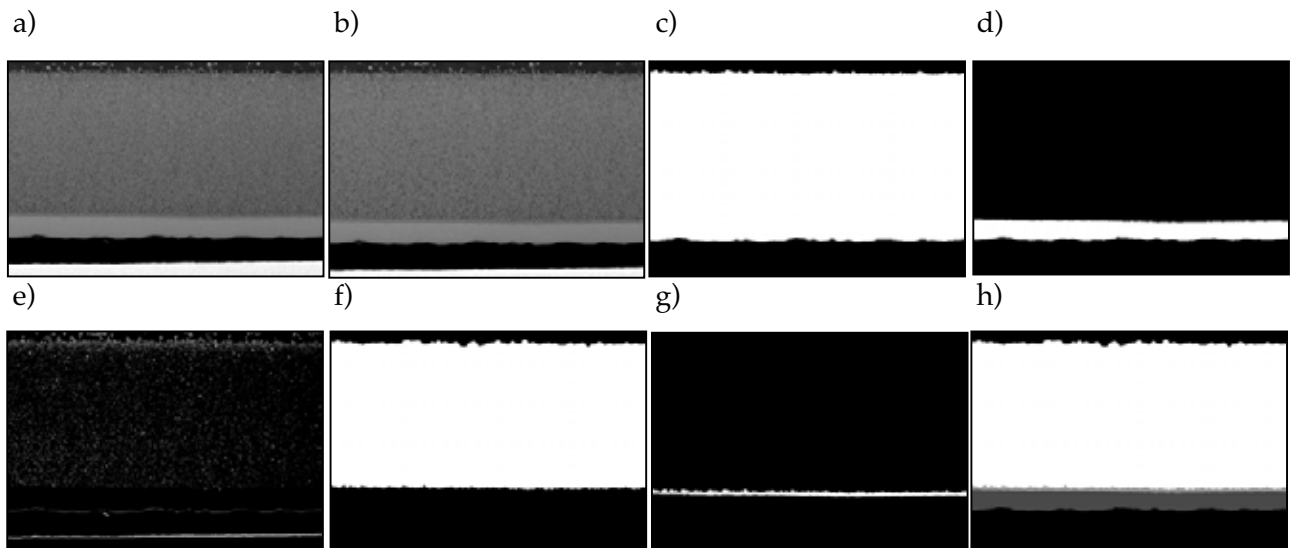


Figure II.19 : Différentes étapes du traitement d'image pour déterminer les épaisseurs équivalentes des couches intermétalliques sur les micrographies MEB (grossissement x 150)

II.5.4. Caractérisation des éprouvettes de FT

II.5.4.1. Analyses non-destructives

Les analyses non-destructives sont relatives aux examens menés systématiquement sur la surface des éprouvettes, après chaque interruption de l'essai de FT. Elles comprennent les observations macroscopiques et microscopiques des défauts (fissures), et l'analyse des phases intermétalliques et des oxydes par DRX. Les analyses consistent à déterminer l'endommagement de l'éprouvette par fissuration en mesurant la taille et la densité des fissures (distance inter-fissures de surface, la profondeur des fissures et l'ouverture à froid en arrière de fissure).

La caractérisation en continue de l'endommagement par FT inclut également l'analyse microstructurale par DRX des couches superficielles. Ceci permet en effet d'identifier la nature et la morphologie des oxydes et d'intermétalliques formés en surface lors des essais.

II.5.4.1.1. Analyse de la densité de fissuration en surface

La densité de fissuration surfacique a été déterminée en différentes régions prédéterminées de la surface des éprouvettes SR1, par analyse d'images. La procédure est similaire à celle entreprise dans la détermination des couches intermétalliques.

Les micrographies MEB au grossissement $\times 750$, avec contraste chimique (BSE) ou topographique (SE) selon les cas, sont réalisées dans la zone utile de la surface étudiée. La résolution spatiale des images est de $0,22 \mu\text{m}/\text{pixel}$ et le champ-image représente une surface de $158 \times 118 \mu\text{m}$. Les étapes successives de traitement sont les suivantes :

- ✓ La calibration de l'image initiale (cf. Figure II.20.a),
- ✓ Le filtrage médian pour atténuer le bruit électronique sur l'image (cf. Figure II.20.b),
- ✓ La correction de fond par la transformation de « chapeau haut-de-forme » (cf. Figure II.20.c),
- ✓ Le seuillage par hystérésis pour détecter les fissures (cf. Figure II.20.d),
- ✓ Le filtrage morphologique du bruit binaire (cf. Figure II.20.e),
- ✓ L'intersection de l'image binaire des limites de la couche avec une grille d'intercept horizontale (cf. Figure II.20.f) pour détecter les segments d'intercepts représentant les distances inter-fissures (cf. Figure II.20.g),
- ✓ L'élimination des segments d'intercept interrompus par les bords de champ (cf. Figure II.20.h),
- ✓ La mesure des longueurs des segments d'intercept restants.

Les segments d'intercept représentent en fait la distance inter-fissures selon l'orientation de la grille d'intercept utilisée. La mesure est réalisée sur une dizaine de champs choisis aléatoirement (dans la zone utile) et permet d'établir une distance inter fissures moyenne pour un nombre de cycles donné. L'exploitation de ces résultats pour l'ensemble des cycles d'arrêt d'une éprouvette permet de déterminer l'évolution de la distance inter-fissures au cours des cycles.

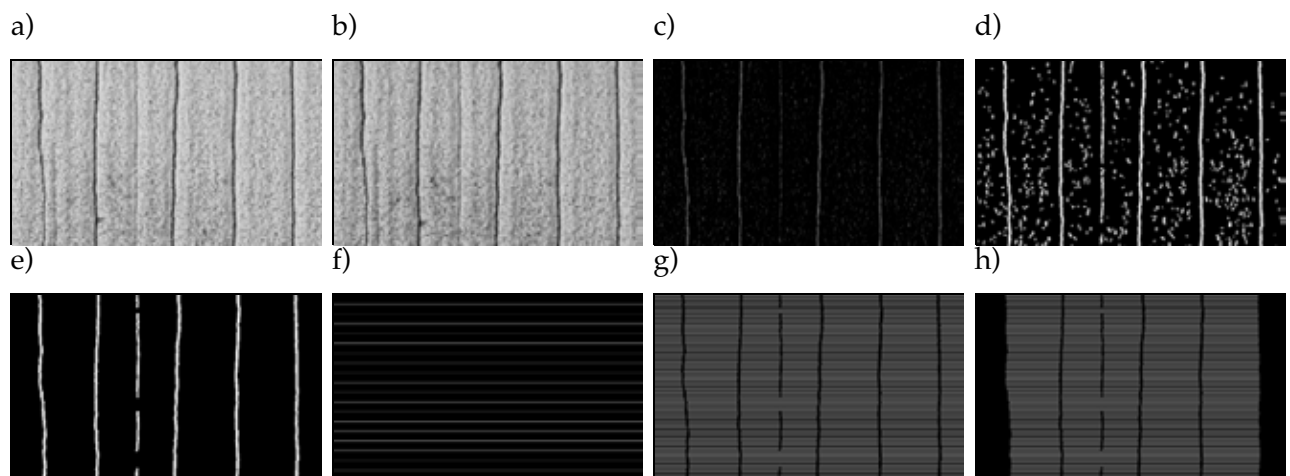


Figure II.20 : Étapes successives du traitement d'images pour déterminer les distances inter-fissures sur les micrographies MEB (grossissement $\times 750$)

II.5.4.1.2. Suivi et mesure des macrofissures

La profondeur des fissures propageantes a été déterminée par mesure directe de la trace des fissures sur la surface externe de l'éprouvette. Les techniques de mesures sont schématisées sur la Figure II.21. L'effet de la géométrie et l'amorçage préférentiel des fissures sur les congés ont conduit à définir un critère d'amorçage et de propagation (taille de la fissure en profondeur) spécifique à chaque type d'éprouvette.

La profondeur des fissures est calculée à partir des mesures effectuées selon différents angles d'observation (vue de haut et vue latérale).

Dans la zone d'amorçage, délimitée sur la Figure II.21 par une épaisse ligne discontinue, la profondeur de la fissure est considérée comme la distance perpendiculaire séparant le front de la fissure de la surface de l'éprouvette. Elle est déduite d'un calcul trigonométrique, mais reste sous-estimée par rapport à sa valeur réelle. Elle est calculée à partir de la longueur transversale de la fissure (a_H) mesurée par l'observation en surplomb de l'éprouvette. Un exemple de calcul dans le cas des éprouvettes de type « SR1 » est présenté en Figure II.21.b.

Le calcul devient beaucoup plus simple lorsque les fissures quittent le congé et débouchent sur les parties latérales du disque. La profondeur est alors moyennée sur des mesures latérales, effectuées à gauche et à droite du disque. Néanmoins, cette valeur nécessite une correction car le front de la fissure est légèrement plus avancé à cœur que sur les surfaces libres. En effet, l'analyse du faciès de rupture montre que la profondeur de la fissure sur les surfaces libres du disque est légèrement inférieure à la profondeur à cœur. À cœur, la fissure se propage en état de Déformation Plane alors qu'en surface, elle évolue en état de Contrainte Plane. L'écart est d'autant plus important que l'épaisseur du disque augmente. Les éprouvettes « SR1 » tirent leur intérêt de ce fait car elles sont à la fois minces et présentent, contrairement à « SR3, » un congé sphérique en extrémité. De plus, à l'opposé de la géométrie « SRG », la structure des éprouvettes disques est uniforme en profondeur ce qui induit un état de contraintes identique dans l'épaisseur quelle que soit la profondeur.

Il est difficile de poursuivre la fissure dans les congés à cause de la complexité de sa géométrie et de sa vitesse de propagation très élevée dans cette zone. Dans de telles géométries, les fissures se propagent dans un double sens, en surface et à cœur de l'éprouvette, afin de trouver l'équilibre mécanique d'où leur forme elliptique. Un critère de propagation pour la définition de la taille des fissures doit donc être établi et des facteurs de correction doivent être pris en compte lors des calculs de fissuration (facteur d'intensité de contrainte). Pour simplification, le rayon de courbure sera donc retenu comme critère d'amorçage des fissures principales.

Au-delà des congés, la détermination de la profondeur de la fissure (a_p) est beaucoup plus aisée, car les fissures débouchant sur les plateaux du disque se propagent comme dans une plaque (éprouvette CT). Cette profondeur est calculée en moyennant les deux valeurs (a_{pG} et a_{pD}) mesurées respectivement sur les parties latérales du disque, gauche et droite.

II.5.4.2. Analyses post-mortem

Les analyses post-mortem s'effectuent à la fin de l'essai. Elles impliquent la destruction des éprouvettes pour d'éventuelles observations microstructurales en coupe ainsi que des examens d'éléments chimiques et des faciès de rupture.

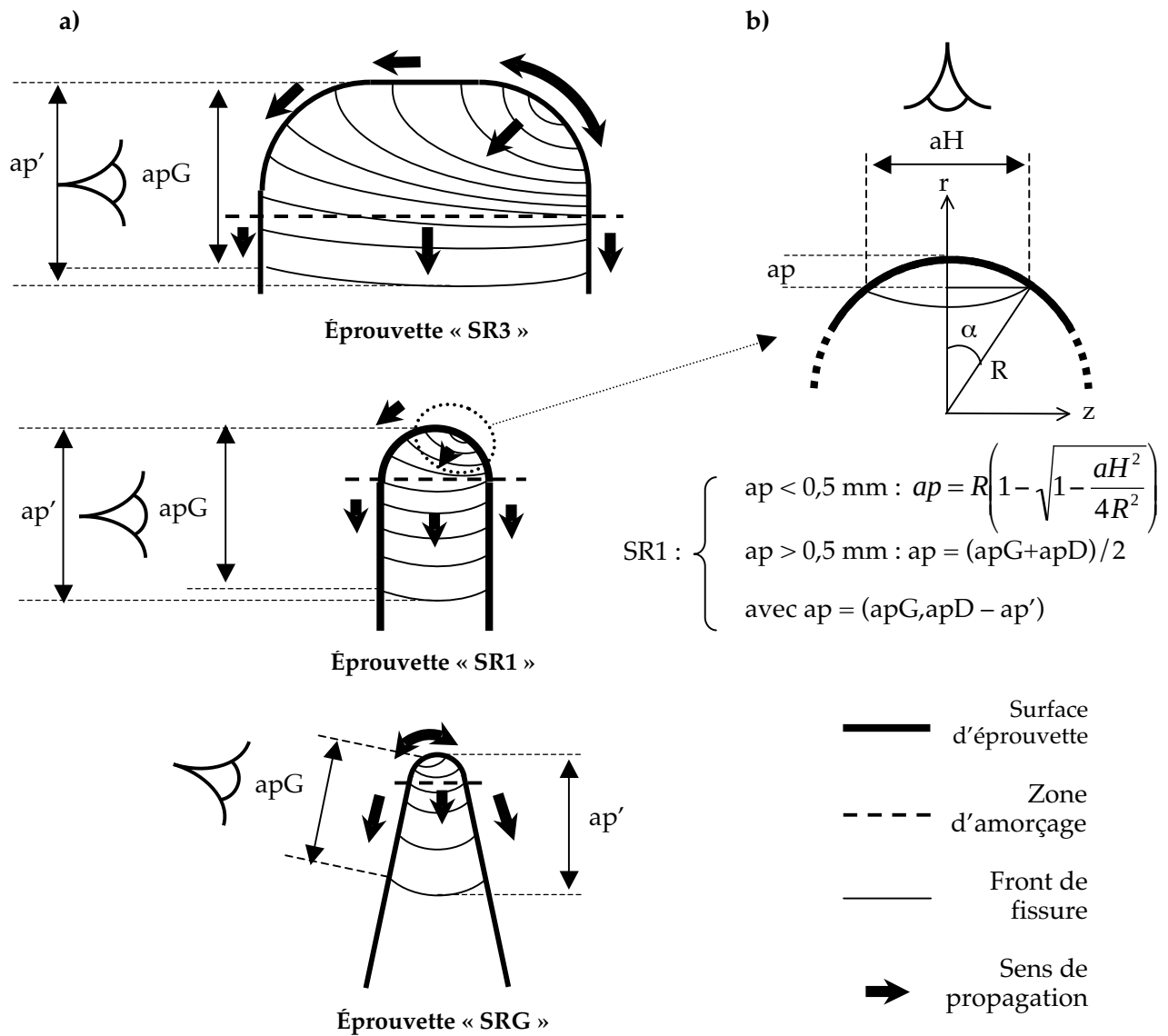


Figure II.21 : Caractérisation de la profondeur des fissures

ap : profondeur de fissure mesurée ;

apG et apD : profondeurs mesurées respectivement à gauche et à droite du disque ;

aH : longueur projetée sur l'axe horizontal (vue en haut) ;

ap' : profondeur maximale interne et R : rayon du congé

II.5.4.2.1. Préparation des échantillons

Au terme de l'essai de FT, les éprouvettes sont préparées de manière à préserver les fissures principales. Les étapes de préparation d'échantillons sont schématisées sur la Figure II.22.

Au départ, la partie utile est extraite en sectionnant l'éprouvette perpendiculairement à son axe suivant deux plans parallèles (plan 1 et 2). Les disques obtenus sont ensuite découpés au fil diamanté suivant trois plans différents (plan 3 et 4). Les échantillons contenant les fissures sont ensuite découpées suivant le plan 9 jusqu'à la séparation des deux bords de la fissure. Le plan de vue vertical (plan 5) est obtenu par polissage successif suivant l'épaisseur du disque.

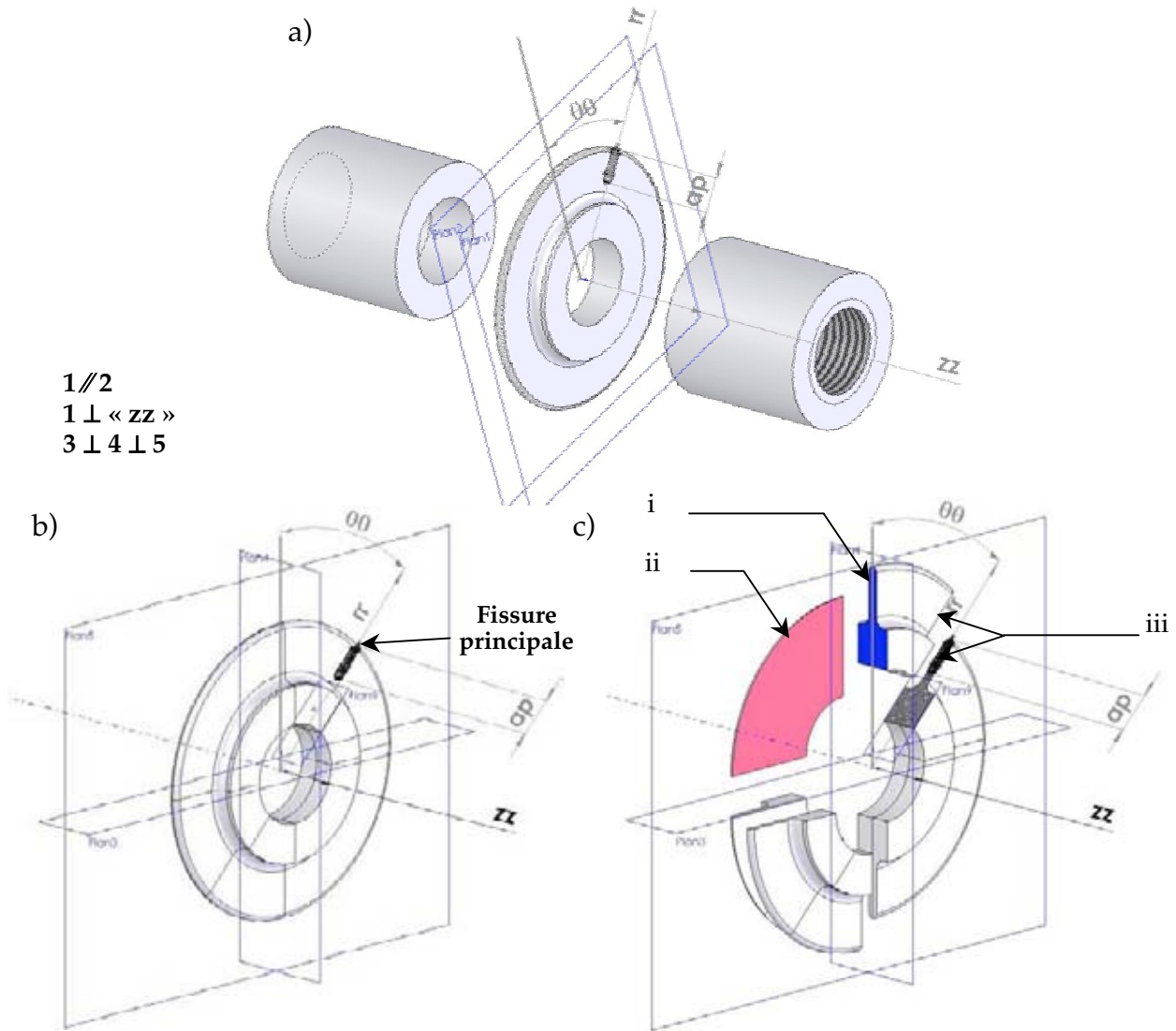


Figure II.22 : Etapes de préparation et plans d'analyses post-mortem des éprouvettes de FT

- a) 1^{er} étape : extraction de la partie utile (découpage suivant le plan 1 et 2),
 b) 2^{ème} étape : découpe de la partie utile suivant les plans 3, 4, 5 et 9,
 c) les plans observations : vue en coupe transversale (bleu) « i » ; vue en coupe verticale (rouge) « ii » et vue en plan du faciès de rupture (gris foncé) « iii »

II.5.4.2.2. Analyses microstructurales

Les analyses microstructurales sont réalisées suivant les plans d'observations i et ii (vues de coupe transversale et verticale). Elles constituent le support expérimental en plus des analyses de surface pour étudier les mécanismes de fissuration (amorçage et propagation), d'oxydation et d'aluminisation en FT. Les profils de micro-dureté réalisés dans la partie sollicitée thermiquement permettent de caractériser l'évolution microstructurale de l'acier sous l'effet de la FT.

II.5.4.2.3. Analyse des faciès de rupture

L'analyse fractographique consiste à l'observation des surfaces de rupture au moyen du MEB et du rugosimètre optique. L'inspection de faciès de rupture permet de préciser les mécanismes de propagation à l'échelle microscopique.

II.6. Conclusion

Dans ce chapitre, sont décrits les différents moyens et les environnements expérimentaux développés spécifiquement pour cette étude. Le choix des matériaux s'est porté sur deux alliages communément utilisés en FSPA1. L'AlSi9Cu3 a été choisi comme l'alliage de fusion de fonderie pour conduire les essais de corrosion statique. L'acier à outil pour travail à chaud X38CrMoV5 a été considéré comme représentatif du matériau des moules de fonderie. La nuance utilisée dans le cadre de cette recherche est toutefois d'une composition chimique plus pure et d'une teneur en silicium réduite par rapport à la nuance classique. Sa microstructure est bainito-martensitique issue d'une austénitisation suivie d'une trempe et d'un double revenu pour une dureté finale de 47 HRC.

Un banc de corrosion dans un bain liquide a été conçu spécifiquement pour étudier l'aluminisation en conditions statiques. D'autre part, un banc d'essai de FT sous environnement contrôlé a été développé permettant de simuler expérimentalement, le plus fidèlement possible, les transitoires thermiques appliqués aux outillages de FSPA1. Des éprouvettes simplifiées de géométries originales ont été proposées pour étudier l'endommagement par FT en conditions uniaxiales. Les protocoles expérimentaux relatifs à la mise en oeuvre et à l'exploitation des différents essais ont été décrits, ainsi que les procédures et moyens de caractérisation correspondants.

Ces préliminaires nous permettent maintenant d'aborder les sujets principaux de cette thèse, en commençant par l'interaction de l'aluminium liquide avec l'acier du moule et la description des mécanismes en jeu.

II.7. Références bibliographiques

1. Delagnes, D., *Comportement et tenue en fatigue isotherme des aciers à outils Z38CDV5 autour de la transition oligocyclique-endurance*. Thèse Doctorat à Ecole des Mines de Paris, 1998.
2. Jean, S., *Méthodologie d'exploitation mécanique et microstructurale d'un essai de fatigue thermique: application de l'étude de faïençage d'un acier pour outils de forge à chaud*. Thèse Doctorat à l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 1999.
3. Oudin, A., *Thermo-mechanical fatigue of hot-work tool steels*. Thèse Doctorat à l'Ecole des Mines de Paris, 2001.
4. Mebarki, N., *Relation Microstructures – Propriétés Mécaniques d'Aciers Martensitiques Revenus Destinés aux Outillages de Mise en Forme d'Alliages Légers*. Thèse Doctorat à l'Ecole des Mines de Paris, 2001.
5. Bruckel, P., *Oxydation de l'Acier à Outils X38CrMoV5 à 600-700°C et en présence de vapeur d'eau*. Thèse Doctorat à l'Ecole des Mines de Paris, 2003.
6. Daffos, C., *Endommagement des outillages de forgeage traités par nitruration : étude et modélisation*. Thèse Doctorat à l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 2004.
7. Medjedoub, F., *Détermination des paramètres influant sur le phénomène d'endommagement par fatigue thermique des moules en fonderie sous pression d'aluminium*. Thèse Doctorat à l'Ecole des Mines de Paris, 2004.
8. Velay, V., *Modélisation du comportement cyclique et de la durée de vie d'aciers à outils martensitiques*. Thèse Doctorat à l'Ecole des Mines de Paris, 2003.
9. Barrau, O., *Etude du frottement et de l'usure d'acier à outils de travail à chaud*. Thèse Doctorat à l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 2004.
10. Michaud, P., *Influence des Éléments d'Alliages sur la Relation entre les Précipitations et les Propriétés Mécaniques Usuelles d'Acier à Outils à 5 % de Chrome*. Thèse Doctorat à l'Ecole des Mines de Paris, 2006.
11. Broeckmann, C. *Microstructure and Mechanical Properties of Tool Steels tooling*. Tool in Next Century, Proceedings of the 5th International Conference on Tooling, 1999.
12. Bringas, J. et M. Wayman, *CASTI metals red book: nonferrous metals*. CASTI Pub., 2003.
13. Jacob, S., *Propriétés des alliages d'aluminium de fonderie*. Technique de l'Ingénieur. **M 4 675** : p. 1-14.
14. Davis, J.R., *Aluminium and aluminium alloys*. ASM Specialty handbook, ed. A. International. 1993.
15. Dobrzanski, L., et al., *Microstructure and mechanical properties of AC AlSi9CuX alloys*. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2007. **24(2)** : p. 51-54.
16. Backerud, L., G. Chai, et J. Tamminen, *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys*. Vol. 2. Foundry Alloys. American Foundrymen's Society, Inc., 1990, p. 266.
17. Samuel, F., A. Samuel, et H. Doty, *AM SAMUEL and HW DOTY*. AFS Trans., 1996. **104** : p. 893.
18. Dour, G., *Aide mémoire Fonderie*. Dunod, Paris, 2004.
19. Sundqvist, M., *Tribological aspects of hot-work tool steels in contact with aluminium*. Materials Engineering Program, Cullen College of Engineering, University of Houston, 1994.
20. Chacrone, A., *Etude métallographique et cinétique de la formation de la couche d'alliage lors des revêtements d'aciers par l'aluminium et l'aluminium-silicium*. Thèse Doctorat à l'Université de Metz, 1986.
21. Bouayad, A., et al., *Kinetic interactions between solid iron and molten aluminium*. Materials Science & Engineering A, 2003. **363(1-2)**: p. 53-61.
22. Denner, S., R. Jones, et R. Thomas, *Hot Dip Aluminizing of Steel Strip*. Iron Steel Int., 1975. **48(3)** : p. 241-252.
23. Glenney, E. et T. Taylor, *A Study of the Thermal-Fatigue Behavior of Metals: The Effect of Test Conditions on Nickel-Base High-Temperature Alloys*. Journal of the Institute of Metals, 1959. p. 449-461.
24. Le Roux, S., *Initiation au traitement d'images*. Cours, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux. 2005. p. 161.

Chapitre III : Interaction « Solide/Liquide » : aluminisation de l'acier par immersion à haute température

Chapitre III : Interaction « Solide/Liquide » : aluminisation de l'acier par immersion à haute température

III.1. Introduction	75
III.2. Analyse quantitative de d'aluminisation	76
III.2.1. Plan d'essais de corrosion par immersion dans un bain	76
III.2.2. Caractérisations microstructurales	76
III.2.3. Identification des couches intermétalliques	86
III.2.4. Synthèse des résultats de caractérisation des couches intermétalliques	99
III.3. Mécanismes d'interaction d'aluminisation à l'état « Solide/Liquide »	100
III.3.1. Effet de l'état de surface sur le mécanisme d'aluminisation	100
III.3.2. Formation et croissance des cônes intermétalliques	103
III.3.3. Modélisation de la cinétique de croissance de la couche d'alliage	107
III.3.4. Mécanisme de dissolution lors de l'aluminisation	115
III.4. Discussions et Conclusions	121
III.5. Références bibliographiques	124

III.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la caractérisation de l'interaction physico-chimique entre l'acier et l'alliage d'aluminium en fusion. Les résultats des essais de corrosion par immersion de l'acier dans un bain d'aluminium isotherme sont présentés et analysés. La morphologie et la composition des couches intermétalliques formées lors de l'interaction solide/liquide sont identifiées. La cinétique de croissance des couches intermétalliques est étudiée par la détermination des épaisseurs relatives à chaque couches. Différents modèles analytiques, basés sur des phénomènes physiques et/ou physico-chimiques, sont proposés pour décrire les cinétiques de croissance ainsi obtenues. Les mécanismes mis en jeu lors de l'interaction solide/liquide seront discutés.

III.2. Analyse quantitative de d'aluminisation

Dans ce paragraphe sont présentés le plan d'expérience et les résultats des essais de corrosion statique. Les résultats obtenus par les différentes méthodes de caractérisation morphologique et microstructurale sont analysés sur la base des travaux bibliographiques. Les résultats relatifs à chaque méthode de caractérisation sont exposés séparément de manière exhaustive, puis récapitulés en conclusion à la fin de cette section.

III.2.1. Plan d'essais de corrosion par immersion dans un bain

Le plan d'expériences relatif aux essais de corrosion statique est présenté dans le Tableau III.1. Les éprouvettes en acier sont plongées dans un bain d'aluminium en AlSi9Cu3, à trois niveaux de température (600, 650 et 700 °C). La durée d'immersion varie de 1 heure jusqu'à 100 heures. Des durées d'immersion plus courtes, de 15 et 30 min, sont également expérimentées pour la température médiane (650 °C). Les essais antérieurs de faisabilité, réalisés avec un bain à 7 % de silicium (AS7G) maintenu à environ 750 °C, menés sur deux nuances d'acier (ADC3) et (SMV3), sont également présentés. A leur sortie du bain, les éprouvettes sont refroidies librement à l'air.

T (°C)	t (h)							
	0,25	0,5	1	4	9	16	25	100
600			X	X	X		X	X
650	X	X	XX	X	X	X	X	X
700			X		X		X	X

Tableau III.1 : Plan d'expérience des essais de corrosion dans un bain d'aluminium (AlSi9Cu3)

III.2.2. Caractérisations microstructurales

III.2.2.1. Aspect externe et adhérence du dépôt

À l'issue de l'essai de corrosion, les éprouvettes sont nappées par une couche brillante et visqueuse recouvrant leur partie immergée. L'écoulement de cette couche, sous l'effet de la gravité, concentre l'étamage au centre de la base des éprouvettes pour donner des formes de stalactite (cf. Figure III.1). Lorsque la durée d'immersion excède une heure, le dépôt recouvre la totalité de la surface trempée.

Le revêtement est alors épais et son adhérence au substrat est très forte, même si parfois il se détache lors de la préparation métallographique. Les surfaces des éprouvettes trempées pendant de courtes durées (moins d'une heure) sont partiellement étamées. Ce phénomène est d'autant plus marqué que la température du bain est basse (≤ 650 °C). Dans ce cas, les dépôts sont relativement fins et faciles à décoller et l'étamage est alors majoritairement de type mécanique.

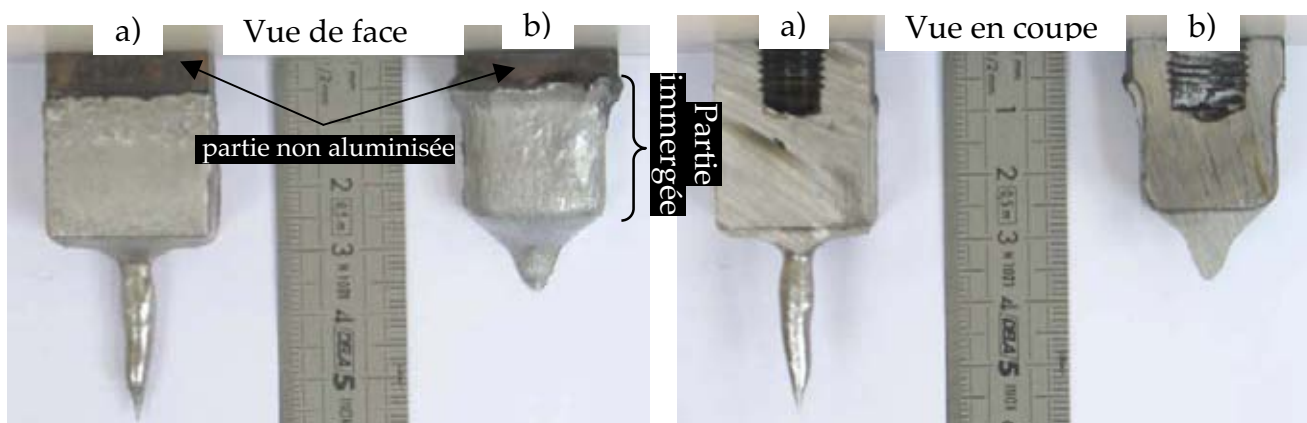


Figure III.1 : Vues macroscopiques de face et en coupe des éprouvettes (ADC3) étamées issues des essais de corrosion dans l'AlSi9Cu3 à 650 °C pendant 9 h (a) et 100 h (b)

L'analyse en coupe de l'interface montre que la couche externe, constituée d'un dépôt d'alliage d'aluminium, adhère au substrat ferreux soit par un phénomène de « soudure métallurgique », soit par simple accrochage mécanique. Dans la Figure III.2, ces deux types d'étamage sont désignés respectivement par les repères 1 et 2. Le dépôt obtenu par étamage « physico-chimique » (type 1) est constitué d'une couche externe en alliage d'aluminium obtenue par solidification du métal (appelée « revêtement »), et d'une zone de soudure métallurgique (couche d'alliage), composée principalement de phases intermétalliques. Il est difficile de quantifier l'épaisseur du revêtement car celui-ci est très irrégulier du fait de l'écoulement aléatoire de la matière. Dans ses essais, Shankar évalue à 0,2 le rapport d'épaisseur entre la couche d'alliage et le revêtement, indépendamment des conditions d'aluminisation [1]. La présente étude porte plutôt sur la couche d'alliage, dont la structure se révèle être très complexe, du fait de la formation « en strates » des intermétalliques (multi-couches).

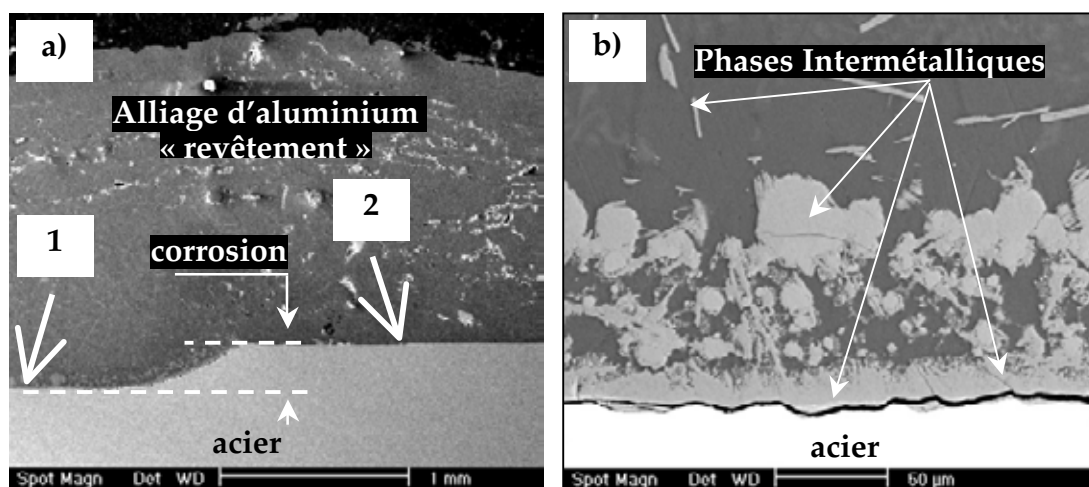


Figure III.2 : Observation au MEB de l'interface ADC3-AS7G (essai de trempé à 750 °C pendant 30 min)
a) étamage physico-chimique (type 1), et mécanique (type 2), b) vue détaillée de la zone de type « 1 »

III.2.2.2. Morphologies des couches intermétalliques

La Figure III.3 présente les différentes morphologies caractéristiques de la couche d'alliage, observées au MEB en coupe. Ces micrographies indiquent que les couches intermétalliques formées lors de la corrosion statique se distinguent par :

- ✓ Leur composition chimique (contraste différent en mode BSE),
- ✓ Leur morphologie (taux de porosité),
- ✓ Leurs propriétés mécaniques (présence éventuelle de micro-fissures).

Les couches se présentent sous forme de strates, qui peuvent être continues (cf. Figure III.3.a) ou discontinues (cf. Figure III.3.c), et dont l'interface avec l'acier est parfois rugueuse (cf. Figure III.3.b). Dans certains cas (notamment au niveau des coins de l'éprouvette), la corrosion est hétérogène et présente une interface irrégulière (cf. Figure III.3.d).

La nature et la morphologie de la couche d'alliage et de ses composantes changent également avec les conditions expérimentales. À titre d'exemple, les planches représentées en Annexe B1 illustrent l'évolution en fonction de la durée et la température d'immersion de l'interface acier/couche d'alliage pour des bains d'aluminium de composition AS7G à 750 °C et AlSi9Cu3 à 600, 650 et 700 °C. Le nombre et l'épaisseur de ces couches semblent croître avec la durée d'immersion.

On distingue généralement trois couches (cf. Figure III.4 et Figure III.5)) :

- ✓ La couche (C1) compacte et continue, et de contraste clair (donc constituée par des éléments chimiques de numéro atomique élevé) ;
- ✓ La couche (C2), située au-dessus de la couche (C1), poreuse et parfois discontinue. Cette couche biphasée est constituée par une matrice plus foncée (donc composée d'éléments chimiques plus légers), dans laquelle apparaissent des phases polygonales claires de taille plus ou moins homogène. De par sa morphologie, cette couche est parfois dénommée « composite » ou « solution solide » dans la littérature [2, 3] ;
- ✓ La couche (C3) se forme entre la couche (C1) et l'acier. Elle semble constituée d'éléments chimiques plus lourds que la couche (C1), car elle apparaît plus claire que cette dernière en contraste de phase. Cette couche, compacte, semble toutefois fragile (elle est traversée par de nombreuses fissures).

Il semble que les couches (C1) et (C2) se forment simultanément, car elles se forment quelles que soient les conditions de température et de temps. La couche (C3) apparaît d'autant plus tard que la température est plus basse : dès la première heure d'immersion à haute température (700 °C), beaucoup plus tard à 600 et 650 °C.

Les épaisseurs respectives de ces couches sont parfois difficiles à déterminer, du fait de leur irrégularité et de l'inter-pénétration des phases (pas d'interface franche). Ce phénomène est particulièrement marqué pour les essais de faisabilité à 750 °C menés avec l'alliage AS7G (cf. Figure III.4). Par contre, dans le cas des essais utilisant un bain d'AlSi9Cu3, les frontières entre les différentes couches intermétalliques sont beaucoup plus nettes et bien définies.

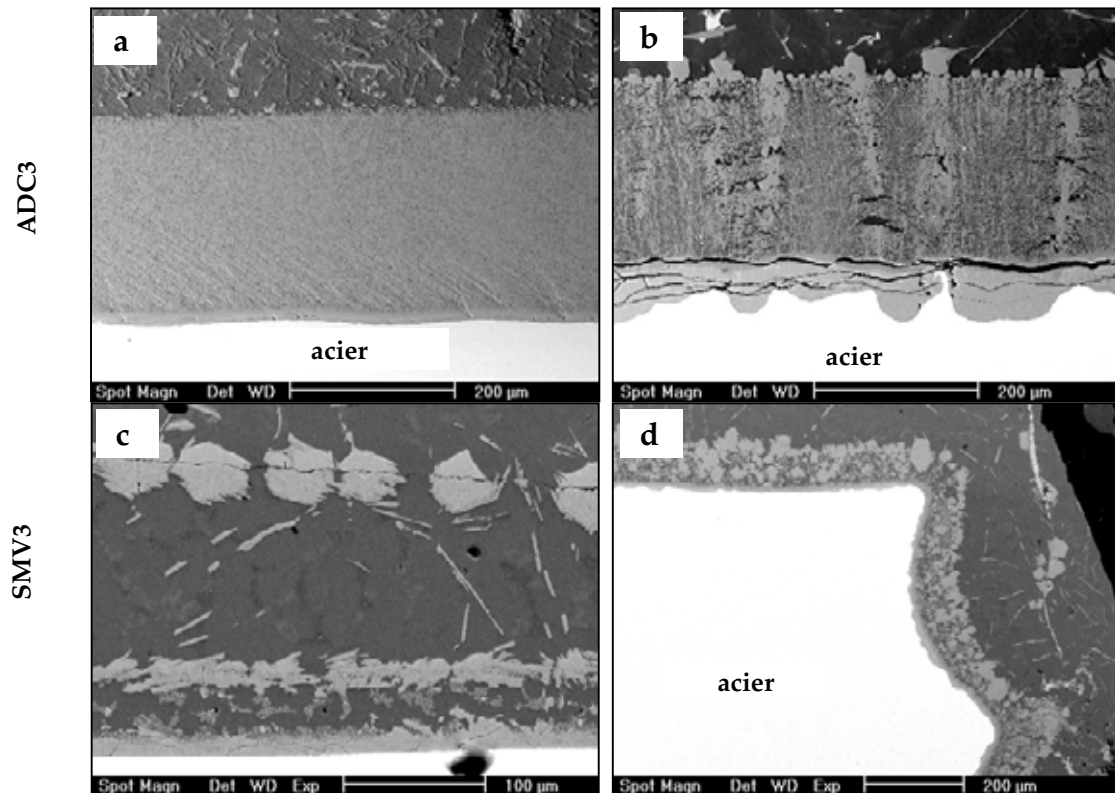


Figure III.3 : Différentes morphologies de la couche d'alliage formée sur les éprouvettes de corrosion statique (MEB/BSE) : a) couches intermétalliques continues (ADC3 trempé pendant 16 h dans un bain d'AlSi9Cu3 à 650 °C), b) multicouches avec interface rugueuse et fragile (ADC3 trempé pendant 9 h dans un bain d'AlSi9Cu3 à 700 °C), c) couches intermétalliques discontinues (SMV3 trempé pendant 15 min dans un bain d'AS7G à 750 °C), d) corrosion hétérogène (SMV3 trempé pendant 2 h dans un bain d'AS7G à 750 °C)

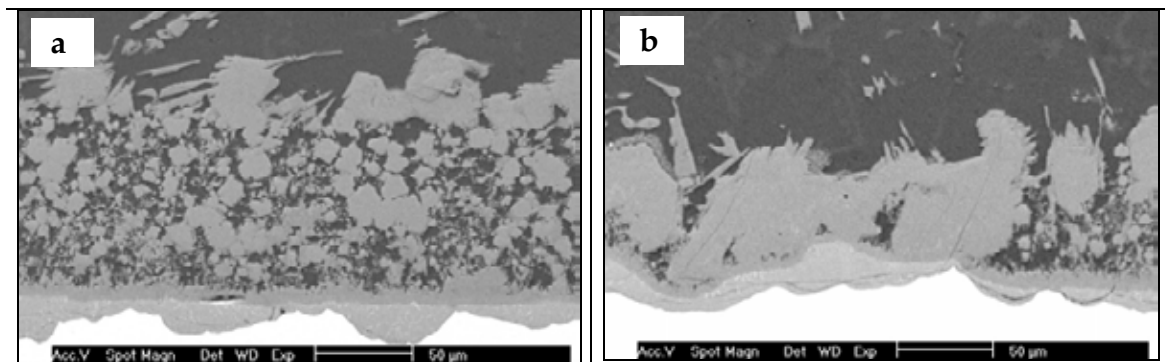


Figure III.4 : Morphologies de la couche d'alliage entre l'AS7G à 750 °C (2 h) et l'SMV3 (a) et l'ADC3 (b)

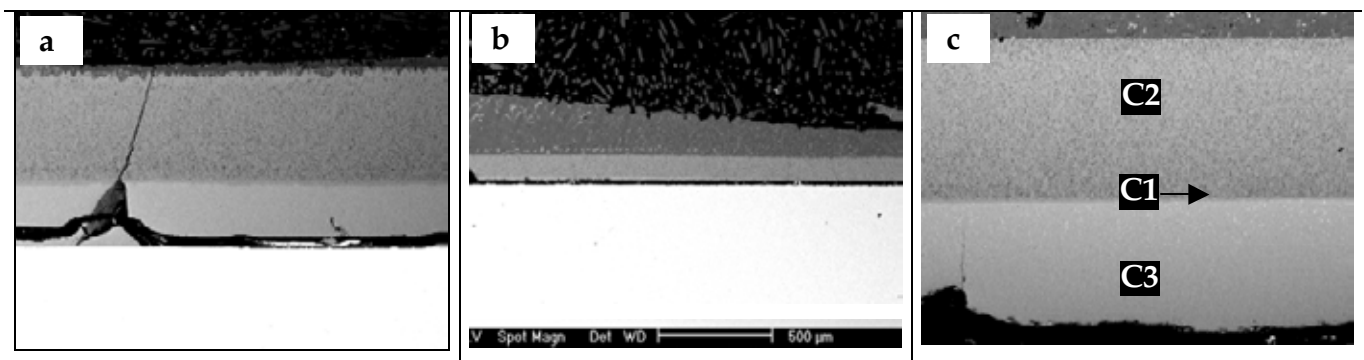


Figure III.5 : Morphologies de la couche d'alliage entre l'AlSi9Cu3 et l'ADC3
a) trempé à 600 °C pendant 100 h, b) trempé à 650 °C pendant 1 h et c) trempé à 650 °C pendant 100 h

L'interface avec l'acier présente toutefois une rugosité importante pour les températures de bain de 700°C (notamment à partir de 25 heures d'immersion), ce qui pourrait s'expliquer par un phénomène d'aluminisation hétérogène de l'acier (cf. Figure III.3.b et Figure III.4). L'étude de la cinétique de la croissance des couches sera présentée plus loin dans ce chapitre (cf. § III.3.3, p. 107).

On observe que des nuances d'acier différentes (ADC3 et SMV3) modifient légèrement la morphologie et l'épaisseur des phases formées, notamment lorsque la durée d'immersion est significative (1 h ou plus). Ces différences affectent principalement la couche (C2), qui présente des phases polygonales plus grosses et plus denses pour la nuance ADC3 (cf. Annexe B1).

Sundqvist constate également des différences de morphologie entre les phases intermétalliques formées lors de l'aluminisation de deux types d'aciers à outils (AISI H13 et QRO-90), dont la teneur en silicium est différente [4]. Bouayad rapporte pour sa part que, dans le cas des fontes, une augmentation de la teneur en silicium et en carbone diminue considérablement l'épaisseur des couches intermétalliques formées [5].

En revanche, dans le cas des essais aux températures inférieures à 700 °C en utilisant l'AlSi9Cu3, les frontières sont beaucoup plus franches et les couches sont mieux délimitées alors que l'interface acier/intermétallique reste quant à elle très rugueuse pour les essais à 700 °C (cf. Annexe B1). L'analyse morphologique et quantitative des produits d'aluminisation se restreint donc à ces essais. La couche d'alliage est dans ce cas-là (avec l'AlSi9Cu3) constituée d'au moins deux couches juxtaposées et d'une troisième couche, compacte et interne, révélée d'autant plus tôt que la température est plus élevée. Cette dernière couche, désignée par le repère 3, correspondant à son ordre chronologique d'apparition, apparaît à 700 °C dès la première heure d'immersion et présente beaucoup de fissurations, témoignant ainsi de sa fragilité. La couche compacte externe, désignée par (C1), est surmontée de la couche adjacente (C2) qui est très poreuse (couche composite [2, 3]). Ces couches (C1) et (C2) apparaissent quelles que soient les conditions expérimentales. L'épaisseur de la première semble approximativement constante quelles que soient les conditions d'immersion, alors que celle de la deuxième varie avec le temps et la température.

Les Figure III.6.a et b représentent une vue en coupe de l'échantillon trempé pendant respectivement une heure et quatre heures dans un bain d'AlSi9Cu3 à 600 °C. Cette micrographie montre que dans les premiers stades de l'interaction, la couche (C1) semble se décomposer dans la couche (C2) (cf. Figure III.6.a), témoignant de la diffusion de certains éléments de la couche compacte (C1) vers la couche composite (C2), en direction de l'alliage d'aluminium. Les deux couches présentent en effet des contrastes chimiques semblables, ce qui renforce cette hypothèse. Lorsque le processus est stabilisé, les deux couches présentent un aspect beaucoup plus homogène et la transition entre les deux couches est plus nette (cf. Figure III.6.b).

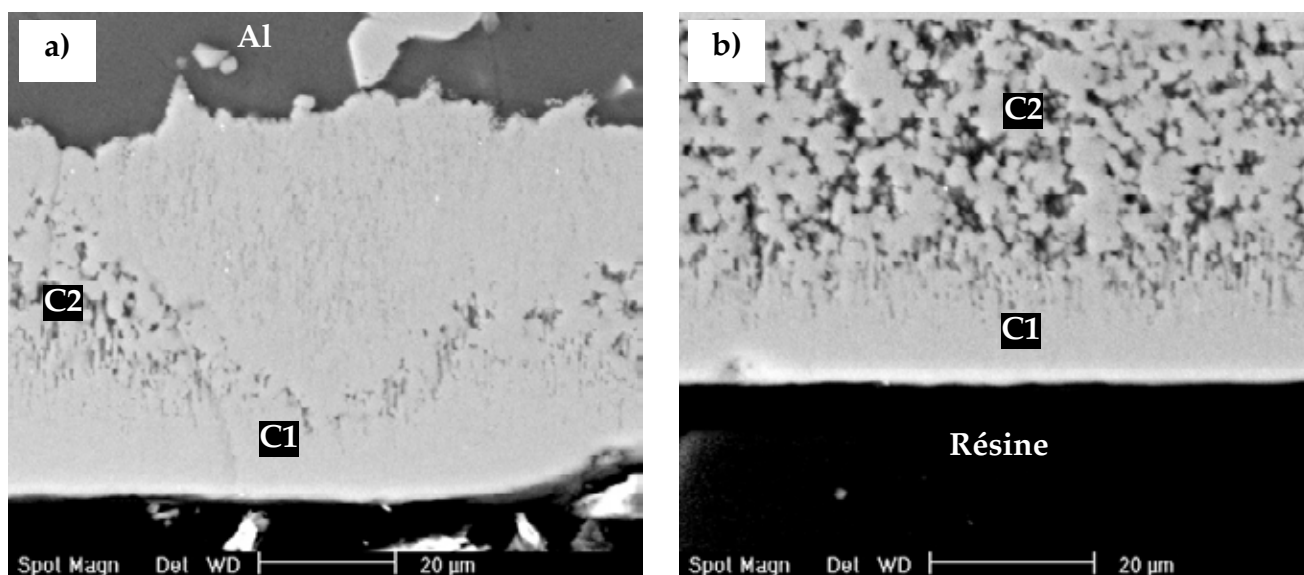


Figure III.6 : Vues détaillées de l'interface entre la couche interne compacte (C1) et la couche poreuse (C2). Éprouvette en ADC3 trempée dans un bain d'AlSi9Cu3 à 600 °C, pendant 1 heure (a), et 4 heures (b)

Les mêmes constatations ont été rapportées dans diverses études utilisant des alliages similaires [2, 4, 6, 7]. Fraser et al. [8] précisent que les mêmes phases composent les deux couches bien que leur système de cristallisation respectif soit différent. Une étude approfondie, menée quelques années plus tard, a cependant distingué plusieurs phases sur la base d'analyses par DRX [2]. Le rapport entre les épaisseurs de ces couches est révélé dépendre de la teneur en fer dans l'alliage d'aluminium qui elle-même est liée au taux de dissolution de la matrice [3]. En effet, Winkelman [3] considère la couche (C2) comme une « mise en suspension » dans l'alliage d'aluminium de la phase composant la couche (C1). Il introduit le terme de « zone de réaction » pour décrire ces phases intermétalliques dont la morphologie résulte d'une transformation graduelle d'une structure compacte en une structure fragmentée. Un enrichissement en fer du bain d'aluminium, en fusion, se traduit par une augmentation de l'épaisseur de la couche compacte (C1) au détriment de la couche composite (C2), qui s'accompagne d'une réduction de l'épaisseur équivalente totale. Winkelman définit ainsi la couche semi-solide comme une « couche flottante », due à la dissolution de l'intermétallique dans le métal. En effet, la vitesse de diffusion est ralentie à l'état solide, correspondant à une structure compacte (C1), qui est plus épaisse dans l'alliage riche en fer. Dans le cas où la couche (C1) est fine, la diffusion se fait alors principalement à travers la couche composite dont l'aspect poreux favorise le transport de matière et accélère par conséquent la dissolution de la couche intermétallique.

Des analyses par EDS ont montré que les porosités dans la couche (C2) (zones sombres sur la Figure III.6.b) sont riches en aluminium. La couche composite peut donc être considérée comme une solution solide. Le taux de porosité, mesuré par analyse d'images sur des micrographies MEB au grandissement $\times 1000$, est d'environ 19% dans la couche d'intermétalliques (C2), formée à 600 et 650 °C. Ce taux reste constant lorsque la durée d'immersion dans le bain augmente. Par contre, la répartition des porosités à 700 °C est moins homogène, la couche composite présentant des « bandes » de compacité plus forte (cf. Figure III.3.b). Le taux de porosité est donc globalement plus faible.

III.2.2.3. Cinétiques de croissance des couches intermétalliques

Les épaisseurs des couches intermétalliques ont été déterminées par analyse d'images pour les différents paramètres des essais. Le rétrécissement de l'échantillon (désigné par δ_{cor}), dû à la dissolution de la couche d'alliage dans le bain d'aluminium, a été mesuré en repérant la surface non-aluminisée de l'acier (surface de référence). δ_{cor} (corrosion) représente en effet le déplacement de l'interface acier/couche intermétallique par rapport à la surface de référence (non aluminisée), perpendiculairement à cette surface. Nous nous intéressons à la cinétique de croissance des couches intermétalliques, limitant toutefois l'analyse aux seuls essais utilisant l'alliage AlSi9Cu3.

L'évolution, en fonction du temps, de l'épaisseur des couches composite (C2), compacte interne (C3) et compacte intermédiaire (C1), ainsi que celle de la couche d'alliage (totale) pour chaque température d'essai sont représentées sur la Figure III.7. Les épaisseurs des couches intermétalliques des couches composite (C2), compacte interne (C3) et compacte intermédiaire (C1) sont respectivement désignées par $\delta_{(C2)}$, $\delta_{(C3)}$ et $\delta_{(C1)}$. L'évolution de la couche totale ($\delta_{tot} = \delta_{(C1)} + \delta_{(C2)} + \delta_{(C3)}$) est également présentée sur la Figure III.7

L'épaisseur de la couche (C1) demeure relativement faible et constante, quels que soient les paramètres expérimentaux (cf. Figure III.7 b, d et f). L'évolution de la couche totale est, par contre, sensible aux conditions d'aluminisation. Comme l'a déjà montré l'analyse microstructurale (cf. § III.2.2.2), l'épaisseur des couches (C2) et (C3) dépend de la température et de la durée d'immersion dans le bain. L'apparition des deux couches est séquentielle à 600 et 650 °C : les couches composite (C2) et compacte (C1) se forment d'abord, puis la couche compacte (C3) apparaît, pour une durée d'immersion inversement proportionnelle à la température (soit 25 h à 600 °C, et 9 h à 650 °C). À 700 °C, les couches apparaissent simultanément. Après l'apparition de la couche compacte (C3), la couche composite (C2) continue de croître, mais avec une vitesse considérablement réduite. Pendant que la croissance de la couche composite est ralentie, celle de la couche compacte semble accélérée de manière linéaire pour les températures 600 et 650 °C, alors que sa croissance est asymptotique à 700 °C. À cette température, les deux couches (C2 et C3) apparaissent dès la première heure d'immersion. L'épaisseur de la couche composite est cependant plus importante que celle de la couche compacte (C3). L'épaisseur de la couche totale augmente fortement avec la température jusqu'à 25 heures d'immersion, puis plus lentement au-delà.

Les courbes de cinétiques ainsi déterminées seront utilisées plus loin dans ce chapitre, afin de décrire les lois et mécanismes qui régissent la croissance des couches intermétalliques.

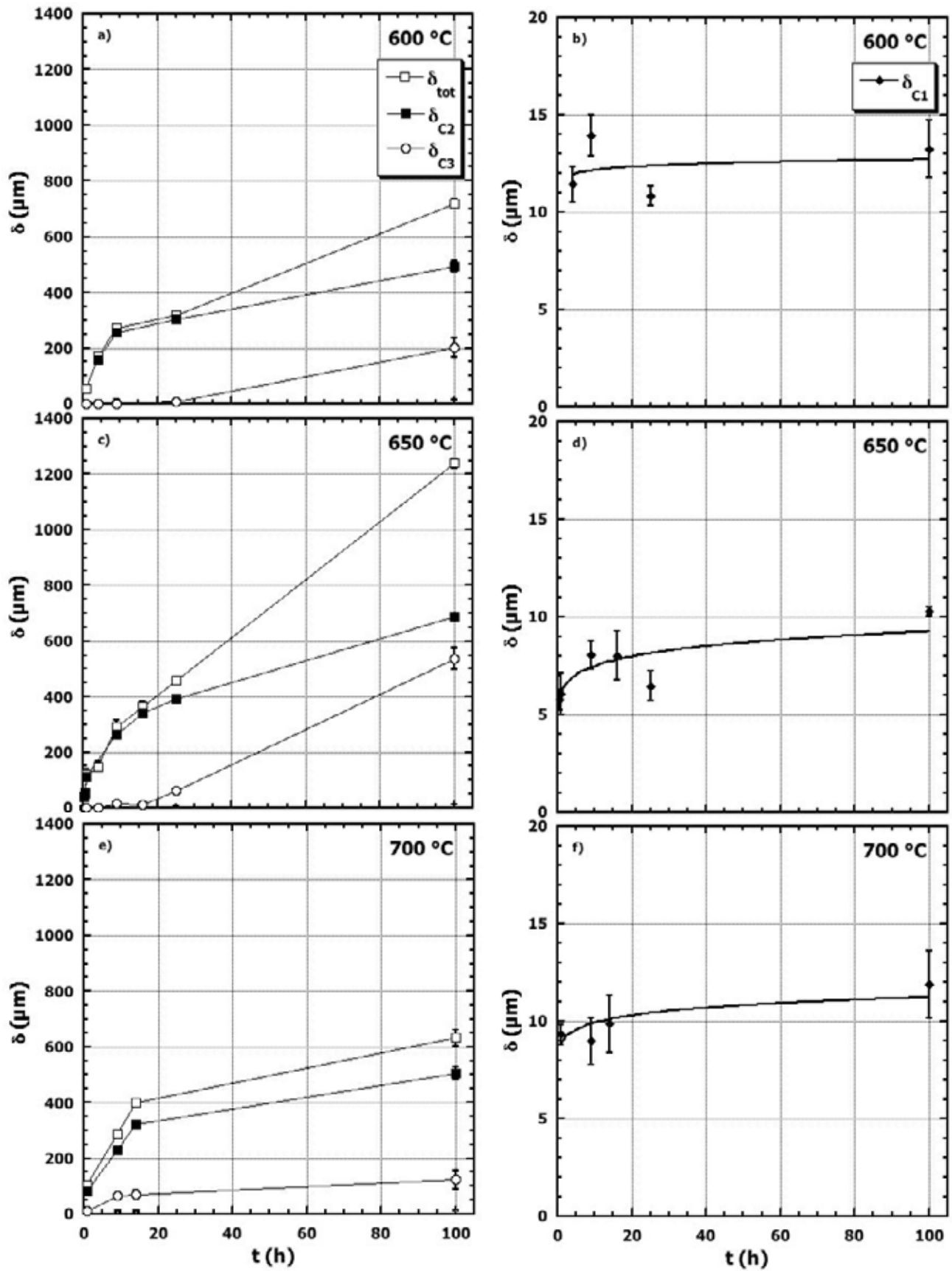


Figure III.7 : Évolution de l'épaisseur des couches intermétalliques (δ) en fonction du temps et de la température du bain (δ_{tot} est l'épaisseur totale de la couche d'alliage, δ_{C1} est épaisseur de la couche (C1), δ_{C2} est épaisseur de la couche (C2) et δ_{C3} est épaisseur de la couche (C3))

III.2.2.4. Propriétés mécaniques

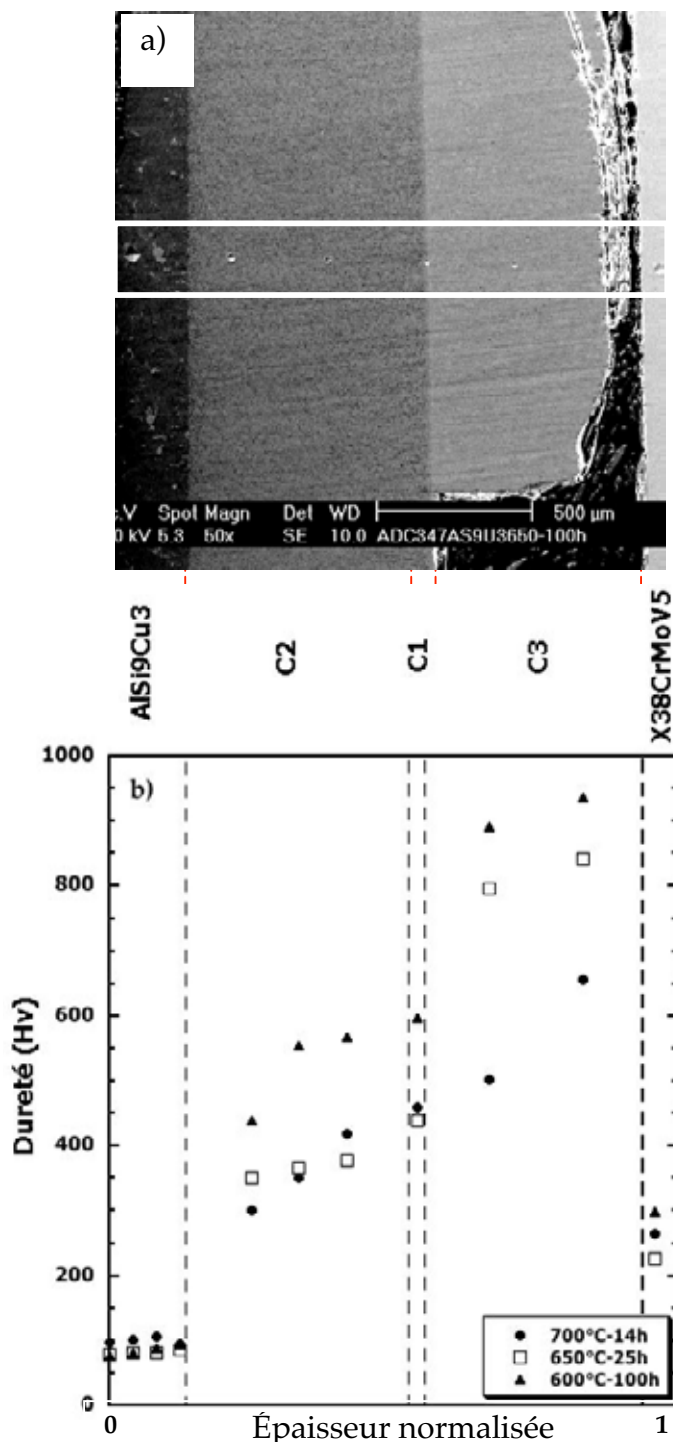
Les couches intermétalliques se distinguent les unes des autres par leur comportement mécanique. En particulier, les couches (C1) et (C3) (les plus proches de l'interface avec l'acier) présentent de nombreuses fissures, comme le montre la Figure III.3.b. Cela peut provenir de leur caractère fragile, d'éventuelles contraintes d'origine thermique, ou encore de l'expansion volumique. Il ne faut toutefois pas exclure que ces couches se fissurent lors de la préparation métallographique des échantillons. La caractérisation mécanique des couches par des mesures de micro-dureté peut apporter un élément de réponse.

Des filiations de micro-dureté ont été réalisées perpendiculairement à l'interface de réaction, depuis l'acier vers l'alliage d'aluminium (cf. Figure III.8). La charge appliquée est de 200 g en utilisant une empreinte Vickers. Le pas de l'indentation a été modifié en fonction de l'épaisseur des zones analysées. Pour les couches intermétalliques, les profils de micro-dureté ont été déterminés sur les éprouvettes pour lesquelles les trois couches (C1), (C2) et (C3) présentent une épaisseur suffisante pour contenir au moins une indentation. Les durées d'immersion satisfaisant à ce critère sont respectivement de 100, 25 et 14 heures pour les températures d'essai de 600, 650 et 700 °C. Pour simplifier la lecture du graphique, l'axe des abscisses de la Figure III.8.b a été normalisé, et exprime le rapport de la profondeur du point mesuré sur l'épaisseur totale de la couche d'alliage. Des profils de micro-dureté ont également été réalisés dans l'acier, sur une profondeur de 1 mm à partir de l'interface, avec un pas de 100 μm . Cette analyse a été effectuée pour les trois températures étudiées, et pour des durées d'immersion de 1, 9, 25 et 100 heures (cf. Figure III.8.c-e).

Quelle que soit la température considérée, on observe un gradient de dureté négatif en allant de l'interface avec l'acier vers l'alliage d'aluminium externe, en traversant successivement les couches intermétalliques (C3), (C1) et (C2) (cf. Figure III.8.b). On observe également une diminution globale de la dureté avec l'élévation de la température du bain. Ainsi, la dureté de la couche (C3) chute d'une valeur moyenne de 910 Hv pour $T = 600\text{ °C}$, à 580 Hv pour $T = 700\text{ °C}$, soit une perte de 36 %. La perte de dureté est cependant moindre entre 600 °C et 650 °C (environ 10 %). Le niveau de dureté élevé de la couche intermétallique interne (C3), qui peut approcher 1000 Hv pour l'essai à 600 °C (à proximité de l'interface avec l'acier), explique son caractère fragile et sa propension à se fissurer. Ces niveaux de dureté sont du même ordre que pour la phase $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$ [5, 9-11]. La dureté de la couche compacte intermédiaire (C1) est nettement moins élevée (entre 450 et 600 Hv), et celle de la couche composite (C2) encore moindre (entre 300 et 550 Hv). Pour les couches (C1) et (C2), si la dureté perd environ 150 Hv entre 600 et 650 °C, elle reste cependant stable entre 650 et 700 °C.

L'acier, dont la dureté initiale est d'environ 500 Hv, subit en effet un vieillissement statique lors de l'immersion dans le bain d'aluminium, entraînant une chute de sa dureté d'autant plus importante que la durée d'immersion est élevée (cf. Figure III.8.c-e). Ce phénomène, semble s'accélérer au-delà de 600 °C (température proche de celle de deuxième revenu cf. § II.2.1.2.2). En effet, au-dessus de cette température, on sait que le matériau s'adoucit selon la courbe illustrée dans la Figure II.8 (cf. Chap. II).

INTERMETALLIQUES



ACIER

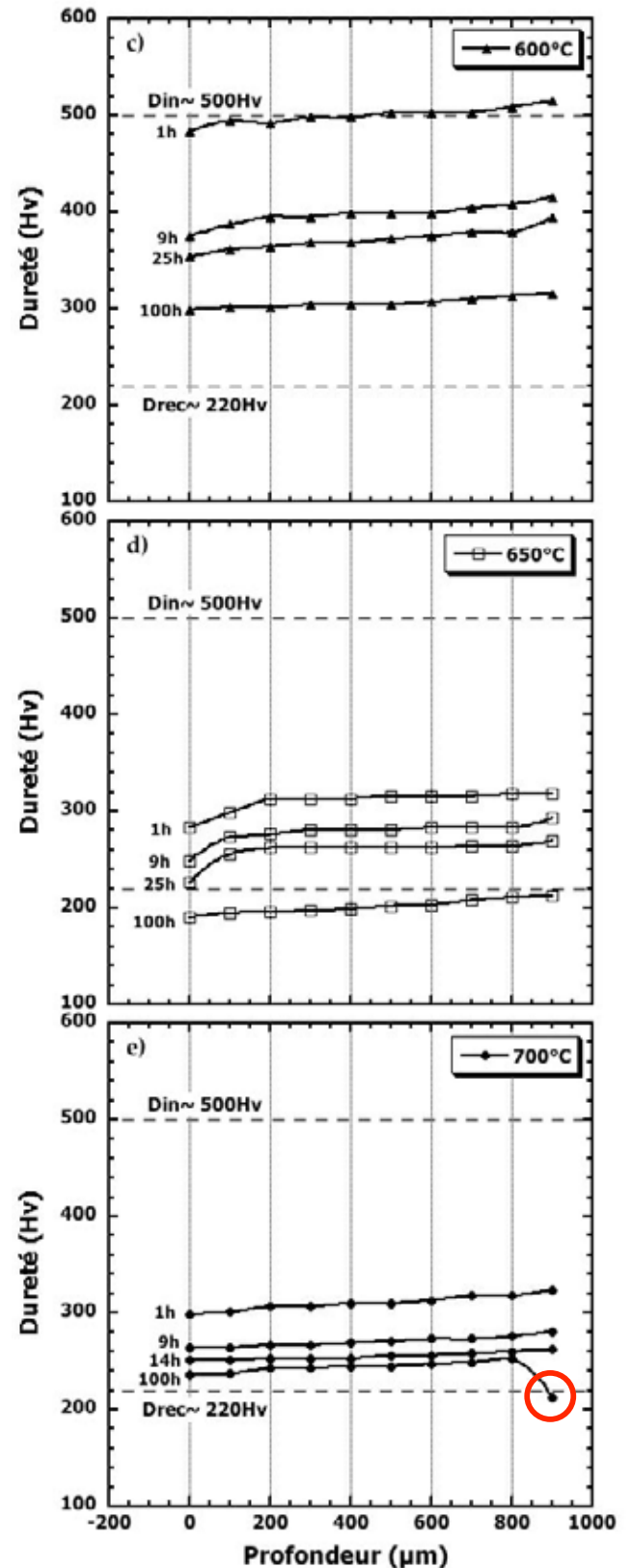


Figure III.8 : Résultats des mesures de micro-dureté réalisées sur les éprouvettes issues des essais de corrosion statique dans l'AlSi9Cu3. a) Exemple de filiation de dureté observé au MEB sur l'éprouvette trempée à 650 °C pendant 100 h, b) Gradient de dureté mesuré dans la couche d'alliage, c), d), e) Gradient de dureté mesuré dans l'acier, pour différentes températures et durées d'immersion
Din (dureté initiale de l'acier) = 500 Hv, Drec (dureté de l'acier à l'état recuit) = 220 Hv

Des essais de vieillissement statique, menés au laboratoire sur l'acier X38CrMoV5 (SMV3) à 47 HRC, entre 500 et 650 °C ont déjà mis en évidence ce phénomène [12]. Ainsi, ces expériences ont montré que le matériau s'adoucissait à partir de 550 °C. L'adoucissement à ce niveau de température reste tout de même très faible avec une perte de seulement de 10 HRC après 300 heures de traitement. À 600 °C, l'adoucissement jusqu'à 100 heures de chauffage évolue de manière similaire à celle constatée ici, mais avec un décalage entre les valeurs de dureté dûes à une différence de dureté initiale [12]. L'adoucissement de l'acier s'explique par une évolution de sa microstructure, provoquée par la redistribution et la morphologie des dislocations [13], la coalescence des carbures [13-16], ou par d'autres types de transformations métallurgiques survenant à très haute température. Ces phénomènes sont régis par des mécanismes thermiquement activés, comme la plasticité, l'inter-diffusion des atomes de carbone dans la matrice [14] et les transformations thermodynamiques selon le diagramme de phases. Les sollicitations thermique et mécanique, (couplée ou découplée), sont à l'origine de la déconsolidation cyclique ou statique de l'acier. En l'absence de contrainte mécanique, le phénomène d'adoucissement de l'acier observé dans notre cas est d'origine purement thermique. La proximité d'un environnement réactif, favorisant la diffusion des éléments constitutifs de l'acier, peut également contribuer à modifier la dureté superficielle de l'acier (comme pour les procédés de traitement de surface, et en particulier la nitruration). Les mécanismes sont souvent diffusionnels. Par comparaison avec les essais de vieillissement statique, où les duretés se stabilisent autour de 250 Hv à partir de 50 heures de traitement, l'acier trempé dans le bain d'aluminium est plus doux (particulièrement à proximité de la surface). La diffusion de part et d'autre des atomes d'aluminium et des éléments de la matrice peut être à l'origine de ces fluctuations de dureté en profondeur. L'analyse par EDS de l'acier révèle en effet la présence de traces d'aluminium jusqu'à une profondeur de 2 mm pour les longues durées d'immersion (100 h).

III.2.3. Identification des couches intermétalliques

Cette section présente les résultats des différentes analyses menées pour identifier les phases qui composent chaque couche intermétallique, pour les essais utilisant un bain d'AlSi9Cu3.

Les éléments chimiques constituant les couches intermétalliques ont été préalablement déterminés par spectroscopie à dispersion d'énergie du rayonnement X (EDS) au Microscope Électronique à Balayage. L'analyse par microsonde de Castaing a ensuite été utilisée dans certains cas pour caractériser plus finement les profils de concentration de ces espèces chimiques. Enfin, une présélection de composés stœchiométriques susceptibles d'être formés lors de l'interaction a été établie à partir de l'analyse des diagrammes d'équilibre de phases. L'analyse cristallographique par diffraction de rayons X (DRX) a enfin permis d'identifier sans ambiguïté les phases intermétalliques en présence. Les couches intermétalliques sont composées principalement d'atomes d'aluminium et de fer, mais elles peuvent éventuellement contenir des éléments constitutifs de l'alliage d'aluminium utilisé (comme le silicium, le chrome ou le cuivre dans l'AlSi9Cu3). L'analyse chimique sera donc restreinte à ces éléments.

III.2.3.1. Analyse par spectroscopie à dispersion d'énergie X (EDS)

Les couches ont été analysées en partant du substrat (acier) vers la couche d'alliage externe. Ces analyses n'ont été menées que pour les échantillons de durées d'immersion extrêmes (c'est-à-dire 1 et 100 heures), pour les trois températures étudiées. Pour chaque couche intermétallique, le pourcentage massique de chaque élément identifié est reporté dans le Tableau III.2.

T (°C)	t (h)	Couche	Position	Élément (% massique)					
				Al	Fe	Si	Cr	Mn	Cu
600	1	C1		60.03	22.41	13.51	1.85	1.54	0.63
		C2		68.69	19.26	7.15	1.71	2.97	0.19
	100	C3	In	60.03	34.58	2.13	2.29	0.25	0.51
			Ex	57.87	33.60	5.99	2.00	0.10	0.41
		C1		60.13	23.51	13.49	1.43	0.69	0.73
		C2	In	67.72	15.50	10.54	1.81	2.97	1.43
			Ex	65.63	15.27	12.64	1.49	3.86	1.09
650	1	C1		60.50	21.61	15.73	1.42	0.24	0.48
		C2		68.08	15.14	10.84	1.92	2.44	1.57
	100	C3	In	60.29	35.02	2.24	1.93	0.15	0.35
			Ex	58.52	32.78	6.02	2.12	0.00	0.55
		C1		60.18	23.13	14.02	1.41	0.46	0.79
		C2	In	69.78	14.69	10.25	2.05	2.30	0.9
			Ex	67.87	11.88	13.85	1.92	3.60	0.85
700	1	C3		55.68	33.36	7.70	1.99	0.33	0.91
		C1		60.66	22.92	14.27	1.14	0.49	0.51
		C2	In	76.02	11.02	8.30	1.71	1.00	1.93
	100	C3	In	60.99	34.32	1.94	1.96	0.00	0.77
			Ex	57.89	33.49	6.11	1.81	0.18	0.49
		C1		62.42	22.08	12.83	1.49	0.51	0.66
		C2	In	62.76	10.97	22.25	1.80	1.06	1.13
			Ex	72.82	10.51	9.84	2.27	1.55	3.00

Tableau III.2 : Composition chimique des couches intermétalliques (C1), (C2) et (C3), déterminées par l'analyse EDS/MEB pour les différentes températures et durées d'essai (les couches sont présentées de haut en bas, en partant de l'acier vers l'alliage d'aluminium, In et Ex désignant respectivement les positions interne et externe des zones analysées en se déplaçant de l'acier vers l'alliage d'aluminium)

Dans le cas des essais à 100 heures d'immersion, deux analyses sont systématiquement effectuées dans les couches (C2) et (C3) ; la première (désignée par « In » dans le tableau) correspond à la zone proche de l'interface interne (vers l'acier), la seconde (« Ex ») à la zone proche de l'interface externe (vers l'alliage d'aluminium).

Dans la couche (C1), les proportions des éléments Al, Fe, Si, Cr et le Cu sont presque identiques quelles que soient les conditions d'essai. On note cependant que pour l'essai à 600 °C et 1 heure d'immersion, la proportion de manganèse est quasiment triplée par rapport aux autres essais.

Ce cas particulier se distingue également par le fait que les couches (C1) et (C2) sont inter-pénétrées, et la couche composite présente un aspect beaucoup plus compact que dans les autres cas.

Dans la couche (C2), la teneur en certains éléments chimiques évolue avec le temps d'immersion, mais semble être peu influencée par la température de l'essai. Pour une même température d'essai, on observe que la prolongation de la durée d'immersion de l'éprouvette dans le bain entraîne une diminution de la teneur en fer et une augmentation du silicium.

On observe également un gradient de composition dans l'épaisseur pour les couches (C2) et (C3). En effet, au fur et à mesure que l'on s'éloigne de l'interface interne, on observe une augmentation systématique de la teneur en manganèse dans la couche (C2), ainsi que de très légères variations des autres éléments. Quant à la couche (C3), elle présente un léger appauvrissement en aluminium et une nette augmentation du silicium à proximité de la couche (C1).

L'analyse EDS/MEB sans standard permet une appréciation semi-qualitative des compositions chimiques des couches intermétalliques. Les résultats ainsi obtenus ne sont pas donc exploités pour définir les stœchiométries des phases intermétalliques formées.

III.2.3.2. Analyses par microsonde et thermodynamique

Les résultats de l'analyse par microsonde sont représentés sur la Figure III.9. Les mesures sont effectuées sur l'éprouvette trempée à 650 °C pendant 100 heures, en partant de l'acier vers l'alliage d'aluminium (de la gauche vers la droite sur la figure).

Les profils déterminés par la microsonde corroborent les résultats des analyses par EDS. On observe une augmentation graduelle de la teneur en aluminium et en silicium, qui s'accompagne d'une forte diminution de la teneur en fer.

Dans la couche (C3), on observe une augmentation progressive de la teneur en silicium et une légère réduction de la teneur en aluminium, en direction de l'interface avec la couche (C1). La teneur en fer demeure constante, avec parfois des pics qui correspondent selon les cas à la traversée de précipités intermétalliques à base de fer et de silicium, ou à une discontinuité dans la couche (fissure). Les précipités intermétalliques se forment plutôt à proximité de l'interface (C3/C1). La micrographie illustrée sur la Figure III.10 montre en effet distinctement la présence de ces précipités dans la couche (C3) (phases plus claires ou plus foncées selon leur composition).

Dans les couches les plus épaisses, (C2) et (C3), la teneur en chrome fluctue, alors qu'elle reste relativement stable dans la couche (C1). En moyenne, elle passe de 5 % (en masse) dans l'acier à environ 2,3 % dans les couches (C3) et (C2). La concentration en chrome est relativement faible dans la couche (C1) (avec une valeur moyenne de l'ordre de 2,0 %). Le cuivre est complètement absent dans la couche (C3), et présent en faible quantité (< 2 %) dans les couches (C1) et surtout (C2). Cela s'explique par sa proximité immédiate avec l'alliage d'aluminium. Pour identifier le chemin de diffusion ainsi que les phases intermétalliques, les résultats de l'analyse par microsonde ont été superposés sur une coupe isotherme (600 °C) du système ternaire Fe-Al-Si (cf. Annexe B2), à l'aide du logiciel ProSim-Ternery® (cf. Figure III.11).

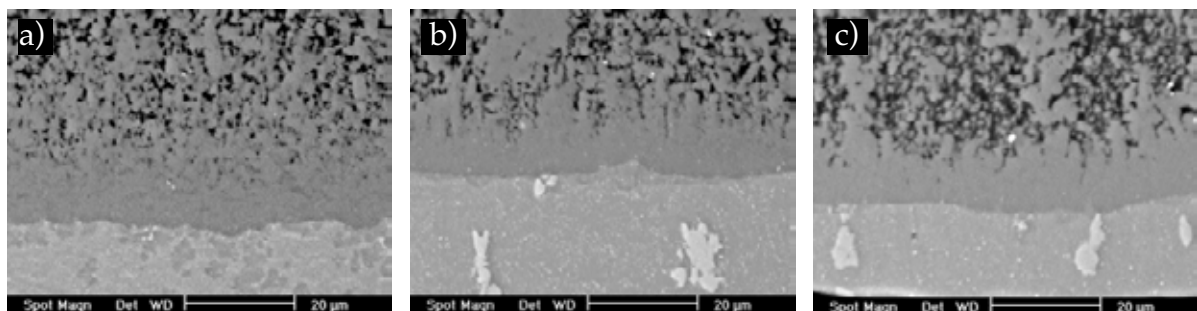
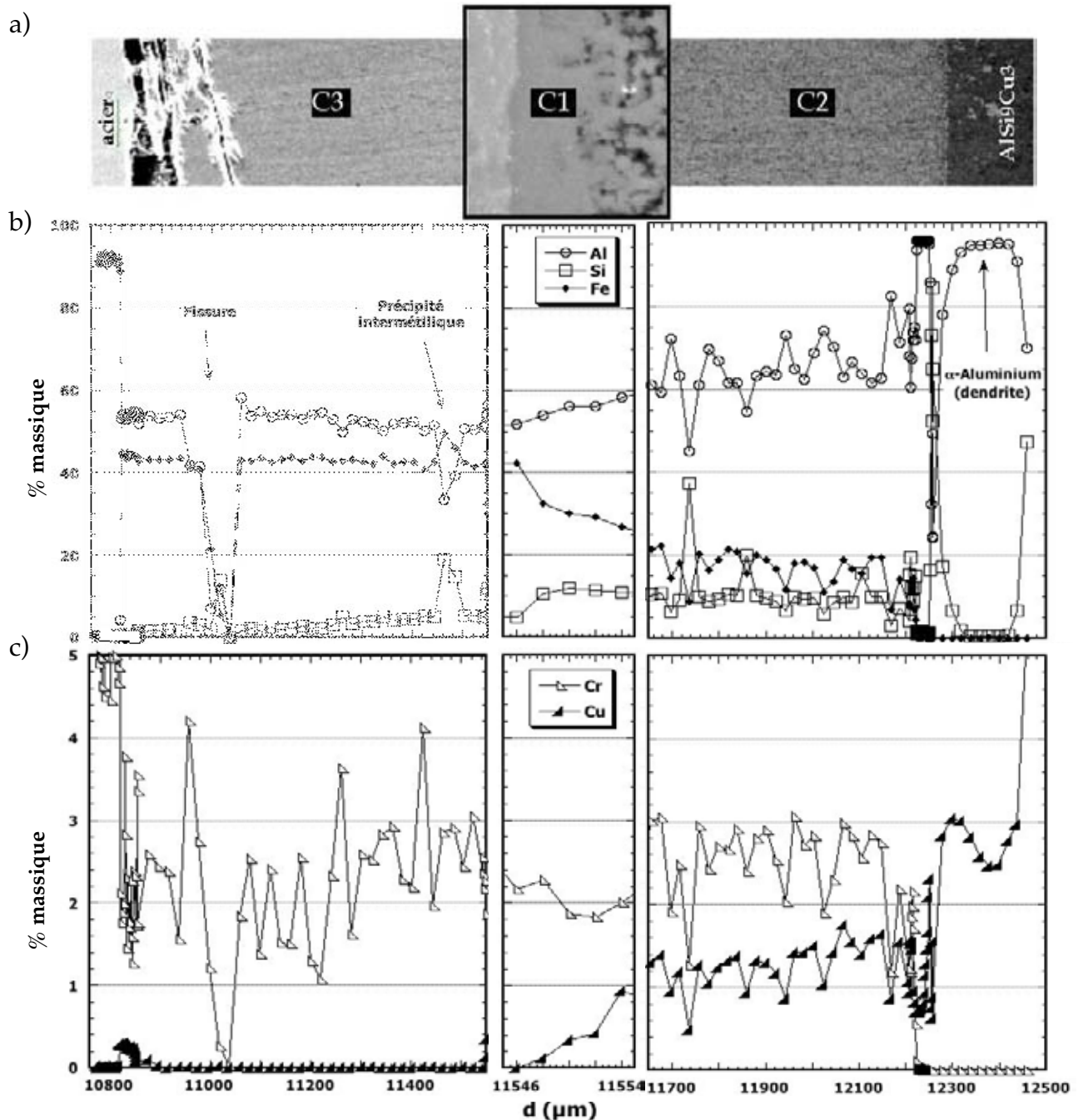


Figure III.10 : Précipités intermétalliques formés dans la couche compacte (C3), près de l'interface avec la couche (C1) (MEB/BSE), échantillons trempés pendant 100 heures à 600 °C (a), 650 °C (b) et 700 °C (c)

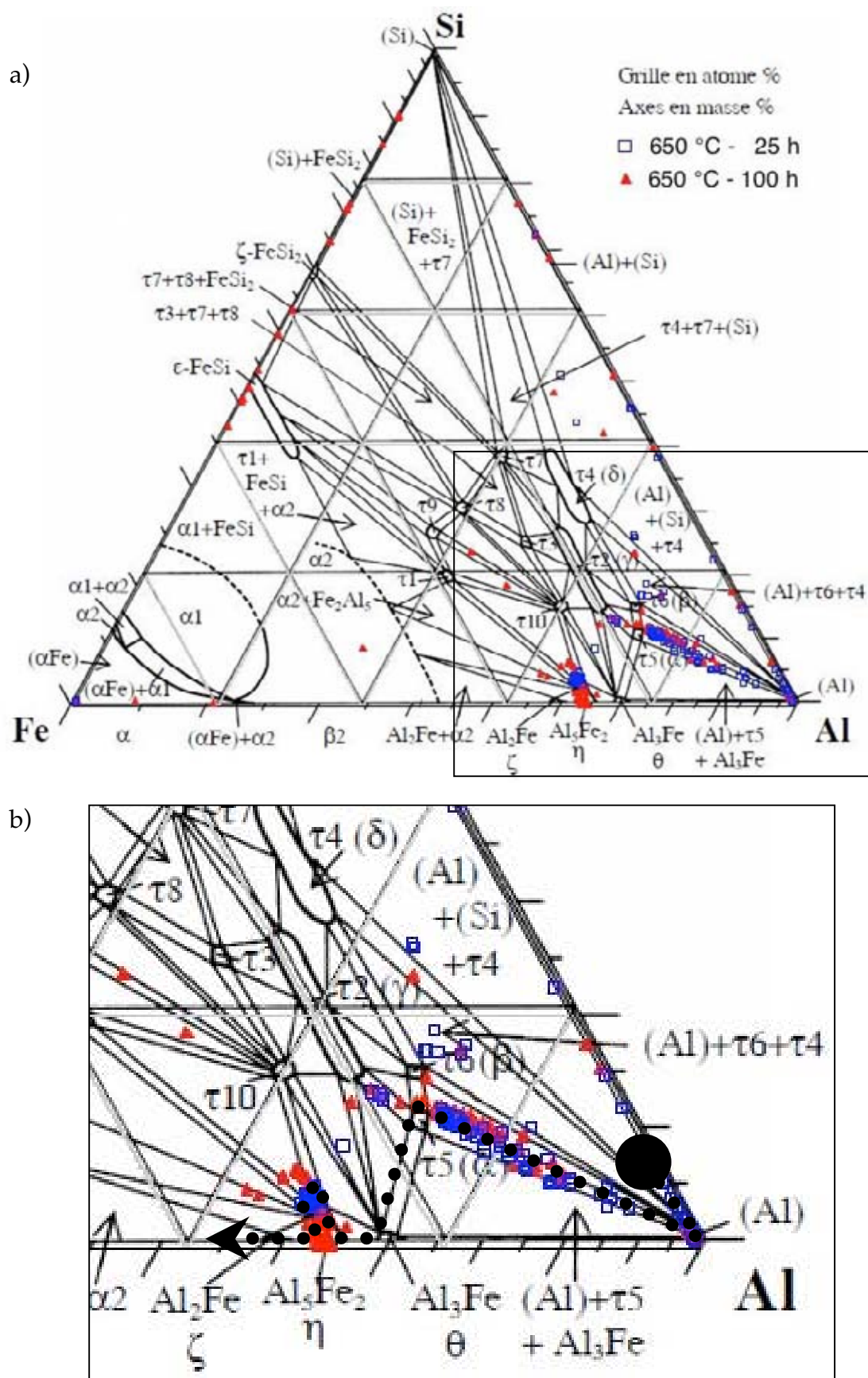


Figure III.11 : Superposition de la position des points correspondant aux compositions chimiques déterminées par la microsonde sur la coupe isotherme du système ternaire (Al-Fe-Si) à 600 °C [5] (a),
 Détail de la zone riche en aluminium (b) (échantillons trempés à 650 °C pendant 25 et 100 heures).
 Le parcours en ligne (discontinue) désigne le chemin de diffusion de l'alliage d'aluminium vers l'acier

On remarque sur cette figure que les phases se concentrent principalement dans deux zones distinctes du diagramme :

- ✓ Dans le domaine triangulaire délimité par l'aluminium et les phases $\tau_5(\alpha)$ et le $\tau_6(\beta)$ (de stœchiométries respectives $\text{Al}_7\text{Fe}_2\text{Si}$ ou $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$, et Al_5FeSi ou $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$) ;
- ✓ Dans le domaine de la phase $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$, et majoritairement à la frontière de la phase.

D'autres points figurent sur le diagramme se situant sur les axes binaires riches en silicium pour la durée d'immersion de 100 h, et riche en aluminium pour le cas de 25 h de trempé. Elles indiquent ainsi la présence des précipités intermétalliques binaires à base d'Al-Si ou de Fe-Si ainsi que du silicium pur (eutectique dans l' AlSi9Cu3). Ces composés sont toutefois en moindres proportions.

La première zone se situe du côté riche en aluminium et représente ainsi les phases constituant la couche composite (C2), la seconde zone riche en fer et contenant du silicium se situe plutôt du côté du substrat ferreux.

Les analyses chimiques et microstructurales présentées précédemment montrent que les couches formées à 600 et 700 °C ne sont pas très différentes de celles formées à 650 °C, mises à part quelques différences morphologiques et de comportement mécanique observées à haute température. Ces différences concernent la rugosité de l'interface avec l'acier, l'hétérogénéité de la distribution des porosités dans la couche composite, et la chute de la dureté des phases intermétalliques. Cela n'influe pas sur la nature globale des couches, qui présentent des compositions chimiques et des structures très similaires. On peut donc supposer que les mêmes phases détectées à 650 °C se retrouvent aux autres températures. Cette hypothèse devrait être validée par l'analyse des conditions thermodynamiques de formation des phases identifiées en se basant sur les diagrammes d'équilibre, dans le domaine de températures investigué.

Sur la Figure III.12 sont reportés et schématisés les chemins de réaction et de diffusion du couple Fe-Al-13,5 % Si dans une plage de températures comprise entre 600 et 760 °C [17]. Pontevichi et al. [17] déterminent des séquences réactionnelles quasiment identiques entre 600 et 700 °C (cf. Figure III.12.a). La présence des phases intermétalliques binaire $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$ et ternaire $\tau_5(\alpha)$, ainsi que celle de l'aluminium sont bien confirmées. Toutefois, à partir de 690 °C, la phase $\tau_6(\beta)$ ne figure ni dans les séquences de réaction, ni dans le chemin de diffusion. L'absence des phases α_2 et τ_{11} , ainsi que de la phase γ aux températures inférieures à 650 °C, est également établie [17]. De plus, la phase τ_6 n'est stable qu'en dessous de 667 °C (cf. Figure III.13.a). En revanche, elle peut cristalliser durant le refroidissement suivant les séquences de solidification listées en Figure III.13.b. Sa formation est alors tout à fait possible, même après un essai à température élevée. Maitra et al. constatent également sa présence lors d'un traitement de diffusion à 800 °C et à 900 °C [18].

Les deux coupes isoplèthes présentées en Figure III.14 pour les alliages d'aluminium à 7 % et à 13,5 % de Si (teneurs en silicium encadrant celle de l'alliage utilisé dans nos essais) corroborent le chemin de solidification détaillé dans la Figure III.13.a. On remarque que l'augmentation de la teneur en silicium de 7 % à 13,5 % a pour effet de déplacer la frontière limite de la température de formation de la phase $\tau_6(\beta)$ de 615 °C à 667 °C.

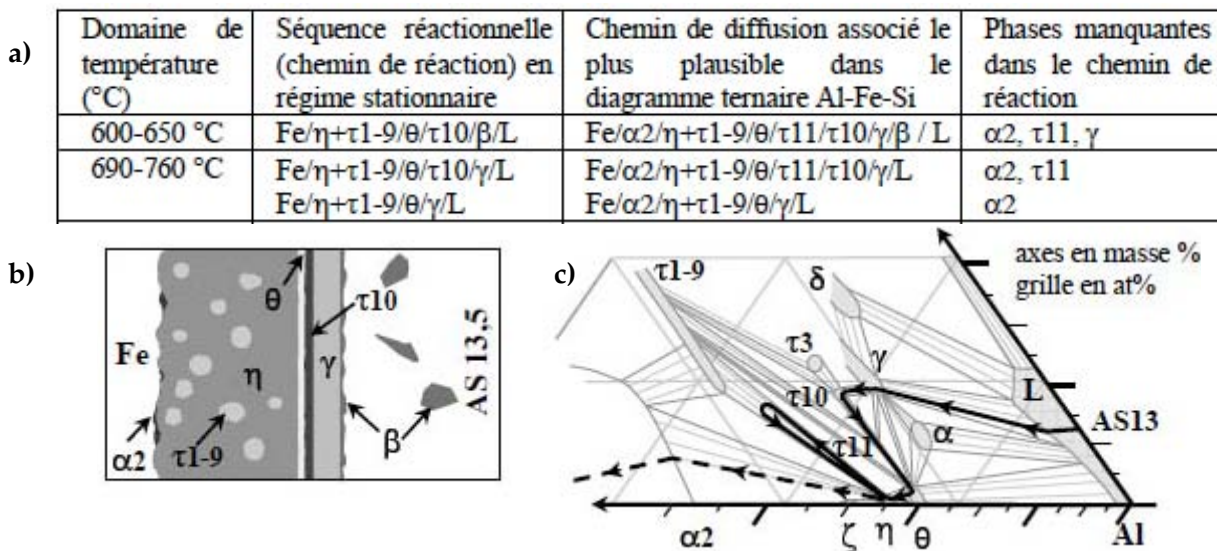


Figure III.12 : Chemins de réaction et de diffusion possibles pour le couple Fe-Al-13,5 % Si, entre 600 et 800 °C : a) Séquences réactionnelles, b) Zone de réaction formée à 727 °C entre Fe et Al-13,5 % Si, c) Chemin de diffusion correspondant sur l'isotherme (Al-Fe-Si) [17]

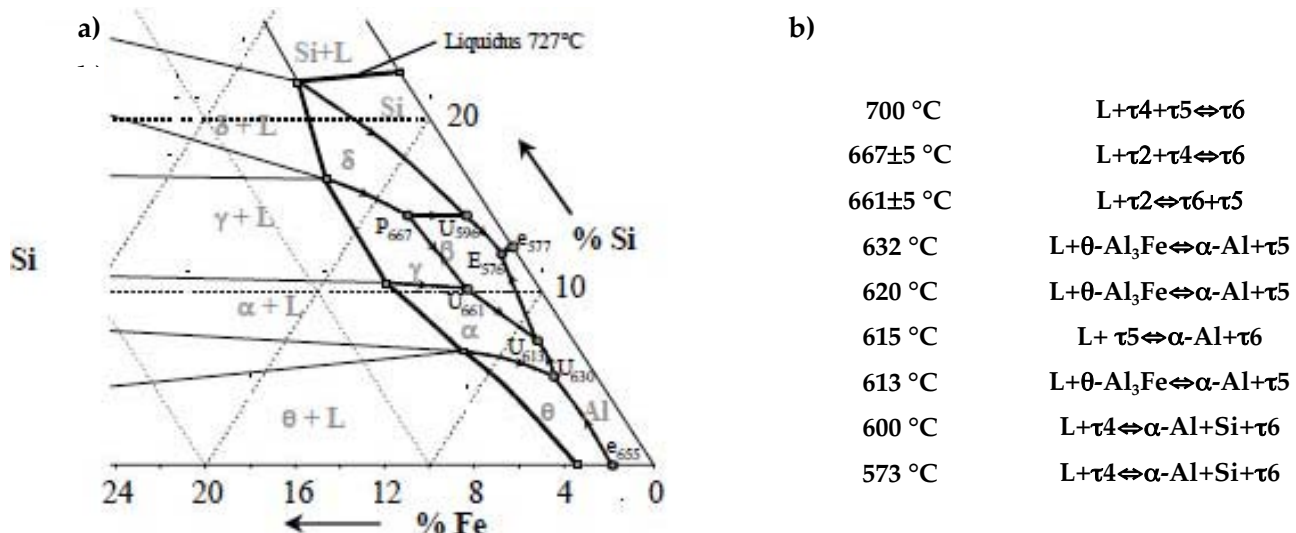


Figure III.13 : Projection polythermique du liquidus à $T < 727$ °C [17] (a) ; Réactions invariantes du système ternaire Al-Fe-Si [17, 18] (b)

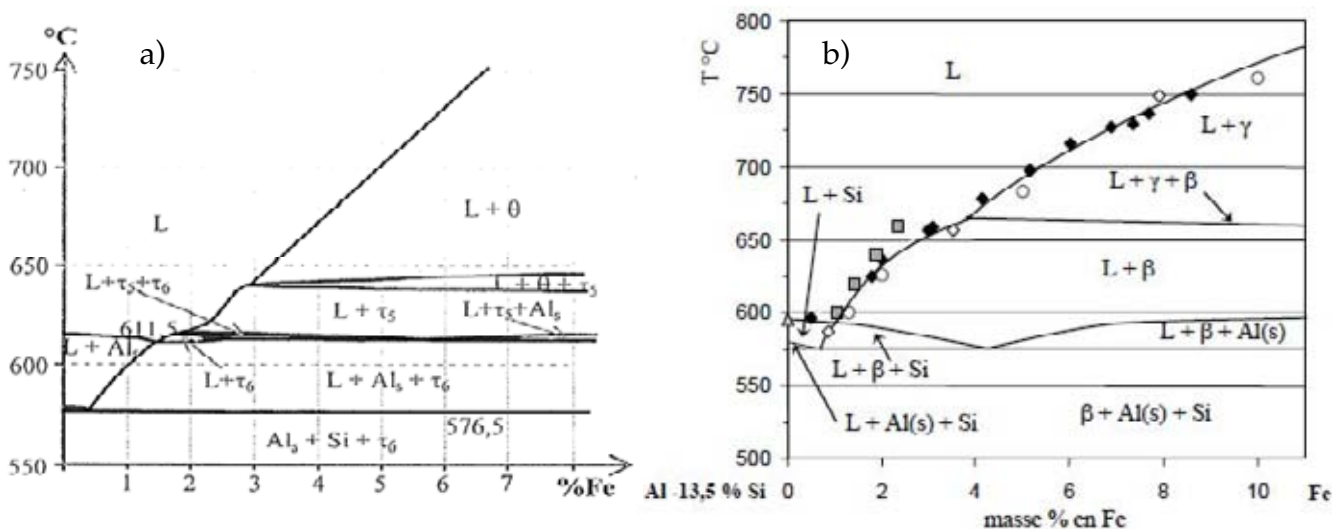


Figure III.14 : Coupe isoplèthe du système (Al-Fe-Si) à 7 % (mass.) de Si [5] (a) et 13,5 % de Si [17] (b)

Bien qu'elle ne se forme pas à haute température, la phase τ_6 peut néanmoins cristalliser lors de la solidification de mélanges riches en aluminium et en silicium. Dans nos essais, le refroidissement lent (~ 30 °C/min) des éprouvettes à l'air libre favorise sa formation à 650 °C et 700 °C pendant la solidification. Ceci est en particulier vérifié dans le revêtement, où des composés intermétalliques de forme allongée (en aiguille) avec une composition chimique proche de la phase τ_6 , ont été observés pour tous les essais.

Dans le cas des essais à longue durée d'immersion, les différentes analyses chimiques réalisées dans la couche d'alliage révèlent que les couches intermétalliques sont composées principalement des phases suivantes : τ_5 , τ_6 et $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$, indépendamment de la température. Les phases τ_5 et τ_6 sont riches en aluminium et contribuent potentiellement, avec l'aluminium $\alpha\text{-Al}$, à la formation de la couche composite (C2). Ces phases peuvent également se former dans le revêtement, grâce à la diffusion du fer dans l'aluminium. La couche $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$ compose naturellement la couche contiguë à l'acier (C3). Les phases ternaires (Al-Fe-Si) et binaires (Al-Fe), ainsi que les précipités intermétalliques à base de Fe-Si, peuvent aussi être présents dans les différentes couches de l'alliage et du revêtement.

III.2.3.3. Analyse par diffractométrie des rayons X (DRX)

L'analyse par la DRX est menée afin de confirmer la présence des phases déterminées précédemment. Pour identifier les phases à partir des spectres de DRX, nous nous référons aux travaux de Chen et al. [2] et de Shankar et al. [1]. En effet, les conditions expérimentales et les alliages métalliques utilisés dans ces travaux sont très proches des nôtres (en particulier la deuxième référence). Les deux auteurs utilisent la même nuance d'acier « AISI H13 », qui se différencie de la nuance « AISI H11 » utilisée dans nos essais par une teneur en vanadium légèrement plus élevée (1,0 % massique pour Chen et al., et 0,4 % massique pour Shankar et al.). En ce qui concerne la composition du bain, Chen et al. utilisent l'alliage d'aluminium AlSi11Cu3 (à 11 % de Si), et Shankar et al. l'alliage AlSi9Cu3 (à 9 % de Si). Les températures d'aluminisation sont cependant très différentes, respectivement égales à 680 °C et 625 °C. Dans les deux cas, l'analyse microstructurale de l'interface établit la présence des trois couches intermétalliques : une couche poreuse contiguë à l'alliage d'aluminium, et deux couches compactes du côté du substrat. Bien que l'analyse des couches principales (compacte interne et poreuse externe) donne des résultats identiques, les auteurs divergent quant à l'identification des phases composant la couche compacte intermédiaire.

Une liste des phases possibles a été préalablement établie à partir des fiches « JCPDS » données dans les deux références. Ensuite, les pics de diffraction mis en évidence dans les diffractogrammes sont identifiés par comparaison avec les fiches sélectionnées.

Les phases susceptibles d'être formées au cours de l'interaction entre l'aluminium et l'acier, ainsi que les fiches « JCPDS » correspondantes, sont regroupées dans le Tableau III.3. La dernière colonne indique les symboles reportés sur les spectres pour désigner les phases identifiées.

Phase	N° Fiche JCPDS	Structure cristalline	a	b	c	α	β	γ	Symbole
			Paramètres de maille			Angle (°)			
α -Fe	06-0696	Cubique	2,8664	2,8664	2,8664	90,0	90,0	90,0	★
β 1-Fe3 Al	50-0955	Cubique	5,8152	5,8152	5,8152	90,0	90,0	90,0	✱
β -Fe Al	33-0020	Cubique	2,8954	2,8954	2,8954	90,0	90,0	90,0	♥
ζ -Fe Al2	33-0019	-	7,6090	19,9160	4,8690	89,4900	122,650	90,540	✕
η -Fe2 Al5	47-1435	Orthorombique	7,6486	6,4131	4,2165	90,0	90,0	90,0	●
η -Fe2 Al5	01-1228	Monoclinique	9,9100	10,8110	8,8240	90,0	120,0	90,0	
θ -Fe4 Al13	38-1147	Monoclinique	15,500	8,0721	12,4730	90,0	107,731	90,0	▲
Fe4 Al13	47-1420	Rhombohédrique	14,2078	14,2078	7,5472	90,0	90,0	120,0	■
α - (Fe,Al, Si)	20-0030	Hexagonale	12,,400	12,400	26,100	90,0	90,0	120,0	✚
τ 5-Fe2 Al8 Si	41-0894	Hexagonale	12,4056	12,4056	26,2360	90,0	90,0	120,0	✚
τ 6-Fe Al5 Si	49-1499	Monoclinique	5,7920	12,2730	4,3130	90,0	98,93	90,0	◆
α -Al	04-0787	Cubique	4,0494	4,0494	4,0494	90,0	90,0	90,0	☆
α -Si	77-2108	Cubique	5,4198	5,4198	5,4198	90,0	90,0	90,0	⊛

Tableau III.3 : Liste des fiches « JCPDS » et paramètres de maille des phases intermétalliques susceptibles d'être formées par interaction entre l'acier et l'alliage d'aluminium-silicium

L'analyse par DRX est effectuée sur des échantillons préparés en coupe (surfaces polies miroir), dans une zone comprenant l'ensemble des couches intermétalliques. Les échantillons sélectionnés correspondent aux essais avec la durée d'immersion maximale (100 heures), pour les trois températures de bain. Pour l'échantillon trempé à 650 °C pendant 100 heures, l'analyse a également été réalisée en surface des parties séparées lors de la découpe. Le décollement s'est produit en effet à l'interface entre l'acier et la couche d'étamage. A priori, cette interface est supposée correspondre à la fissure produite dans la couche compacte (C3), telles que le montrent les micrographies illustrées en Figure III.5.a. L'analyse par DRX est effectuée en configuration « Bragg-Brentano (θ/θ) », avec une tension de 40 kV et un courant d'excitation de 40 mA. Le balayage est réalisé entre 20 et 90 °, avec un pas de 0,08 °.

La Figure III.15 représente les diffractogrammes résultants de l'analyse des échantillons, pour les trois températures d'essai (600, 650 et 700 °C). Les axes des abscisses et des ordonnées portent respectivement l'angle de diffraction (« 2θ ») et l'intensité (en nombre de coups). Les pics correspondant aux phases intermétalliques identifiées se situent principalement dans l'intervalle angulaire ($20^\circ < 2\theta < 50^\circ$).

On observe que les diffractogrammes présentent globalement les mêmes pics de diffraction (positions identiques sur le spectre), quelle que soit la température de l'essai. L'intensité de certains pics varie toutefois d'une température à l'autre. Le diffractogramme relatif à l'échantillon trempé à 650 °C pendant 100 heures contient aussi davantage de pics, et révèle par conséquent l'ensemble des phases produites à l'issue de l'interaction. Ce diffractogramme sera donc utilisé comme référence dans l'étude comparative qui suit.

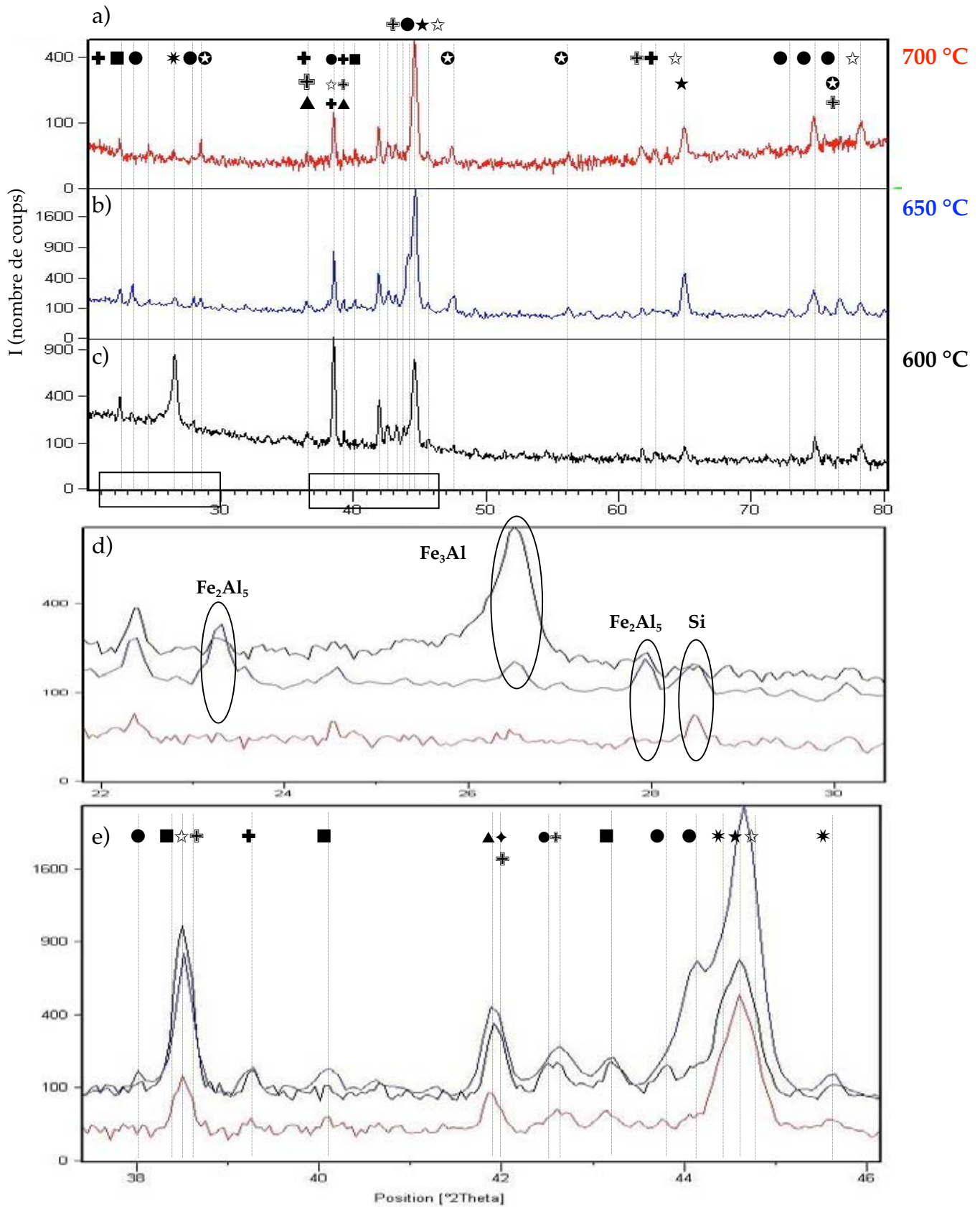


Figure III.15 : Analyse des diffractogrammes obtenus sur des échantillons trempés dans un bain d'AlSi9Cu3 à 600 (noir), 650 (bleu) et 700 °C pendant 100 heures : a-c) Intervalle angulaire $[0^{\circ} < 2\theta < 80^{\circ}]$, d) Intervalle angulaire réduit $[22^{\circ} < 2\theta < 30^{\circ}]$, e) Intervalle angulaire réduit $[38^{\circ} < 2\theta < 46^{\circ}]$ (liste des symboles répertoriés dans le Tableau III.3)

Outre la phase α -Al et la ferrite (α -Fe), des pics de forte intensité, correspondant au silicium pur, sont détectés. Les autres pics principaux correspondent à des phases isomorphes, à savoir η -Al₅Fe₂ (de structure orthorhombique), θ -Al₃Fe (sous forme de Al₁₃Fe₄), et α -(Al,Fe,Si) (c'est-à-dire τ_5 , de structure hexagonale ou cubique).

Le domaine de composition de la phase ternaire (τ_5) est 57-62 % d'Al, 29-33 % de Fe, et 7,5-11,5 % de Si (en masse) [9]. Selon la stœchiométrie, elle peut cristalliser sous différents systèmes (cf. Tableau III.4). La phase de maille cristalline hexagonale (avec $a = 12,3 \text{ \AA}$ et $c = 26,2 \text{ \AA}$) se transforme en cubique centré en présence de très faibles quantités d'impuretés ou par addition de chrome, de cuivre, de manganèse ou de vanadium [2, 9, 19]. La composition chimique de la phase hexagonale, de stœchiométrie Al₈Fe₂Si et désignée par α_H -(Al,Fe,Si), demeure toutefois très proche de phase de stœchiométrie Al₁₂Fe₃Si, désignée par α_{bcc} -(Al,Fe,Si). Cette dernière, de maille cubique (avec un paramètre de maille $a = 12,648 \text{ \AA}$), est isomorphe de la phase ternaire Al₁₂Mn₃Si-(Al,Mn,Si), de maille cubique « Pm3 » ($a = 12,682 \text{ \AA}$) [9].

En se basant sur cette analyse, Chen et al. identifient les phases composant la couche composite (C2) et la couche compacte (C1) comme étant respectivement composées de α_{bcc} -(Al,Fe,Si) et de α_H -(Al,Fe,Si). Les auteurs s'appuient d'une part sur les résultats de l'analyse par DRX, qui a révélé la présence de phases isomorphes à celles-ci, et d'autre part l'analyse par micro-sonde qui a mis en évidence la différence de teneur en chrome, manganèse et cuivre dans ces deux couches. Ils concluent ainsi que l'élévation des quantités de ces éléments dans la couche composite entraînait la transformation de la structure de la phase, du système hexagonal en cubique centré.

Il n'existe pas de fiche « JCPDS » pour la phase α_{bcc} -(Al,Fe,Si). Aussi, la distance inter-réticulaire (d) déterminant la position du pic dans le diffractogramme a été calculée par Chen en considérant un paramètre de maille $a = 12,588 \text{ \AA}$ [2]. Les paramètres de (d) calculés correspondent bien aux positions des pics identifiés sur les spectres obtenus par l'analyse DRX de nos échantillons.

Selon Shankar et al. [1], la couche compacte intermédiaire est constituée de la phase binaire θ -Al₃Fe, donnée par la stœchiométrie Al₁₃Fe₄. Cette phase est bien présente sur nos diffractogrammes, bien qu'elle n'ait pas été mise en évidence par les autres moyens d'analyse.

a)			b)				
Phase	Stoichiometry	Crystal structure	Approximate composition, wt-%				
α -FeAl	...	bcc	Phase*	Reported stoichiometry	Fe	Al	Si
β_1	Fe ₃ Al	Cubic (BiF ₃ -type)	τ_2 (γ)	FeSiAl ₃	35.5	49.5	15
β	FeAl	Disordered, bcc	τ_3 (β)	Fe ₂ Si ₃ Al ₉	27.0	49.5	13.5
β_2	FeAl	Ordered, bcc	τ_4 (δ)	FeSi ₂ Al ₄	27.0	40.0	25.0
ζ	FeAl ₂	Monoclinic, (rhombohedral?)	τ_5 (α)	Fe ₂ SiAl ₈	32.2	59.8	8.0
η	Fe ₂ Al ₅	Orthorhombic		Fe ₃ Si ₃ Al ₁₃			
θ	FeAl ₃	Monoclinic		Fe ₂ Si ₂ Al ₁₀			
Al-Fe	...	fcc		Fe ₁₅ Si ₂₈ Al ₅₇			
Solubility of Fe in Al				Fe ₁₅ Si ₃₀ Al ₅₇			
700 °C ~ 2.5 wt-%				Fe ₂ SiAl ₈			
600 °C ~ < 0.1 wt-%				Fe ₃ Si ₃ Al ₁₃			
				Fe ₂ Si ₂ Al ₁₀			

Tableau III.4 : Stœchiométrie et structure cristalline des phases présentes dans les système binaire (Fe-Al) (a) et ternaire (Al-Fe-Si) (b) [19]

La Figure III.16 illustre une micrographie MEB à fort grossissement de l'interface des couches intermétalliques (C3/C1/C2). On distingue, entre la couche compacte (C1) et la couche (C3), la formation d'une fine sous-couche qui présente un contraste chimique plus clair que ses voisines. Cette sous-couche est traversée par une fissure parallèle à l'interface, indiquant sa fragilité élevée par rapport aux autres couches. La phase correspondante ne peut être que la phase θ - Al_3Fe qui est caractérisée par sa dureté élevée (~ 1200 Hv). De plus, cette phase se situe sur le diagramme de phase entre η - Al_5Fe_2 et α -(Al,Fe,Si). À cause de sa faible proportion (couche très fine) les analyses chimiques n'ont guère permis de la détecter bien que sa présence soit confirmée par la DRX. Nous reconsidérons ainsi le chemin de diffusion déterminé sur la base de l'analyse par microsonde, en modifiant l'itinéraire de diffusion par un passage par la phase θ - Al_3Fe (cf. Figure III.11.b).

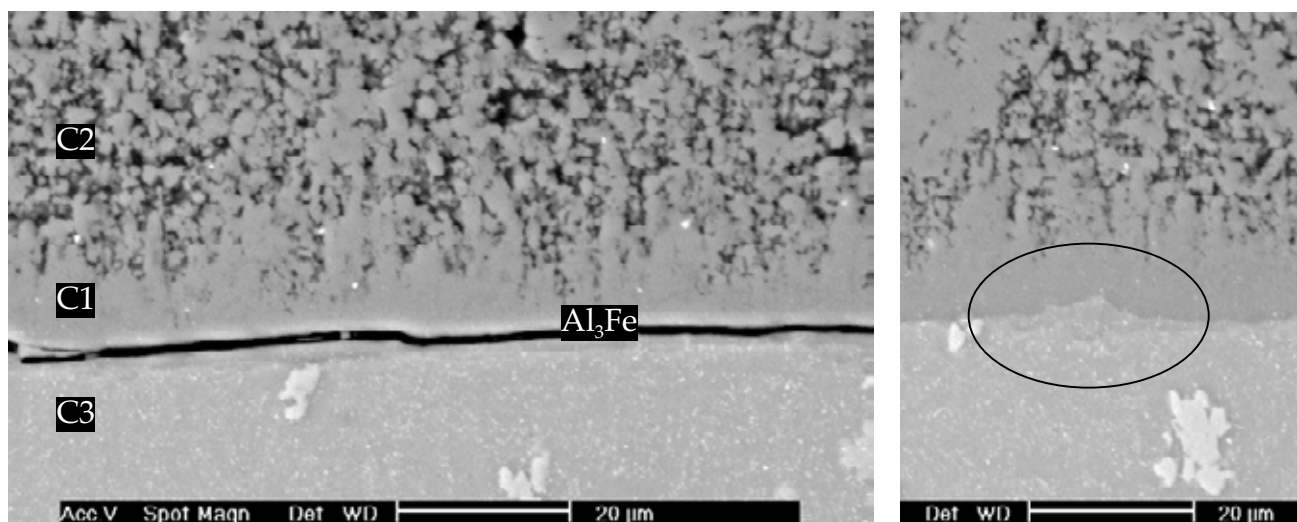


Figure III.16 : Fissuration de la couche intermétallique à l'interface (C1/C3), observée sur l'éprouvette trempée à 650 °C pendant 100 heures (MEB/BSE)

Le silicium, ainsi que des autres éléments considérés comme impuretés, précipite à l'interface des couches de phases binaires, et dans les joints de grain de la phase η - $\text{Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$ dans le cas de la couche (C3) [1]. Les couches fines se transforment dès leur formation à cause de la diffusion des éléments des alliages. Leur faible croissance est limitée par la formation relativement rapide de part et d'autre (sur les deux interfaces) des phases η - Al_5Fe_2 et α -(Al,Fe,Si).

La phase η - $\text{Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$, de structure orthorhombique, présente une densité de lacunes très importante suivant l'axe « c » de la maille, favorisant la diffusion d'éléments comme l'Al et le Si dans cette direction. Cela lui confère une cinétique de croissance rapide dans le cas de l'interaction binaire Fe-Al, selon une direction préférentielle. En présence de silicium, cette phase en dissout une partie (2% en masse), le silicium en excédent précipitant lors du refroidissement.

Une phase binaire, isomorphe à $\beta 1$ - Fe_3Al , a également été identifiée à 600 °C et 650 °C, en faible proportion. On observe cependant que le pic de diffraction correspondant à cette phase s'atténue à 700 °C (cf. Figure III.15.d). Cela s'explique par le fait que la diffusion des espèces chimiques est accélérée à chaud, favorisant le mouvement des atomes d'aluminium vers l'acier, ce qui conduit à la transformation de cette phase en η - $\text{Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$.

De plus, le phénomène de dissolution de la couche composite réduit les distances à parcourir par l'aluminium. D'autres phases binaires riches en fer, telles β -FeAl et ζ -FeAl₂, peuvent être présentes mais dans des proportions minimales, ce qui rend difficile leur détection.

L'analyse en surface de l'interface de rupture dans la couche (C3) a permis de valider l'existence de la phase η -Al₅Fe₂(Si), qui se retrouve également sur les diffractogrammes (cf. Figure III.17) réalisés sur les échantillons en coupe. La phase ternaire (τ 5) est elle aussi identifiée sur les diffractogrammes, dans la même zone en surface et en coupe.

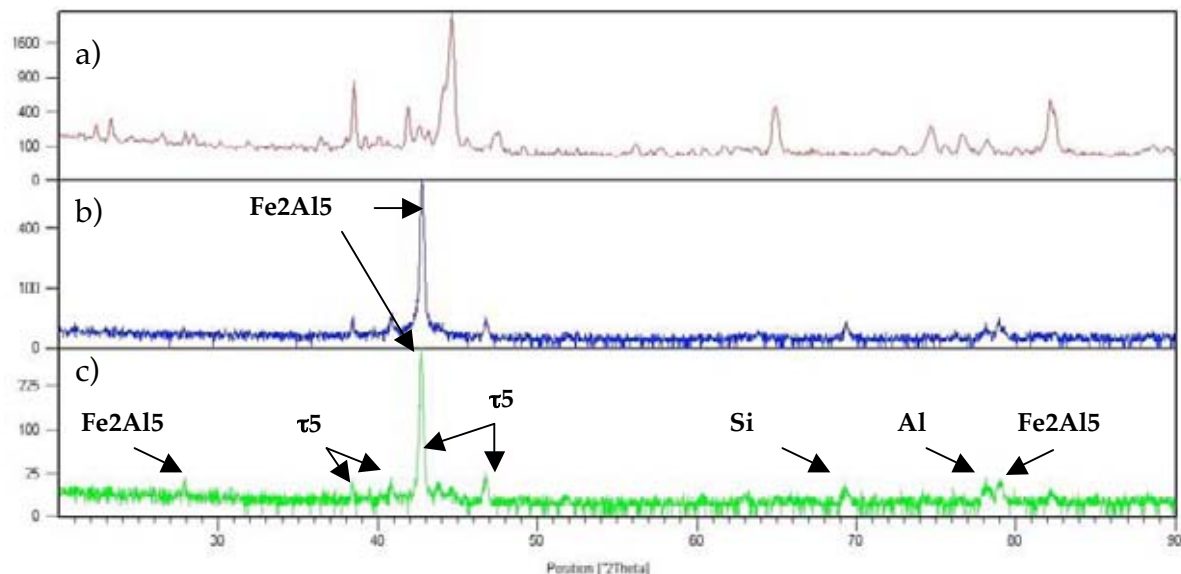


Figure III.17 : Diffractogrammes réalisés en coupe de l'échantillon trempé à 650 °C pendant 100 heures (a) et sur la surface externe des parties de revêtement (étamage) (b) et de l'échantillon (acier) (c) séparées lors de la préparation métallographique au niveau de l'interface intermétallique (C3/acier)

III.2.4. Synthèse des résultats de caractérisation des couches intermétalliques

L'analyse métallographique au moyen de la microscopie a permis de caractériser différents aspects morphologiques de l'interface d'interaction entre l'X38CrMoV5 et l'alliage AlSi9Cu3 en fusion, en conditions isothermes entre 600 et 700 °C et dans un intervalle de temps d'immersion variant entre 15 min et 100 h. L'aluminisation incluant une réaction physico-chimique comprend de l'extérieur vers la surface de l'acier : un revêtement constitué d'alliage d'aluminium de solidification et une couche d'alliage permettant l'étamage. La couche d'alliage est constituée de multi-couches dont le nombre et l'épaisseur, relatifs à chaque composante, varient en fonction de la température et du temps d'immersion. À l'équilibre (longue durée et/ou température élevée d'immersion), on distingue du revêtement vers l'acier les couches intermétalliques suivantes :

- ✓ Une couche poreuse (C2) dont l'épaisseur varie avec les paramètres d'essai,
- ✓ Une fine couche intermédiaire (C1) compacte d'une épaisseur relativement constante ,
- ✓ Une couche interne (C3) compacte, se formant en différé par rapport à (C1) et (C2).

Le comportement mécanique de la couche interne (C3) a été identifié comme fragile, de par sa susceptibilité à la fissuration et sa dureté élevée.

Les compositions chimiques déterminées par EDS et microsonde couplées aux résultats d'analyse thermodynamique ont permis d'identifier, à l'échelle macroscopique, la nature des couches intermétalliques. L'analyse microstructurale par DRX a permis, à l'appui des travaux bibliographiques, de préciser les phases intermétalliques qui composent les différentes couches. Les résultats obtenus concordent avec les études répertoriées. On identifie alors les différentes couches, comme suit :

- ✓ La couche composite (C2) est composée de la phase α -Al et de la phase ternaire τ_5 (isomorphe à α_{bcc} -(Al,Fe,Si)). La phase τ_6 peut éventuellement se former dans cette couche, en particulier dans le revêtement (plus riche en aluminium et en silicium) ;
- ✓ La couche intermédiaire (C1) est composée des phases α_h -(Al,Fe,Si) et θ -Al₃Fe (Al₁₃Fe₄) ;
- ✓ La couche (C3) est principalement constituée de la phase η -Al₅Fe₂(Si). La sous-couche contiguë à la couche (C1), riche en silicium provenant de l'alliage d'aluminium, contient des précipités intermétalliques de silicium pur ou composés (Fe-Si). La présence de composés binaires, comme la phase β_1 -Fe₃Al, est observée du côté du substrat à 600 °C, et à 650 °C en moindre quantité.

III.3. Mécanismes d'interaction d'aluminisation à l'état « Solide/Liquide »

L'objet de cette section porte essentiellement sur les mécanismes d'interaction entre l'acier et l'aluminium liquide. Les effets liés à l'état de surface de l'acier sont analysés. La morphologie spécifique à l'aluminisation localisée due à l'oxydation est étudiée. Un modèle basé sur le processus de diffusion est appliqué pour décrire la cinétique de croissance de la couche d'alliage déterminée précédemment. Le rôle de la dissolution est analysé sur la base des résultats de la modélisation et des données bibliographiques.

III.3.1. Effet de l'état de surface sur le mécanisme d'aluminisation

Les réactions d'aluminisation (entre l'aluminium liquide et le substrat ferreux) sont très violentes, et s'effectuent dès la mise en contact des deux espèces (atomes de fer et d'aluminium) [9]. Selon Gorbinov (cf. [9]), plusieurs conditions sont toutefois nécessaires pour la formation de la couche d'inter-diffusion :

- ✓ Le rapport de taille des atomes (d) ne doit pas excéder 15 % ($d = d_{\text{Fe}} / d_{\text{Al}} = 2,54 / 2,80$),
- ✓ L'espèce constituant le revêtement doit être soluble dans le substrat, à l'ambiante et à chaud (solubilité de l'aluminium dans le fer = 32 à 35 % en masse à l'ambiante),
- ✓ Le contact entre les deux espèces doit être direct.

La dernière condition incite donc à considérer l'état de surface dans l'interaction qui peut, par la présence de produits isolants comme les oxydes ou les graisses, inhiber l'aluminisation. L'aluminisation implique alors une étape préliminaire permettant aux espèces de réactions de transcender les barrières chimiques.

Le rôle de l'état de surface de l'acier dans le mécanisme d'aluminisation a déjà été largement reporté dans la littérature [4, 7, 20-22]. Les effets liés à l'état de surface peuvent être d'ordre :

- ✓ Géométrique (comme la rugosité de la surface),
- ✓ Physico-chimique (les dépôts et les couches superficielles).

Les travaux de Sundqvist [4] constituent une référence dans les problématiques de contact du point de vue de la tribologie des outillages de fonderie et d'extrusion d'aluminium. Il mit en évidence l'effet de l'oxydation et de la rugosité sur l'aluminisation par immersion dans un bain liquide en conditions statiques et en dynamique. Ces paramètres conduisent respectivement à la localisation de l'aluminisation qui croît préférentiellement sur les stries de polissage. Cela est expliqué par l'aluminisation à travers la fissuration de la couche d'oxyde qui est elle-même favorisée dans les zones de concentration de contraintes (rugosité, congé, etc.). De plus, la rugosité fait augmenter la surface d'échange accélérant ainsi le flux de matière notamment des espèces actives dans l'aluminisation. La formation de cônes d'intermétalliques a toutefois été attribuée à l'oxydation.

Ces excroissances ont par ailleurs déjà été observées sur la surface de moules de production [23]. L'accent sera mis dans cette étude, sur l'interaction entre l'oxydation et l'aluminisation.

La micrographie illustrée sur la Figure III.18 représente une zone de corrosion hétérogène (localisée). Cette morphologie particulière n'est pas spécifiquement observée pour une condition de test donnée, et peut se rencontrer quelles que soient les conditions expérimentales (il faut toutefois signaler que certains échantillons ne présentent que de la corrosion généralisée caractérisée par la formation d'une couche intermétallique continue). Les zones de la surface n'ayant pas interagi avec l'aluminium présentent une épaisse couche d'oxyde de fer duplex (cf. Figure III.18.a). Par conséquent, l'oxyde de fer joue le rôle d'une barrière chimique qui isole les atomes de fer de l'aluminium, limitant ainsi le phénomène d'aluminisation de l'acier. Cette observation corrobore les études antérieures sur l'effet bénéfique ou néfaste, selon l'objectif visé, de l'oxydation sur l'aluminisation.

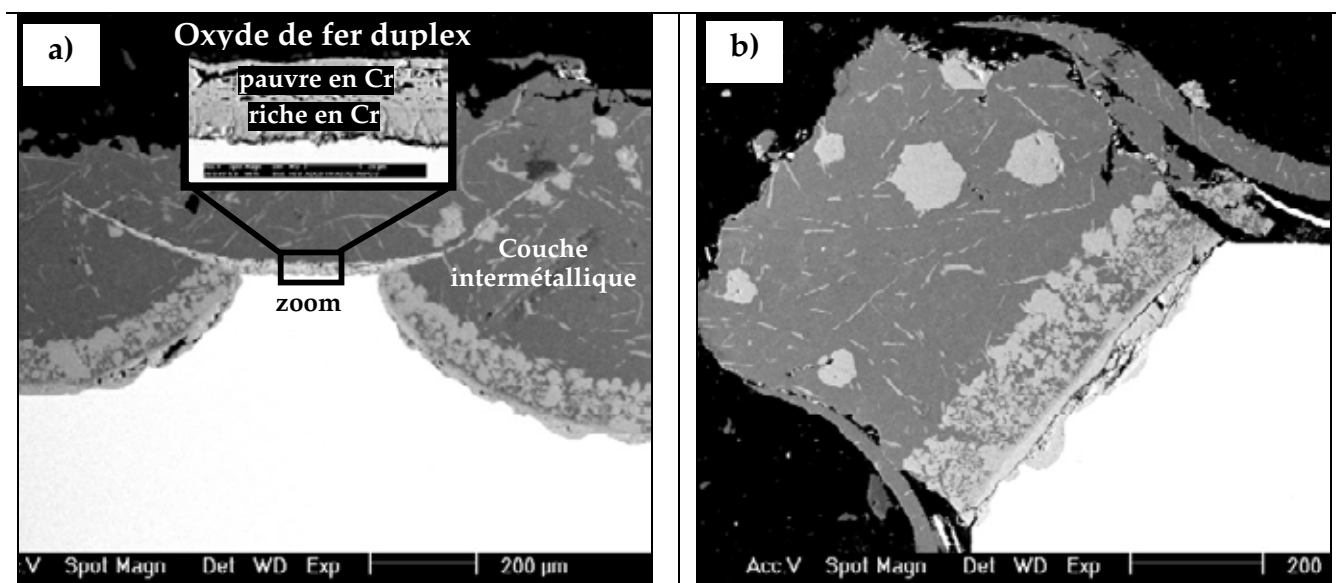


Figure III.18 : Rôle protecteur de la couche d'oxyde de fer contre la corrosion. a) Zone de corrosion hétérogène, b) Croissance de la couche intermétallique sur une singularité géométrique (arête) (éprouvette trempée pendant 2 heures dans un bain d'AS7G à 750 °C)

Dans nos essais, les éprouvettes de corrosion sont lavées à l'acétone dans un bain à ultrasons, juste avant d'être immergées dans le bain d'aluminium. Étant exemptes de traces d'oxyde, elles devraient donc donner lieu à une aluminisation généralisée. De plus, l'immersion des éprouvettes dans le bain se fait très rapidement et sous balayage d'azote, pour éviter une éventuelle pré-oxydation de la surface. Si une couche d'oxyde se forme malgré ces précautions, son épaisseur doit cependant être très fine. Sundqvist a évoqué une épaisseur critique d'oxyde, au-delà de laquelle l'interaction bascule d'une corrosion généralisée à une corrosion hétérogène. Or, dans notre cas, on observe que la couche d'oxyde présente une épaisseur considérable (largement supérieure à l'épaisseur critique définie par Sundqvist). L'oxydation se produit donc à l'intérieur du bain, à cause de d'air emprisonné dans les « porosités ». Ces dernières se forment dans les zones de non-contact et entraînent ainsi l'oxydation localisée de l'acier.

Ces zones sont caractéristiques de la mouillabilité¹ de la surface d'acier par le métal liquide, qui dépend à la fois de l'état de surface des deux alliages et de l'environnement. La présence de l'alumine d'un côté, et de l'oxyde de fer de l'autre, modifie les tensions superficielles, et par conséquent la mouillabilité de l'acier. Ainsi, l'aire de la surface effective de contact est réduite, et l'aluminisation (restreinte à ces zones) se produit de manière non homogène.

Zhu a proposé un modèle permettant de quantifier la surface réelle de contact, en conditions statique et dynamique [24]. Nous avons choisi de borner cette étude à une analyse morphologique et micro-structurale ; la problématique du contact ne sera donc pas abordée ici.

III.3.1.1. Rôle protecteur de l'oxyde & aluminisation localisée

La Figure III.18.a montre que l'aluminisation peut se produire également à travers les zones oxydées. La couche d'oxyde est, dans ce cas, assujettie à des mécanismes physico-chimiques et thermomécaniques conduisant à la mise en contact entre les deux alliages. La fissuration de l'oxyde jusqu'à l'interface avec l'acier, sous l'effet de contrainte d'origine thermique, en est la principale raison. Les chocs thermiques, provoqués lors du contact de l'acier avec l'alliage d'aluminium en fusion, peuvent induire des contraintes élevées qui conduisent à la rupture de l'oxyde. Cela est amplifié par les contraintes dans les singularités géométriques (zones de courbures, congés, etc.) et/ou par la rugosité de la surface [25].

¹ : La mouillabilité est reconnue comme un facteur déterminant sur le taux d'étamage en FSPAl (cf. Chapitre I). Elle est décrite par l'angle de contact entre le liquide et la surface du solide et est exprimée par l'équation de Young-Dupré en fonction des énergies d'interface entre les milieux environnants (cf. Figure III.19).

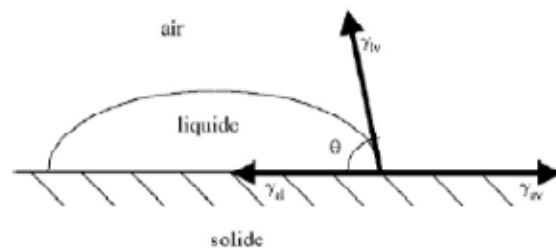
Équation de Young-Dupré :

$$\cos \theta = (\gamma_{sv} - \gamma_{sl}) / \gamma_{lv}$$

Le travail dû à la force de collage est donné par :

$$Wd = (\gamma_{sv} + \gamma_{lv}) - \gamma_{sl}$$

$$Wd = \gamma_{lv}(1 + \cos \theta)$$



où γ_{lv} , γ_{sv} et γ_{sl} sont respectivement les tensions d'interface liquide/vapeur, solide/vapeur, et liquide/solide, θ est l'angle entre le vecteur des différentes tensions superficielles.

Figure III.19 : Représentation schématique et analytique du phénomène de mouillabilité

III.3.1.2. Dissolution électrochimique de la couche superficielle

Les phénomènes permettant la mise en contact entre l'aluminium et le fer à travers la couche d'oxyde sont l'érosion et la dissolution locales de la couche d'oxyde.

Le mécanisme de dissolution électrochimique a été défini par Zhu [23, 24] dans le cas des outillages de fonderie en décrivant l'aluminisation comme un mécanisme de corrosion par piqûres. Cette approche est aussi étendue au cas de l'acier présentant une oxydation généralisée.

Le processus s'effectue à partir d'une surface contenant des défauts surfaciques qui n'atteignent pas forcément le substrat (revêtement formant une couche continue sur la Figure III.20.a et b). Le défaut agit à la manière d'une anode, le reste de la couche superficielle jouant le rôle de la cathode. La différence de potentiel chimique (« ddp ») créée entre les deux pôles contribue à faire croître le défaut par dissolution du revêtement (cf. Figure III.20.b et c). Ce phénomène est d'autant plus important que le rapport de taille entre l'anode et la cathode est plus élevé (« spot anodique »). Le défaut atteint alors le substrat, en constituant un « puits », c'est-à-dire un chemin de diffusion conduisant à la formation de piqûres de corrosion (cf. Figure III.20.d).

Dans le cas des moules de FSPAl, la dissolution se produit selon un processus identique. Lorsque la couche d'oxyde (ou de revêtement) se rompt localement sous l'effet de l'érosion ou de la fissuration, cela conduit à une aluminisation localisée (formation de piqûres de corrosion) sur la surface des moules.

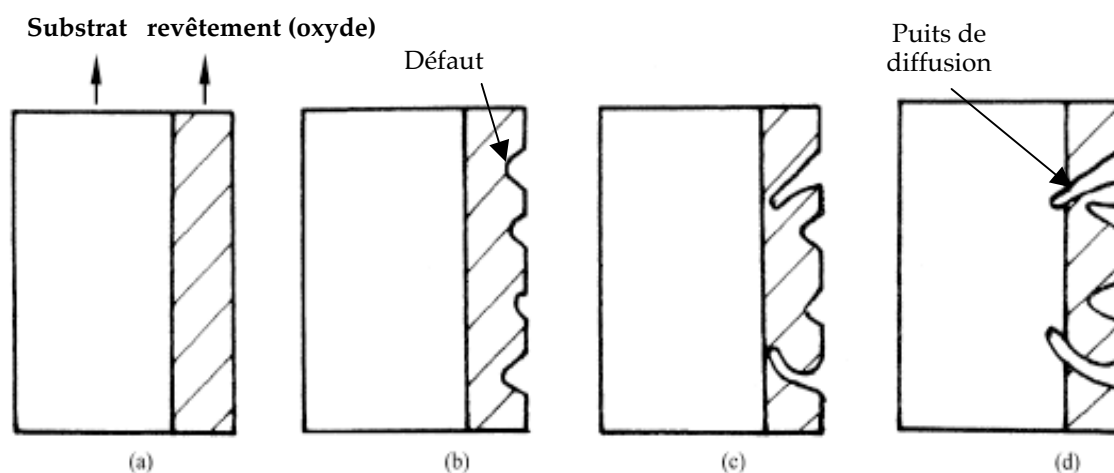


Figure III.20 : Représentation schématique des différentes étapes de la dissolution électrochimique de la surface d'un substrat revêtu par une couche homogène [24]

III.3.2. Formation et croissance des cônes intermétalliques

III.3.2.1. Morphologie et composition des cônes intermétalliques

Les observations ont été réalisées sur les éprouvettes immergées à 650 °C pendant des durées inférieures à une heure (15 et 30 min), qui présentent une aluminisation très faible et non homogène. La couche d'alliage est par conséquent faiblement adhérente au substrat. Le décollement du dépôt survenu lors de la découpe de l'éprouvette, du fait de la relaxation des contraintes internes accumulées dans le dépôt, a ainsi permis l'observation directe des surfaces de l'acier mis à nu.

L'examen de ces surfaces au MEB (cf. Figure III.21) révèle la présence de composés intermétalliques en forme de cônes, dont la taille est très hétérogène. La taille du composé est un indicateur de l'état de croissance du cône : la plus grande taille observée marque en effet le stade le plus avancé de la croissance. Les cônes de petite taille représentent quant à eux le début de la formation de ces excroissances. Ils montrent, à ce stade de croissance, une forme parfaitement conique, pointue avec une base circulaire (interface avec la surface de l'acier), indice d'une croissance homogène (cf. Figure III.21.c et d). Sur les Figure III.21.a, b et g, on observe selon la zone considérée que les cônes sont soit dispersés et isolés, soit regroupés et enchevêtrés.

Comme dans le cas des couches d'étamage (continues), le cône est constitué d'un revêtement et d'une couche d'alliage (cf. Figure III.22). Néanmoins, le revêtement ne présente pas de composés intermétalliques (allongées et polyédriques). L'analyse microstructurale et chimique révèle la présence d'aluminium α -Al, de silicium eutectique, ainsi que de faibles quantités de fer. Pour les cônes les plus aboutis, une zone intermédiaire constituée d'un mélange de couche d'alliage et de revêtement se forme. La composition et la morphologie de la couche intermétallique dépendent du stade d'évolution du cône. On distingue une morphologie compacte pour les cônes de petite taille, et une structure poreuse (identique à celle des couches continues) dans le cas des cônes les plus développés.

III.3.2.2. Mécanismes de croissance des cônes intermétalliques

On peut segmenter le mode de croissance des cônes en deux étapes (désignées par « Stade 1 » et « Stade 2 » sur la Figure III.21.c et la Figure III.22.a). Au Stade 1 (début de la croissance), le cône se développe simultanément sur les plans horizontal (parallèlement à la surface de l'acier) et vertical (perpendiculairement à l'interface). La surface externe du cône est uniforme, et ressemble beaucoup à la surface limitrophe de l'acier (cf. Figure III.21.c). Elle présente un contraste chimique plus clair que l'aluminium et les phases intermétalliques (cf. Figure III.22.b). L'analyse par EDS (en coupe) révélant la présence de fer et d'oxygène, on peut considérer que l'enveloppe externe du cône est en fait constituée d'oxyde de fer. La diffusion de l'aluminium se fait à partir du sommet du cône, à travers le puits de diffusion (« spot anodique ») créé par dissolution électrochimique (selon un mécanisme décrit dans le § III.1.4.1). À ce stade, le revêtement est pratiquement monophasé.

Au Stade 2, la croissance du cône conduit à la formation d'une pellicule grisâtre et accidentée sur sa surface, qui semble « déborder » de son sommet (cf. Figure III.21.c). En effet, l'ouverture de l'enveloppe du cône, sous l'effet de la tension créée par son expansion, conduit à accélérer les réactions d'aluminisation. Pendant le refroidissement, une partie de l'alliage d'aluminium (miscible avec le revêtement) reste attachée au cône, et s'écoule sur sa surface externe. Après l'ouverture du cône, le chemin de diffusion de l'aluminium passe d'un état ponctuel, à travers des spots anodiques, à un état massif (à travers la section d'ouverture). L'interface de réaction s'enrichit alors en aluminium, conduisant ainsi à la mise en solution solide de la phase composant la couche d'alliage (τ_5 ou τ_6) comme le schématise la Figure III.12.b. Cela explique la morphologie poreuse observée, qui est simplement le produit de la dissolution de la couche d'alliage.

Vue isométrique

Vue de dessus

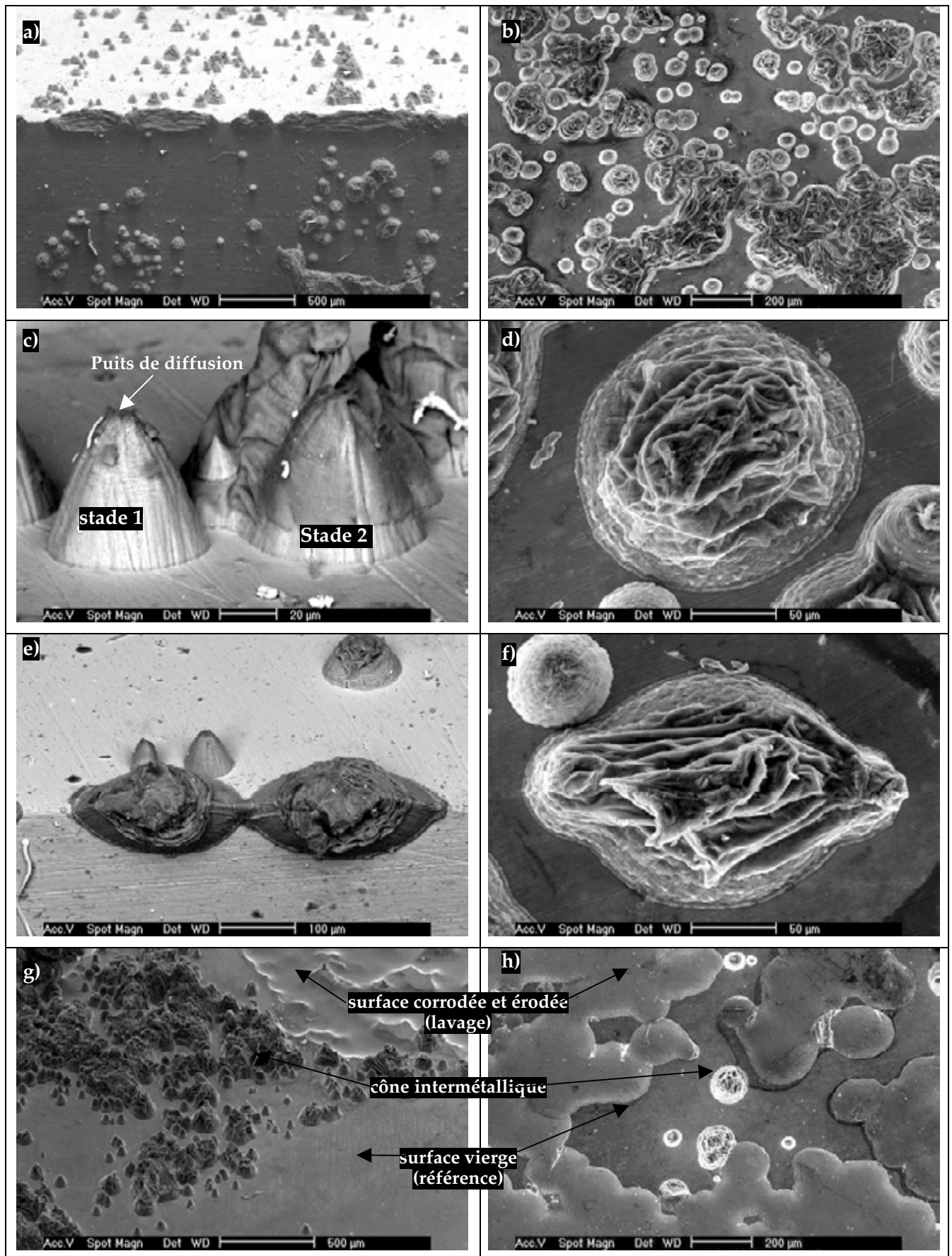


Figure III.21 : Observation au MEB des cônes intermétalliques formés sur la surface de l'acier (aluminisation localisée), éprouvette immergée pendant 30 min dans l'AISI9Cu3 à 650 °C

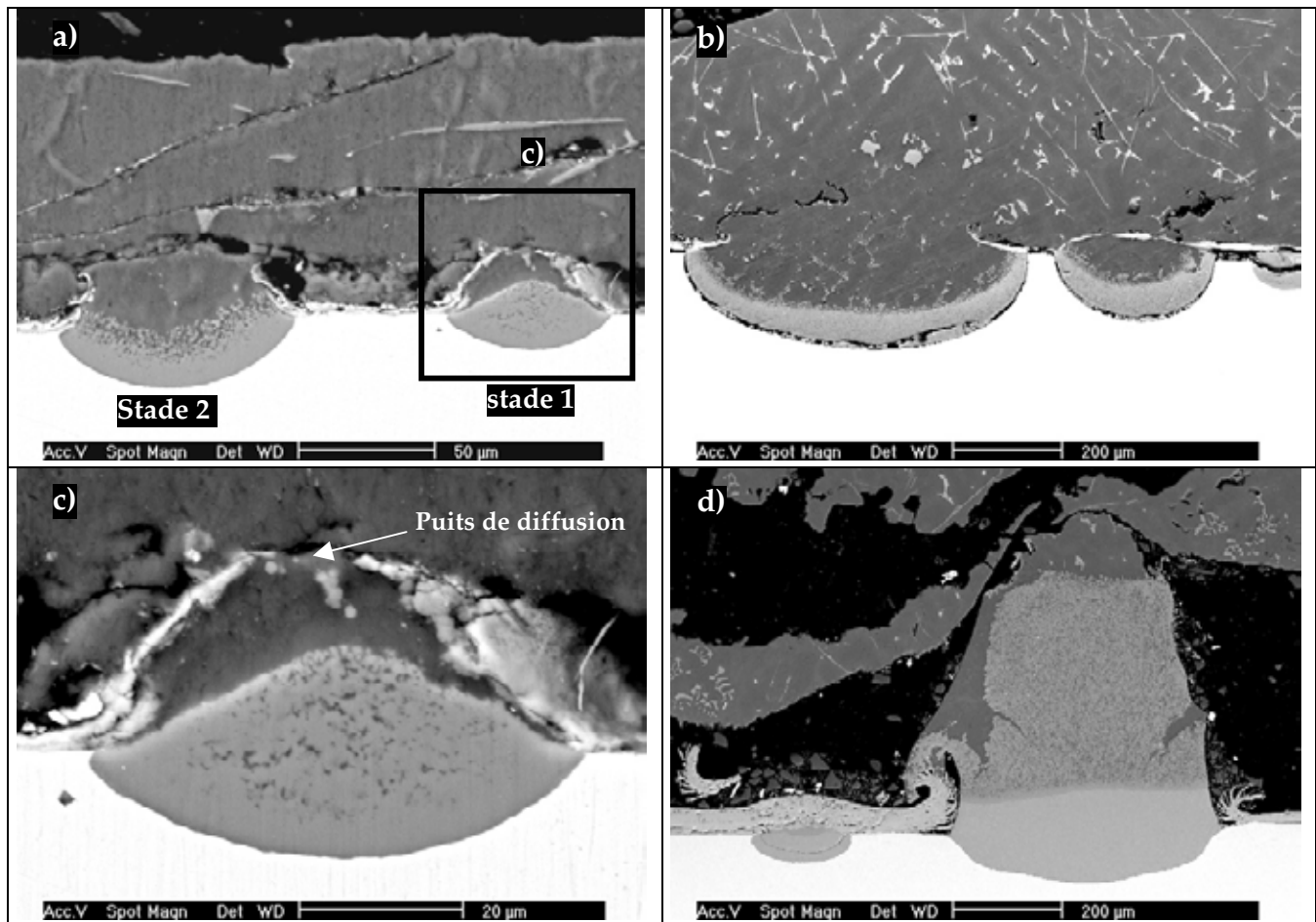


Figure III.22 : Mécanisme de formation et de croissance des cônes d'intermétalliques (MEB/BSE), échantillon immergé à 650 °C pendant 30 min (a et c), 4 heures (b) et 16 heures (d)

En prolongeant le temps d'immersion, la couche d'alliage continue à croître jusqu'à une épaisseur critique, au-delà de laquelle la couche compacte interne (C3) prendrait naissance. Il s'agit du même mode de croissance que celui observé dans le cas des couches continues (cf. Annexe B1). L'analyse en coupe des cônes intermétalliques met en évidence leur croissance en profondeur dans le substrat. Le front d'attaque (à l'interface acier/intermétallique) est de forme circulaire au début de l'interaction. La croissance en profondeur est ralentie par l'augmentation de l'épaisseur de la couche d'alliage. En revanche, dans le plan horizontal, le cône continue de croître avec une vitesse constante à travers l'interface entre l'oxyde de fer et le substrat (cf. Figure III.22.a et b).

Si la distance séparant deux cônes voisins est inférieure au rayon de l'un des deux, les cônes coalescent pour donner lieu à une structure plus grande (cf. Figure III.21.f). Ce type de croissance conduit, dans les zones de forte densité de cônes, à la formation d'une couche intermétallique continue. Le détachement en blocs de cette couche, et la mise à nu de la surface de l'acier, représente un aspect de l'endommagement par « lavage » en conditions statiques (cf. Figure III.21.g et h). En l'absence de la couche (C3), de caractère fragile, la rupture se produit à l'interface acier/intermétallique, car lorsque seules les couches composées de phases ternaires sont présentes, le décollement se fait à l'interface (acier/C1). Le taux de corrosion de la matrice peut être mesuré par rapport à la surface de référence (surface initiale de l'acier non corrodée).

III.3.2.3. Modes de croissance particuliers

Les Figure III.21.c et e illustrent l'effet de la géométrie sur le mécanisme de formation des cônes. Les zones de concentration de contraintes (singularités géométriques) provoquent une aluminisation anisotrope (préférentielle). L'axe de la base du cône formé sur un angle droit est déformé dans le sens de l'arête transformant la forme circulaire de la base en ellipse. La diffusion est en effet accélérée dans ce sens par l'augmentation de la surface d'échange. C'est aussi le cas dans les zones de l'acier présentant des surfaces rugueuses.

III.3.3. Modélisation de la cinétique de croissance de la couche d'alliage

De nombreux travaux expérimentaux ont montré que l'épaisseur totale de la couche d'alliage dans les systèmes fer-aluminium suit une évolution de forme parabolique (linéaire en fonction de la racine carrée du temps) [1, 3-6, 9, 26-28]. Ce type d'évolution est caractéristique des phénomènes régis par un mécanisme diffusionnel, comme la corrosion ou la propagation de chaleur. Nous allons donc tenter de décrire les évolutions de l'épaisseur d'intermétalliques obtenus dans notre cas, par une loi parabolique.

III.3.3.1. Description analytique du modèle diffusionnel

La cinétique de croissance des couches formées par diffusion est décrite par les deux lois de Fick suivantes [29] :

$$J = -\bar{D} \frac{\partial c}{\partial x} \quad (\text{III.1})$$

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\bar{D} \frac{\partial c}{\partial x} \right) \quad (\text{III.2})$$

où J est la densité de flux de matière (quantité d'atomes diffusant à travers une surface unitaire et par unité de temps), x est l'épaisseur de la couche, c est la concentration et D est la diffusivité.

La diffusivité, désignée par $\bar{D}$, est donnée par la loi d'Arrhenius :

$$\bar{D} = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{III.3})$$

$$\text{soit: } \ln(\bar{D}) = -\left(\frac{Q}{R}\right) \frac{1}{T} + \ln(D_0) \quad (\text{III.4})$$

où D_0 est un facteur de fréquence, Q est l'énergie d'activation du processus, T est la température absolue et R est la constante des gaz parfaits ($R = 8,314 \text{ J.mole}^{-1}$). On constate que le logarithme du coefficient de la diffusion varie linéairement avec l'inverse de la température suivant l'Équation III.4. L'énergie d'activation peut être désormais calculée à partir de la pente de cette droite selon :

$$\tan \beta = \frac{Q}{R} \quad (\text{III.5})$$

L'analyse mathématique de la diffusion consiste à résoudre l'Équation III.2 en déterminant les profils de concentration d'éléments diffusant en fonction du temps $c(x,t)$ conformément aux conditions initiales et aux limites du cas traité. Nous considérons que le système d'immersion est constitué d'un couple de diffusion avec une seule espèce diffusante dans un milieu semi-infini où la concentration superficielle est constante (apport continu d'aluminium due à la convection du métal liquide à l'intérieur du bain). Nous considérons également que la diffusivité chimique est constante (c'est-à-dire indépendante de la concentration des espèces), ce qui permet de simplifier l'Équation III.2 en :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \bar{D} \left(\frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \right) \quad (\text{III.6})$$

Le tracé des profils de concentration-pénétration s'étalera en fonction du temps tout en augmentant l'aire de la courbe qui est égale à la quantité d'espèces diffusantes qui constituent le dépôt (M). Ces profils sont décrits selon [29] par :

$$\frac{c(x,t)}{c_0} = \left(1 - \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \right) \quad (\text{III.7})$$

où c_0 est la concentration initiale et erf est la fonction d'erreur donnée par l'Équation III.8 :

$$\operatorname{erf}(u) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^u e^{-v^2} dv \quad (\text{III.8})$$

La profondeur de pénétration de la diffusion (x) suit une évolution parabolique en fonction du temps. On écrit alors :

$$x^2 = kt \text{ ou } x = \sqrt{kt} \quad (\text{III.9})$$

où k est une constante et t est le temps.

D'autre part, Shewmon a montré que la distance moyenne (L) des atomes diffusés s'écrit suivant l'équation d'Einstein :

$$L = \sqrt{2Dt} \quad (\text{III.10})$$

soit :

$$\frac{\partial x}{\partial t} = \frac{D}{x} \quad (\text{III.11})$$

où k est la constante de vitesse (déterminée expérimentalement).

L'Équation III.9 stipule en effet que l'évolution de l'épaisseur des couches formées par la diffusion est proportionnelle à la racine carrée du temps. Toutefois, un écart entre l'évolution effective de la couche et la parabole a été avancé par de nombreux auteurs [9, 19]. En général, l'augmentation de la valeur de l'exposant du temps ($n > 0,5$) est due à une croissance plus rapide. Cela correspond à un cas d'aluminisation de courte durée. En revanche, une prolongation de la durée d'immersion entraîne une déviation négative ($n < 0,5$). Parfois, un terme (constante réelle) est ajouté à l'Équation III.9, représentant la formation de la couche limite [9]. Cette étape est très brève dans le cas de l'interaction entre le fer et l'aluminium ; ne pas considérer la constante correspondante dans la loi de cinétique n'influe donc pas sur l'évolution globale pour les longues durées.

III.3.3.2. Application à l'aluminisation de l'X38CrMoV5

Nous représentons sur la Figure III.23 la variation de l'épaisseur totale des couches en fonction de la racine carrée du temps, pour chaque température étudiée. L'interpolation linéaire pour les durées d'immersion inférieures à 25 heures présente un coefficient de régression correct soit $R > 0,98$ pour $T = 650$ et 700 °C, et $R = 0,93$ pour $T = 600$ °C.

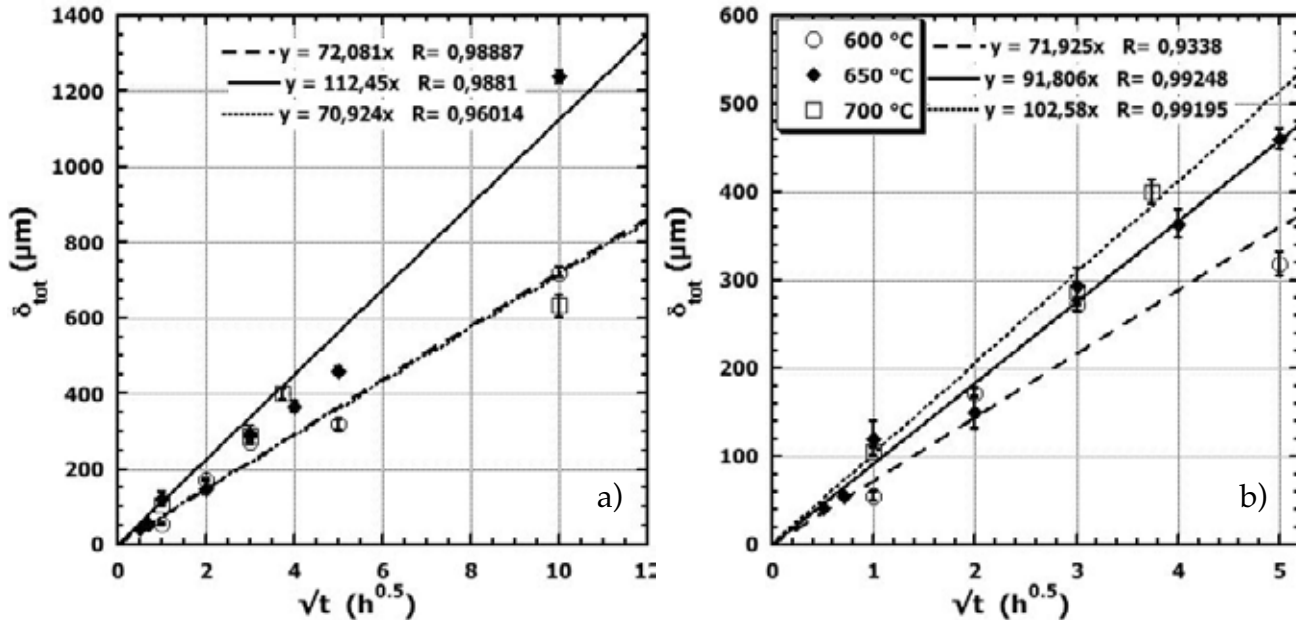


Figure III.23 : Évolution de l'épaisseur totale des couches intermétalliques en fonction de la racine carrée du temps jusqu'à 100 heures d'immersion. (a) Détail de la zone jusqu'à 25 heures (b) Interpolation linéaire par la méthode des moindres carrés

Le lissage par une droite passant par zéro et intégrant le point correspondant à l'essai d'immersion à 600 °C jusqu'à 100 heures donne un coefficient de régression égal à 0,98 avec une pente de 72,0 contre 71,9 ($R = 0,93$) si on ne tient pas compte de l'essai à 100 heures d'immersion. L'allure de ces courbes peut laisser supposer qu'en dessous de 25 heures d'immersion, la croissance de la couche d'alliage est contrôlée par la diffusion.

Ainsi, les cinétiques de croissance de la couche intermétallique totale peuvent être décrites par deux types de loi pour les températures les plus élevées et où la loi parabolique est applicable pour les durées d'immersion inférieures à 25 h. À 600 °C, la loi parabolique est valable jusqu'à 100 h.

L'application du modèle basé sur la diffusion pour décrire les cinétiques consiste ici à remplacer le terme L de l'équation III.10, représentant le déplacement de l'une des interfaces de la couche d'interdiffusion, par la moitié de l'épaisseur de la couche d'alliage totale (δ_{tot}), en considérant un demi-parcours d'un seul atome diffusant. Il vient alors :

$$\delta_{tot} = 2\sqrt{2Dt} \quad (\text{III.12})$$

$$\delta_{tot} = \sqrt{kt} = \sqrt{8Dt} \quad (\text{III.13})$$

$$D = \frac{k}{8} \quad (\text{III.14})$$

où k est le facteur de vitesse.

III.3.3.2.1. Vitesse de croissance de la couche d'alliage

Le facteur k est déterminé à partir des courbes de cinétiques. Il définit en effet la vitesse de croissance de la couche. Les valeurs de k déduites à partir des courbes interpolées, représentées sur la Figure III.23.b, sont 1,43, 2,34 et 2,92 $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$, pour des températures respectivement égales à 600, 650 et 700 °C.

Le Tableau III.5 permet de comparer la valeur de k déterminée à 700 °C (dans cette étude) aux différentes données issues de la littérature. Les conditions d'expérience utilisées relatives à chaque référence sont indiquées dans le tableau.

On remarque que les valeurs varient dans une large gamme, allant de 1 à 73 $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$, indiquant ainsi que le facteur de vitesse est sensible aux paramètres de l'aluminisation. La vitesse de formation de la couche intermétallique dépend alors de la température et de la composition chimique des alliages utilisés. D'autres paramètres influent sur la cinétique des couches d'aluminisation, dont les données de k ne sont pas rapportées ici. Il s'agit de la vitesse d'immersion et de sortie du bain, et de l'état de surface du substrat.

Références	T (°C)	Durée d'immersion maximale (s)	Substrat ferreux	Alliage d'aluminium	Type de loi cinétique δ	Vitesse de croissance k ($10^{-12} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$)
Sundqvist [4]	730	2000	H13	A380	$\sqrt{kt}$	4,60
Shankar [1]	625	600 000 s	H13	A380	$\sqrt{kt}$	6,109
Bouayad [5]	680	5 100	Fonte GS	AlSi9Cu3	$\sqrt{kt}$	1,01
Salem et al.	700	360 000	H11	AlSi9Cu3	$\sqrt{kt}$	2,92
Chacrone [9]	682	180	Acier doux	Al	$\sqrt{kt-0,23}$	33,52
	722			Al	$\sqrt{kt+2,82}$	72,93
	717			Al-3%Fe-1%Si	$\sqrt{kt-3,28}$	19,18
	723			Al-3%Fe-4%Si	$\sqrt{kt-0,89}$	4,84
	722			Al-3%Fe-7%Si	$\sqrt{kt+1,65}$	2,04

Tableau III.5 : Comparaison des lois cinétiques déterminées dans les études relatives à l'interaction d'aluminisation entre un substrat ferreux et un alliage d'aluminium en fusion

Les résultats obtenus dans la présente étude sont donc en cohérence avec les travaux rapportés dans la littérature.

La valeur de k rapportée par Sundqvist pour une température de 730 °C est logique par rapport à la valeur que nous avons déterminée à 700 °C.

En revanche, une grande différence est constatée avec la valeur donnée par Shankar, bien que nous utilisions les mêmes alliages : un facteur de 4 et de 3 est respectivement constaté par rapport à nos données à 600 et 650 °C. L'expérience conduite par Shankar consiste à réaliser un couple de diffusion entre l'acier « AISI H13 » et l'alliage A380 (équivalent à l'AlSi9Cu3).

Le facteur de vitesse k donné par Bouayad [5] utilisant la fonte en guise de substrat ferreux, est très faible comparativement à nos valeurs. Cet écart est lié probablement au carbone, dont le rôle inhibiteur a déjà été démontré dans d'autres études. En effet, le carbone perturbe la mobilité de l'aluminium et du fer, en empêchant leur diffusion. Par ailleurs, Bouayad observe une forte dissolution de la couche intermétallique ainsi que la présence de gros précipités dans le revêtement, et souligne les difficultés rencontrées quant à la détermination des épaisseurs.

Pour un couple d'aluminisation constitué d'un alliage d'aluminium à 7 % de Si et d'un acier doux chauffés à environ 720 °C, Chacrone [9] détermine un facteur de vitesse k très proche de celui que nous obtenons à 700 °C. L'ensemble des modèles qu'il a établi montre de manière très claire l'effet du silicium, qui réduit considérablement la vitesse de croissance de la couche d'alliage. Ainsi, l'ajout de 1% de silicium dans l'aluminium réduit la valeur de k de 75 % par rapport à l'épaisseur de la couche dans le cas de l'aluminium pur. L'augmentation progressive du silicium conduit aux mêmes effets, et la vitesse de croissance obtenue pour un alliage à 7 % de silicium est réduite de 97 % par rapport à ce qu'il obtient en utilisant de l'aluminium pur.

Les courbes des cinétiques déterminées par Chacrone présentent davantage de fluctuations par l'augmentation de la teneur du silicium dans l'alliage de fusion. La détermination de l'épaisseur des couches intermétalliques devient alors problématique pour les alliages (Al-Si). D'autre part, l'auteur constate que la courbe de cinétique s'éloigne de la forme parabolique, ainsi que cela a été observé pour l'aluminium pur (exposant du temps inférieur à 0,5).

III.3.3.2.2. Diffusivité dans le système d'aluminisation

La diffusivité D dans le système (considéré comme binaire Fe-Al) peut être calculée à partir du facteur de vitesse, en appliquant l'Équation III.14. Les valeurs de la diffusivité déterminée dans le cas de nos essais et celles données par Sundqvist [4] sont listées dans le Tableau III.6, et représentées en fonction de l'inverse de la température sur la Figure III.24.

On remarque que les valeurs déterminées dans les deux cas tendent à converger à chaud (> 700 °C), et diverger pour les faibles températures. Ainsi, les courbes de tendance estimées relatives à chaque auteur, présentent un écart important entre les termes de puissance (ou les pentes en cas de représentation logarithmique). La valeur donnée à 700 °C par Sundqvist présente une singularité en se distinguant (très faible) par rapport à l'ensemble de ses résultats déterminés pour les températures supérieures. La valeur obtenue dans notre cas à 700 °C correspond mieux à l'évolution des valeurs qu'il obtient pour les températures supérieures à 710 °C. La courbe d'interpolation établie par l'auteur nécessiterait tout de même un point à faible température (< 650 °C) permettant d'ajuster la valeur asymptotique de la diffusivité (évolution exponentielle).

III.3.3.2.3. Énergie d'activation du processus de la diffusion régissant l'aluminisation

L'énergie d'activation apparente de la diffusion peut être déduite à partir de l'Équation III.5. : il suffit pour cela de déterminer la pente (représentée par le terme « $\tan\beta$ ») de la fonction linéaire $\ln D$ ($1/T$), qui relie les valeurs du logarithme de diffusivité avec l'inverse de la température ($1/T$).

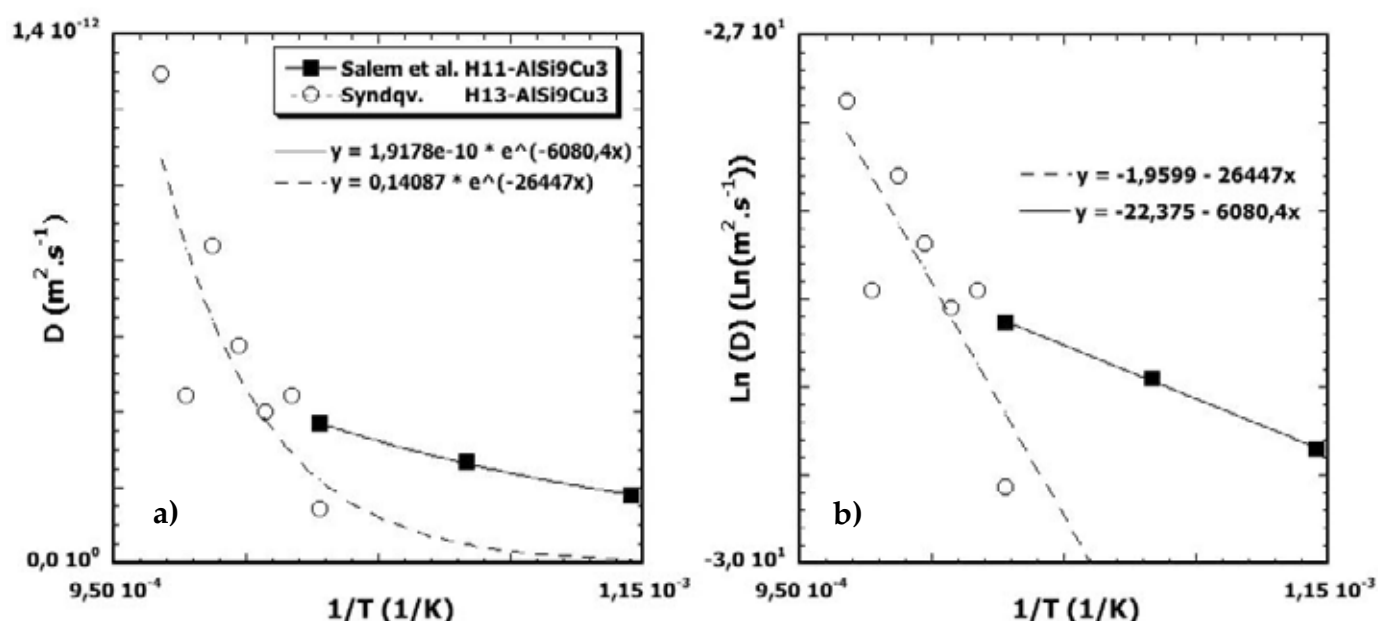


Figure III.24 : Variation de la diffusivité D en fonction de l'inverse de la température (a), en échelle logarithmique (b)

	Salem et al.			Sundqvist [4]						
T (°C)	600	650	700	700	710	720	730	740	750	760
D. ($10^{-12} m^2.s^{-1}$)	0,18	0,268	0,368	0,144	0,442	0,400	0,576	0,842	0,442	0,1296

Tableau III.6 : Comparaison des valeurs de diffusivité déterminées dans cette étude avec celles de Sundqvist

Les résultats de ce calcul sont listés dans le Tableau III.7, dans lequel figurent également d'autres valeurs extraites de la bibliographie pour les systèmes binaire (Fe-Al) et ternaire (Fe-Al-Si). L'ordre de grandeur des valeurs obtenues pour l'énergie d'activation est correct, ces valeurs étant cependant relativement faibles par rapport aux données de la littérature.

L'importante différence constatée entre nos résultats et ceux de Sundqvist était attendue, du fait de la divergence des courbes de tendances, notamment dans le domaine des faibles températures. En effet, les valeurs déterminées à 600 et 650 °C dans le cas de nos essais sont plus élevées que celles prévues par son modèle. Cet écart est probablement lié à la forte dissolution (phénomène activé aux températures très élevées, ici > 700 °C), qui entraîne une sous-estimation de l'épaisseur effective des couches et par conséquent des courbes de cinétiques éventuellement erronées.

Alliages	Al (Fe) /Fer pur ou faiblement allié (C)					Al-Si-(Cu,Fe)/Fer pur ou allié (C,Cr)					
Auteurs	Heum.	Eggl.	Boua.	Denn.	Chac.	Sund.	Salem	% Si (Chac.) [9]			
	[34]	[34]	[34]	[34]	[9]	[4]	et al.	2 %	4%	7 %	10 %
Q. (kJ.mole ⁻¹)	76,1	134	74,1	155	77,6	221	50,55	98,1	-46,7	-77,4	-150

Tableau III.7 : Comparaison des valeurs d'énergie d'activation du processus de diffusion calculée dans cette étude avec celles de la littérature

(Heu. : Heumann, Egg. : Eggeler, Bou. :Bouayade, Den. : Denner, Cha. : Chacrone)

De plus, la valeur de diffusivité (D) établie par Sundqvist à 700 °C est très faible par rapport aux autres températures. Cela a pour effet d'amplifier la pente de la cinétique, et donc d'augmenter l'énergie d'activation (221 kJ.mole^{-1}). Bien que cette valeur soit surestimée, elle demeure cependant logique par rapport à notre résultat. En effet, dans la configuration adoptée (diffusivité équivalente pour toutes les espèces), l'énergie d'activation doit être supérieure à celle du système binaire ($55\text{-}75 \text{ kJ.mole}^{-1}$) [19]. La présence de silicium devrait élever la barrière de potentiel à franchir par les atomes, notamment l'aluminium, pour passer d'un site à l'autre. Or, la valeur déterminée dans notre cas est largement inférieure à celle déterminée pour le système fer-aluminium.

III.3.3.3. Cinétiques particulières d'aluminisation

III.3.3.3.1. Effet du silicium sur la croissance des couches intermétalliques

Le fait d'interpréter le rôle inhibiteur du silicium dans l'interaction d'aluminisation par l'augmentation de l'énergie d'activation de la diffusion dans le système ternaire (Fe-Al-Si) a été avancé par de nombreux auteurs. De même, on relie l'estompage des formes en languettes de la couche $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2$ à la présence du silicium qui bloque la diffusion d'aluminium, favorable suivant une direction de croissance dans le cas contraire (absence du silicium).

Dans le cas d'un système binaire (Fe-Al), l'interface de la couche constituée de la phase $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2$ est très ondulée du côté du fer en forme de « languettes ». Cette croissance anisotrope est liée à une diffusion rapide de l'aluminium, favorisée par la structure (orthorhombique) de la phase $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2$. En effet, l'aluminium diffuse à plus grande vitesse le long de l'axe « c » dont les nœuds, occupés uniquement par les atomes d'aluminium, peuvent dissoudre jusqu'à 30 % de lacunes [9].

Dans le cas d'un système ternaire (Fe-Al-Si), les atomes de silicium diffusent simultanément avec les autres espèces. Le silicium occupe les sites vacants, concurrençant ainsi les atomes d'aluminium de taille proche ($d(\text{Si}) = 1,32 \text{ \AA}$, $d(\text{Al}) = 1,43 \text{ \AA}$). La diffusion préférentielle est par conséquent freinée, ce qui ramène le système à une diffusivité faible et isotrope, et qui se traduit par une augmentation de l'énergie d'activation du processus de diffusion dans le système.

Les données de Chacrone montrent que pour un alliage d'aluminium à 2 % de Si l'énergie d'activation augmente de 25 % par rapport à celle de l'aluminium pur. Les valeurs de Q deviennent négatives pour des teneurs supérieures ou égales à 4 % en Si. Cet effet a été attribué au mécanisme de dissolution dont l'énergie d'activation devient prépondérante devant la diffusion. L'énergie apparente du système (Q) est égale en effet à la différence entre l'énergie du mécanisme de diffusion et l'énergie du processus de dissolution, dont la valeur l'emporte à partir d'une teneur de 4 % en Si. Ainsi, les valeurs de Q correspondantes deviennent négatives, bien que la diffusion continue à se produire.

Cette analyse a permis d'attribuer au silicium deux rôles dans l'inhibition de la croissance des couches intermétalliques par aluminisation. Il réduit d'une part la vitesse de diffusion de l'aluminium et du fer à travers la couche d'alliage ; il accélère d'autre part la dissolution de la couche dans le métal liquide qui devient plus forte que la diffusion à partir d'une teneur comprise entre 2 et 4 %.

Le fait que la dissolution de la couche intermétallique soit favorisée par le silicium est liée à la solubilité des phases ternaires formées par la présence de cet élément. Pour les faibles concentrations de silicium, la couche d'alliage est constituée de composés intermétalliques binaires fer-aluminium. Ces phases correspondent à θ -Al₃Fe, η -Al₃Fe₂ et ζ -Al₂Fe (en allant de l'aluminium vers le fer). Comme le montre le diagramme d'équilibre binaire Fe-Al (cf. Annexe B2), dans le domaine des températures étudiées, les trois phases sont très peu solubles dans le liquide (en particulier η -Al₃Fe₂ et ζ -Al₂Fe). Le rôle du silicium se résume alors à réduire la mobilité des atomes de fer et d'aluminium. En revanche, dans le cas des alliages riches en silicium, les phases formées sont plus solubles dans le métal liquide, car elles sont à l'équilibre avec le liquide et se situent légèrement en dessous du liquidus.

III.3.3.2. Aluminisation en conditions dynamiques (effet de l'érosion)

Les cinétiques d'aluminisation peuvent être représentées soit par la croissance des couches intermétalliques soit par le taux de corrosion de la matrice ferreuse. Elles sont étroitement liées au mécanisme de l'érosion. Quelques exemples des cinétiques d'aluminisation des aciers à outils rapportés dans la littérature sont illustrés sur la Figure III.25.

Shavredi et al. ont réalisé une étude systématique sur les effets de l'érosion de la température et de la durée d'immersion sur l'aluminisation de l'acier à outil « AISI H13 » par l'alliage d'aluminium AS80. Les paramètres expérimentaux variés sont la vitesse de rotation de l'éprouvette (entre 50 et 175 tours/min), la température du bain (comprise entre 580 et 750 °C) et la durée d'immersion (de 15 min à 6 heures). Shavredi montre que l'épaisseur corrodée (mesurée par la perte de diamètre de l'éprouvette) augmente proportionnellement avec la durée d'immersion dans le bain, quelles que soient les conditions d'aluminisation (température et vitesse) (cf. Figure III.25.a).

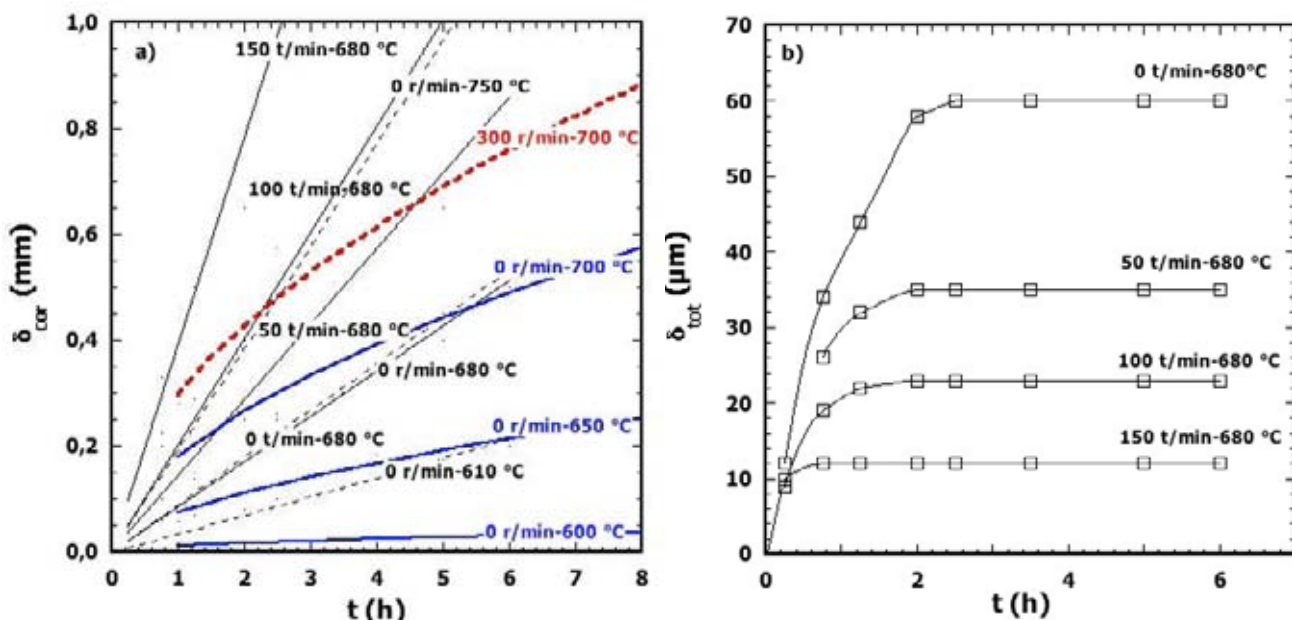


Figure III.25 : Effets de l'érosion sur l'aluminisation de l'acier à outil par immersion à chaud
a) Évolution de la corrosion du substrat avec la durée d'immersion, en fonction de la température du bain et de la vitesse de rotation de l'éprouvette et b) Évolution de l'épaisseur totale de la couche intermétallique (sont représentés en bleu les résultats relatifs à notre étude, en rouge ceux obtenus par Yan et al. [6], et en noir ceux obtenus par Shahverdi et al. [11])

Les variations de l'épaisseur totale des couches intermétalliques en fonction de la durée d'immersion pour différentes vitesses de rotation de l'éprouvette, déterminées par Shahverdi et al. [11], sont représentées sur la Figure III.25.b. Elles présentent toutes une évolution exponentielle qui se stabilise ensuite pour devenir asymptotique.

Yan et al. [6] déterminent de leur côté une évolution parabolique de la corrosion pour les alliages « H21 » et AS80 testés à 700 °C en condition dynamique (vitesse de rotation de 300 tours/min). Ces évolutions sont représentées sur la Figure III.25.a.

Ces études montrent que la dissolution est un mécanisme déterminant, qu'il faut prendre en compte dans les cinétiques de croissance des couches intermétalliques, notamment lorsque la température d'aluminisation est élevée.

III.3.4. Mécanisme de dissolution lors de l'aluminisation

La dissolution de la couche intermétallique et ainsi celle du substrat ferreux est un processus fondamental, se superposant à celui de la diffusion dans le mécanisme d'aluminisation à l'état (solide/liquide). Elle se traduit par la destruction de la couche d'alliage (intermétalliques), et se caractérise par le taux de corrosion du métal de base. L'analyse microstructurale de nos échantillons a révélé différentes morphologies de la dissolution, qui dépendent des paramètres expérimentaux (dépendance au temps et à la température), de la nature chimique des alliages et des phases intermétalliques présents, de l'état de surface de l'acier et de la géométrie de l'éprouvette, de la formation de cônes intermétalliques, etc.

La Figure III.26 présente les différents aspects du phénomène de dissolution rencontrés sur nos éprouvettes. Le revêtement comprend en général deux zones. La première (baptisée « zone de réaction ») est miscible avec la couche intermétallique et présente une forte concentration de composés intermétalliques précipités dans la matrice d'aluminium. La densité et la taille de ces composés sont d'autant plus élevées que la température et la durée d'immersion sont importants (cf. Figure III.26.a-d). Cette « zone de réaction » est surmontée d'une structure hypo-eutectique, qui constitue la deuxième zone dont la structure est très proche de celle de l'alliage d'aluminium (cf. Figure III.26.a et b). La deuxième zone peut contenir des phases intermétalliques provenant de la couche d'alliage. Cette structure n'est cependant pas systématique pour toutes les conditions expérimentales.

Les Figure III.26.c et d montrent vers la surface externe de la couche la présence de gros pavés intermétalliques, provenant de la couche ternaire. Ces composés intermétalliques se trouvent en suspension dans le revêtement, et sont parfois alignés le long de l'interface externe. On observe également que la couche d'alliage est très fine par rapport à l'épaisseur de la partie du métal dissoute (corrosion). En effet, de grandes quantités de fer sont mises en réaction avec l'aluminium (aluminisation), alors que la croissance de la couche d'alliage reste très faible. Cela se produit lorsque la vitesse de dissolution l'emporte sur la vitesse de croissance des couches intermétalliques [30]. Les deux mécanismes de dissolution et de la croissance de couche intermétallique sont en effet régis par la diffusion.

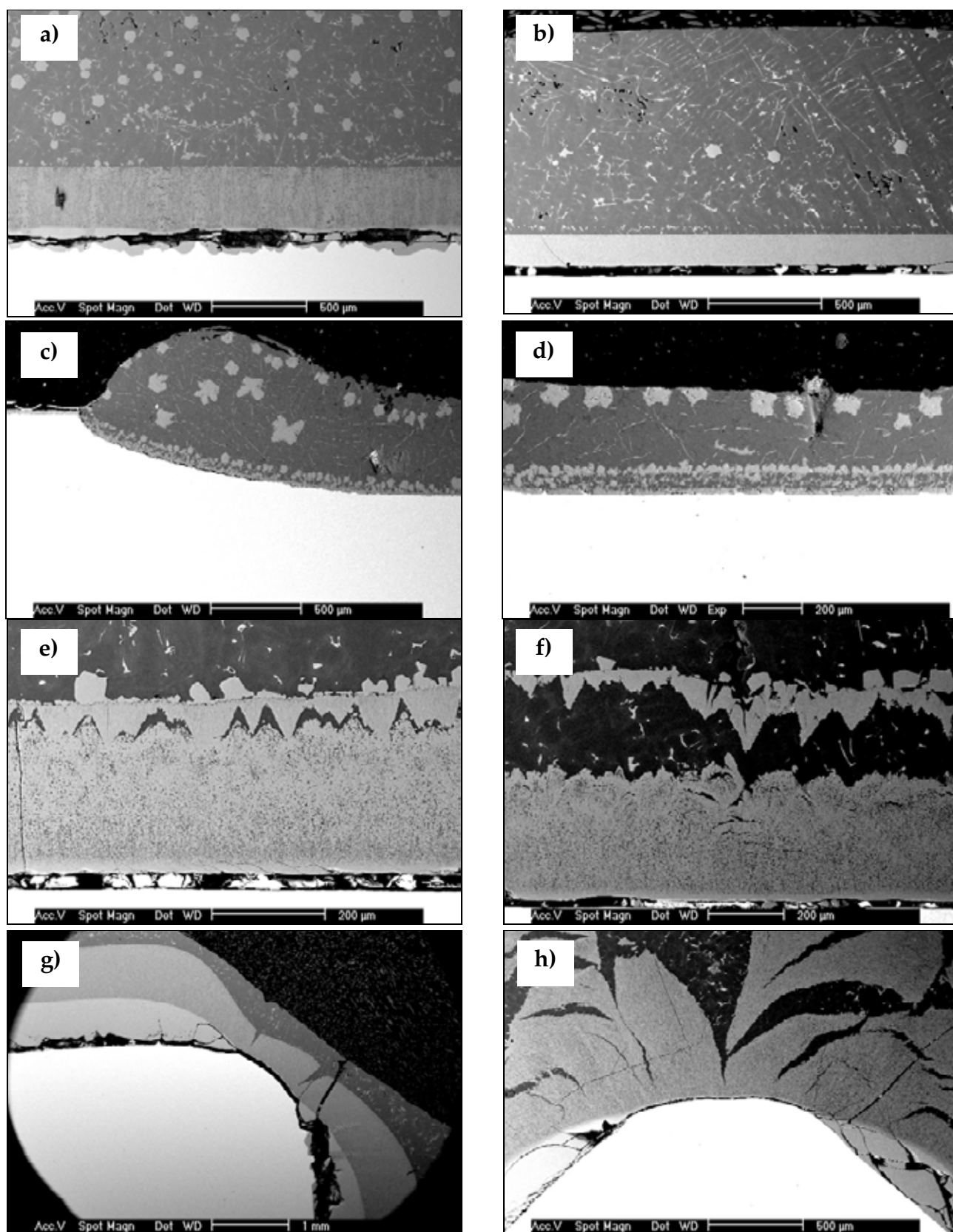


Figure III.26 : Aspects de dissolution de l'acier et des intermétalliques dans les éprouvettes de corrosion, structure du revêtement pour les essais avec l'ADC3 et l'AlSi9Cu3 à 700 °C de 14 h d'immersion (a) et à 600 °C pour 4 h d'immersion (b), corrosion de l'acier et migration des composés intermétalliques vers le revêtement (alliages : ADC3/AS7G, T = 700 °C et t = 2 h) (c et d), décomposition de la couche (C2) (alliages : ADC3/AlSi9Cu3, T = 600 °C et t = 25 h) (e et f), dissolution de la couche d'alliage et croissance de la couche interne (C3) dans le congé pour les essais de 100 h avec AlSi9Cu3 à 650 °C (g) et 600 °C (h)

La diffusion du fer (vers le bain d'aluminium) se fait d'abord à travers la couche d'alliage, où les atomes de fer contribuent avec ceux de l'aluminium et du silicium à la croissance des couches intermétalliques. La dissolution de la couche (C2) dans l'alliage d'aluminium se fait simultanément dans la zone de réaction. Ainsi, les atomes de fer se trouvant dans le revêtement diffusent dans le bain d'aluminium si les gradients de concentration du fer le permettent. La limite de solubilité du fer est respectivement égale à 0,025 %, 2,0 % et 3 % pour les températures de 600, 660 et 700 °C [9]. Une partie du fer se trouve donc en solution solide dans l'aluminium, et la partie en excédent forme avec l'aluminium et/ou le silicium plus d'autres impuretés, des composés intermétalliques sous différentes formes. Lors du refroidissement, la limite de solubilité du fer dans l'aluminium diminue considérablement, ce qui entraîne son rejet de la matrice d'aluminium. Le fer précipite alors, en fonction de la concentration des espèces limitrophes, en formant des cristaux allongés (constitués de la phase τ_6 ou θ -FeAl₃) ou polyédriques (constitués de la phase τ_5 ou d'autres phases éventuelles).

La dissolution de la couche poreuse (C2) peut également se faire par décomposition dans la zone de réaction, comme illustrée sur les Figure III.26.e et f. Ce phénomène, lié à l'enrichissement en aluminium et en silicium de la partie de la couche intermétallique contiguë à l'alliage d'aluminium forme avec les atomes de fer des phases ternaires très solubles dans l'aluminium.

La fissuration des couches intermétalliques favorise également l'aluminisation, en formant des chemins de diffusion à travers les fissures (cf. Figure III.26.g et h). L'épaisseur de la couche totale des intermétalliques est réduite dans ces sites. La dissolution accélérée de la couche (C2) dans ces régions modifie localement l'équilibre thermodynamique devenant défavorable à la formation de la couche (C3) alors formée sur les surfaces planes dans la même éprouvette (cf. Figure III.26. g et h). Les courbes de cinétiques montrent que la croissance de cette couche est très rapide. Son inhibition réduit donc considérablement l'épaisseur totale de la couche d'alliage. Ce constat valide la thèse de croissance selon un mode séquentiel et non simultané des couches C1 et C2 d'une part, et la couche C3 d'autre part.

La forme arrondie observée sur le congé est révélatrice d'une aluminisation préférentielle caractérisée par une forte corrosion sur cette singularité géométrique qui partage deux surfaces d'échange avec l'aluminium. De ce fait, sur les arêtes, l'aluminisation s'effectue selon des flux d'atomes plus importants.

III.3.4.1. Cinétiques de la dissolution de l'acier (corrosion)

La caractérisation de la couche intermétallique dissoute au cours de l'immersion est très complexe, bien qu'elle puisse se faire à l'aide de méthodes analytiques. En revanche, la dissolution de l'acier peut être déterminé par la quantification de l'épaisseur ou de la quantité de matière consommée lors de l'aluminisation. Dans cette étude, l'évolution du front de la surface de l'acier dans le substrat a été choisie comme critère de dissolution (profondeur maximale mesurée à partir du profil de l'interface initiale de l'acier).

Les évolutions de l'épaisseur de dissolution de l'acier (corrosion) et celle de la couche d'alliage, en fonction du temps et de la température, sont représentées sur la Figure III.27. Les épaisseurs de

dissolution reportées sur ces graphiques expriment une moyenne de deux mesures réalisées sur les deux faces latérales initialement polies de l'éprouvette. Les courbes sont représentées avec différentes échelles, pour en faciliter l'exploitation. Les courbes a, c et e montrent des écarts considérables entre l'épaisseur de la couche d'alliage (intermétalliques) et l'épaisseur de dissolution (corrosion) à 600 et 700 °C, alors qu'elles sont pratiquement confondues à 650 °C. À 600 °C, l'épaisseur de la couche d'alliage est beaucoup plus grande que celle de la dissolution, la tendance inverse étant observé à 700 °C. Le rapport des épaisseurs de la partie dissoute de l'acier et de la couche d'alliage, mesurées après 100 heures d'immersion, passe d'un facteur d'environ 0,3 (~30 %) pour l'essai à T = 600 °C, à 0,8 (~50 %) pour T = 650 °C, puis à 4,8 pour T = 700 °C. La dissolution de la matrice à 700 °C est très importante (2,5 mm) ; en même temps, l'épaisseur de la couche d'alliage est considérablement dissoute et réduite par conséquent à une valeur inférieure à celle trouvée dans le cas à 600 °C.

III.3.4.2. Théories de la dissolution

Le processus de dissolution est thermiquement activé, à l'instar du processus de diffusion. Yeremenko [31] rapporte, en citant Nernst, que la dissolution est en effet liée à la diffusion des atomes à travers la couche intermétallique contiguë au liquide. L'évolution de la dissolution en fonction du temps peut par conséquent être décrite par une loi de type parabolique. Les cinétiques de corrosion déterminées (dissolution de l'acier) dans le cas de nos essais semblent être bien décrites par des lois paraboliques notamment à 650 et à 700 °C. Les facteurs de régression ainsi que les facteurs de vitesse calculées sont indiqués sur la Figure III.27.f.

La vitesse de la dissolution de la couche intermétallique, considérée sous le contrôle de la diffusion, est exprimée selon la théorie de Nernst et d'après la référence [31] par l'Équation III.10 :

$$k = \frac{D}{\delta_d} \quad (\text{III.15})$$

où k est le facteur de vitesse de la dissolution, D est la diffusivité des atomes dans le système et δ_d (δ_{cor}) est l'épaisseur de la dissolution.

La dissolution du solide dans le métal liquide est donnée par l'Équation III.16 :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = k \frac{s}{v} (c_s - c) \quad (\text{III.16})$$

où c est la concentration du métal dissous, k la constante de vitesse de la dissolution, s la surface de l'échantillon, v le volume du métal liquide, c_s la concentration de saturation du fer dans l'aluminium (en % massique).

L'intégration de cette équation pour la condition initiale ($t = 0, c = 0$) donne :

$$c = c_s \left[1 - \exp\left(-\frac{kst}{v}\right) \right] \quad (\text{III.17})$$

La concentration s'écrit en fonction de la masse du fer dissoute (m) par l'Équation III.19 :

$$c = \frac{m}{v} \quad (\text{III.18})$$

L'épaisseur équivalente de la couche dissoute est alors donnée par

$$\delta_d = \frac{vc}{\rho_{int}\phi s} \quad (\text{III.19})$$

où s est la surface de l'acier mise en contact, ρ_{int} la densité de la couche intermétallique et Φ est la concentration du fer dans l'intermétallique (en % de masse).

En combinant les Équations III.17, III.18 et III.19, on obtient alors pour l'épaisseur de couche intermétallique dissoute la loi d'évolution suivante :

$$\delta_d = \frac{b}{a} [1 - \exp(-at)] \quad (\text{III.20})$$

avec

$$a = \frac{ks}{v} \quad (\text{III.21})$$

et

$$b = \frac{c_s k}{\rho_{int} \phi} \quad (\text{III.22})$$

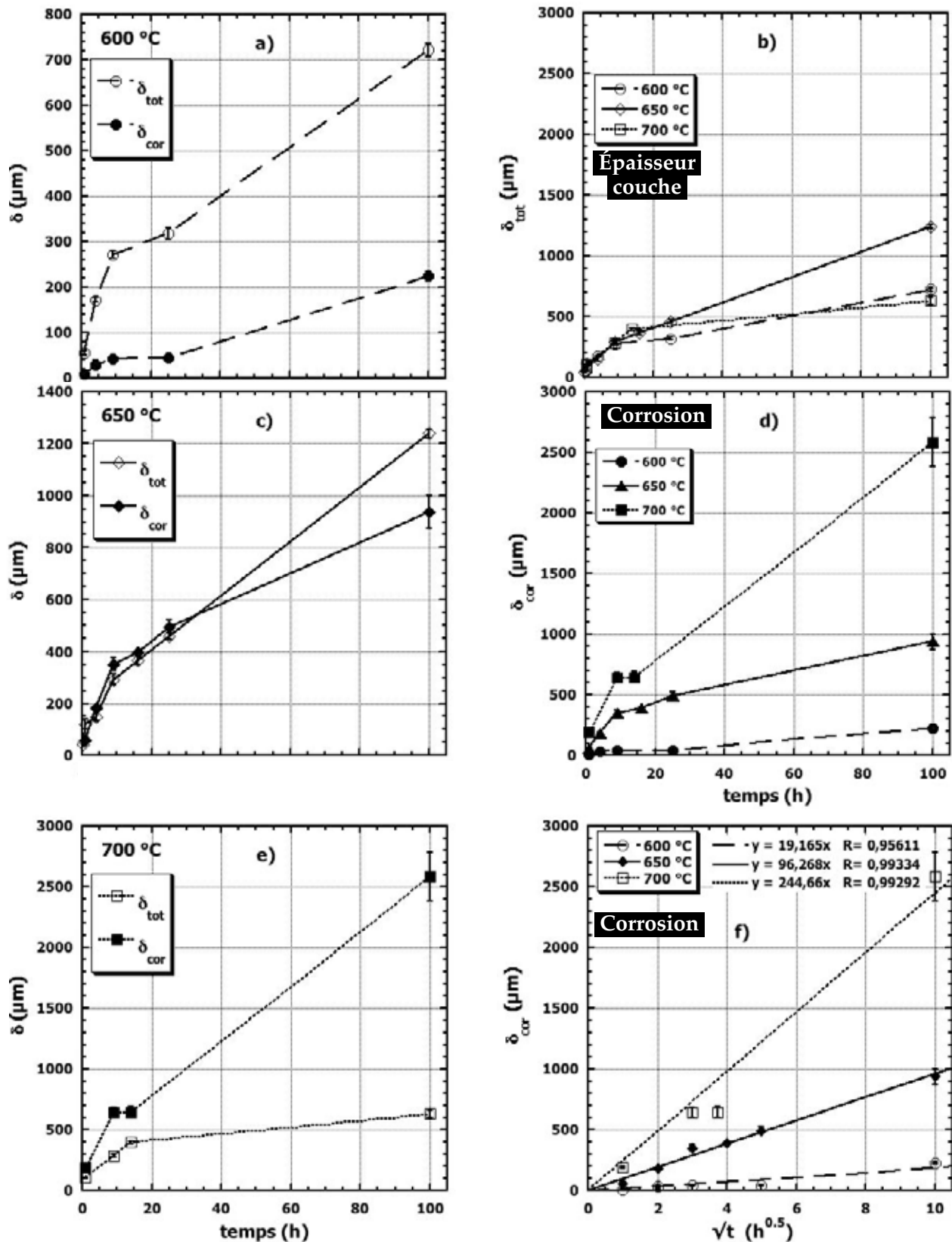


Figure III.27 : Évolution de l'épaisseur de dissolution de l'acier et de l'épaisseur totale de la couche intermétallique en fonction de la durée d'immersion à 600 °C (a), 650 °C (c) et 700 °C (e) Récapitulatif des évolutions de la couche totale (intermétallique) en fonction du temps (b), et de l'épaisseur dissoute du métal en fonction du temps (d) et de la racine de temps (f)

III.4. Discussions et Conclusions

Le mécanisme de formation des couches intermétalliques se révèle être très complexe. Il est précédé par la formation d'une couche limite selon des mécanismes de réaction inter-faciale (adsorption, chimisorption, etc.). Au contact avec l'aluminium liquide, la température de la surface de l'acier s'élève brusquement. Il s'ensuit une dissolution des atomes de fer du substrat, selon des quantités qui varient en fonction de la température et de la teneur en fer dans l'alliage d'aluminium. L'inter-diffusion des espèces chimiques est également activée à haute température, en particulier la diffusion dans le sens opposés des atomes de fer d'une part, et d'aluminium d'une autre part. La diffusivité de l'aluminium dans les intermétalliques étant généralement supérieure à celle du fer [19], conduit à l'enrichissement de la couche limite par les atomes d'aluminium. En même temps, les éléments des alliages (Cr, Mn, et Cu), et notamment le Si, diffusent en sens inverse des gradients de concentration.

Les phases intermétalliques se forment lorsque les concentrations en aluminium, en fer et en silicium à l'interface (couche limite) atteignent une stœchiométrie correspondant à l'une des phases prévues par le diagramme d'équilibre ternaire (cf. Figure III.11, Figure III.12.c, Figure III.13.a et Figure III.14). Les phases dont les conditions thermo-dynamiques sont les plus favorables sont :

- ✓ Phases ternaires : τ_2 , τ_4 , τ_5 , et τ_6 (du côté riche en aluminium) ;
- ✓ Phases binaires : θ -FeAl₃, η -Al₅Fe₂(Si) et ζ -FeAl₂ et FeSi₃ (du côté du fer).

Les analyses d'identification ont montré que la phase τ_5 se formait majoritairement dans la couche ternaire. On retrouve éventuellement des traces de la phase τ_6 , en particulier à 600 °C, mais en moindres proportions par rapport à τ_5 . Cette dernière constitue, avec l'aluminium α -Al, les phases principales présentes dans la **zone de réaction**, aux premiers stades de l'aluminisation.

Le silicium présent dans le mélange de diffusion favorise la formation des phases ternaires, au détriment des autres phases binaires. En effet, pour des alliages d'aluminium dont la teneur en Si est de l'ordre de 8 % (en masse), les phases θ -FeAl₃ et η -Al₅Fe₂(Si) peuvent disparaître complètement au profit de la phase hexagonale τ_5 .

Ainsi, la **couche compacte (C1)**, composée essentiellement de la phase hexagonale τ_5 , peut alors se former. Cette couche présente un aspect compact et une croissance asymptotique. Elle atteint très rapidement une épaisseur critique, au-delà de laquelle se forme la **couche composite (C2)**. Cette dernière est composée elle aussi de la phase τ_5 , mais avec une structure cristalline différente. En effet, la présence des éléments d'alliages (comme le chrome, le manganèse et le cuivre et les impuretés), dont la teneur a atteint la limite du domaine d'existence de la structure hexagonale, entraîne une cristallisation de la phase τ_5 dans le système cubique centré, selon la réaction suivante :



Cette transformation se produit à l'interface entre la couche compacte (C1) et la couche composite (C2). L'épaisseur de la couche (C1) demeure constante car son taux de croissance est limité par le processus induisant sa transformation suivant l'Équation III.23.

La croissance de la couche d'alliage se fait selon deux processus simultanés et antagonistes, dont l'un (la dissolution) tend à réduire son épaisseur et l'autre (la formation par diffusion) favorise au contraire sa croissance. Ces deux mécanismes sont thermiquement activés.

Pendant la croissance de la couche composite (C2), les gradients de concentration des éléments composant dans la couche d'alliage (Al, Fe et Si) s'atténuent progressivement. Lorsque la couche composite atteint une épaisseur critique, de nouvelles couches de caractère fragile apparaissent à l'interface du substrat, suivant le chemin indiqué sur la Figure III.11.b.

La couche composée de la phase $\theta\text{-FeAl}_3$ apparaît en premier lieu au niveau de l'interface, et plutôt du côté de la couche (C1). La réaction se poursuit par la germination et la croissance de la phase $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$, qui compose la couche (C3), et dont la structure est orthorhombique. Favorisée par la diffusivité accélérée de l'aluminium suivant l'axe c , la croissance de la phase $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$ est beaucoup plus grande que celle de la phase $\theta\text{-FeAl}_3$, bien que cette dernière présente une énergie libre de formation plus favorable. Toutefois, le silicium, qui diffuse lui aussi dans la phase $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$, réduit cette croissance orientée en se substituant en solution solide à l'intérieur de la maille cristalline. Le profil de concentration du silicium dans cette couche (C3) est croissant en direction de l'alliage d'aluminium. Le silicium précipite sous la forme de composés intermétalliques dans la couche (C3) lorsque sa concentration, excède sa limite de solubilité dans la phase binaire ($\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$) qui compose la couche (C3). La précipitation se fait à proximité de l'interface avec la couche intermétallique (C3/C1) qui est riche en silicium.

Lorsque l'aluminisation est localisée, elle conduit à la formation de cônes intermétalliques. Cet aspect apparaît dans les zones où le contact entre le substrat et le métal liquide est empêché par la présence de barrières chimiques (d'oxydation par exemple). L'aluminisation se fait alors à travers de « puits de diffusion », formés par une fissuration ponctuelle du dépôt d'oxyde ou par un mécanisme de dissolution électrochimique. Cette morphologie est obtenue selon des séquences de formation de phases intermétalliques identiques à celles décrites précédemment (dans le cas d'une aluminisation généralisée). Toutefois, dans le cône, la diffusion se fait à travers des sites de taille très réduite, ce qui diminue considérablement la vitesse de croissance des couches intermétalliques. De plus, l'inhibition de la diffusion des éléments d'alliages, notamment le silicium, conduit à des épaisseurs plus importantes pour la couche (C1) en retardant sa décomposition, qui donne lieu à la couche (C2). La croissance latérale de ces composés provoque la fissuration de l'oxyde qui recouvre le cône, augmentant ainsi la surface d'échange avec l'alliage d'aluminium. Dès lors, la croissance de la couche d'alliage s'accélère et tend vers une croissance d'une couche continue.

La croissance des couches intermétalliques présente, à haute température, deux formes d'évolution. La modélisation des cinétiques permet de distinguer une loi parabolique pour les durées d'immersion inférieures à 25 h et pour les températures 650 et 700 °C. Le domaine d'application de la loi parabolique s'étend jusqu'à une durée de 100 h pour la température 600 °C. Le modèle utilisé stipule que la couche d'alliage est homogène (monocouche) sa croissance étant exclusivement régie par la diffusion de deux espèces chimiques de diffusivités égales. La définition de la diffusivité utilisée dans ce modèle est très ambiguë car nous savons d'ores et déjà que l'aluminium diffuse plus

rapidement que le fer dans le système Fe-Al [19]. Par ailleurs, la diffusivité est anisotrope dans la couche d'alliage qui est constituée de couches semi-solides et solides. De plus, dans notre cas, le système est polyphasé (multi-phases du système ternaire (Al, Fe, Si)).

Les résultats obtenus par la modélisation à courtes durées d'immersion sont toutefois cohérents avec les travaux de la littérature. Le modèle utilisé a cependant montré ses limites dans le cas des températures élevées pour les longues durées d'immersion, car ne rend pas en compte de :

- ✓ L'apparition différée d'une seconde couche (C3), dont la structure est plus compacte,
- ✓ La dissolution simultanée de la couche ternaire dans le métal liquide.

Différents modèles, basés eux aussi sur la diffusion, ont été proposés pour étudier la croissance des couches dans un système polyphasé. Ainsi, Kidson a généralisé la loi de croissance utilisée dans cette étude pour le cas de multi-couches (n couches avec (n-1) d'interfaces) (cf. [9]).

D'autre part, Dybkov [23, 33] a proposé un modèle qui rend compte de la réaction chimique s'ajoutant à la réaction de diffusion. Dans le cas d'une seule réaction prépondérante, le modèle s'écrit comme suit :

$$\left(\frac{\partial \delta}{\partial t}\right)_{\text{réaction}} = k_{0B1} \quad (\text{III.24})$$

$$\left(\frac{\partial \delta}{\partial t}\right)_{\text{diffusion}} = \frac{k_{1B1}}{\delta} \quad (\text{III.25})$$

$$\frac{\partial \delta}{\partial t} = \frac{k_{0B1}}{1 + (k_{0B1}\delta/k_{1B1})} \quad (\text{III.26})$$

où δ est l'épaisseur de la couche, k_{0B1} la constante de réaction chimique, k_{1B1} la constante de vitesse (dans le cas de la croissance par diffusion). L'Équation III.24 a été formulée de façon à vérifier les conditions aux limites décrites par les Équations III.22 (cinétique chimique) et III.23 (cinétique par diffusion). Cette formulation peut être généralisée pour un système polyphasé (n couche) [33].

La caractérisation de la corrosion de l'acier par l'aluminisation à chaud a permis de mettre en évidence l'effet de la dissolution sur le mécanisme et la cinétique de croissance des couches intermétalliques. Pour intégrer l'effet de la dissolution de la couche intermétallique, le modèle correspondant, décrit ci-dessus, doit être combiné à l'Équation III.26, décrivant la croissance par diffusion en considérant les réactions chimiques, par la soustraction des deux modèles [31]. Le modèle de croissance globale ainsi obtenu s'écrit comme suit [23, 31] :

$$\delta = (2k_1t)^{1/2} + f(t) - \frac{b}{a}[1 - \exp(-at)] \quad (\text{III.27})$$

où le premier terme représente la croissance par diffusion de la couche (correspondant à la croissance dans une solution saturée), $f(t)$ est une fonction de compensation, et le troisième terme correspond à l'épaisseur de la couche dissoute dans la solution.

III.5. Références bibliographiques

1. Shankar, S. et D. Apelian, *Die soldering: Mechanism of the interface reaction between molten aluminum alloy and tool steel*. Metallurgical and Materials Transactions B, 2002. **33**(3): p. 465-476.
2. Chen, Z., D. Fraser, et M. Jahedi, *Structures of intermetallic phases formed during immersion of H 13 tool steel in an Al-11 Si-3 Cu die casting alloy melt*. Materials Science & Engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing, 1999. **260**(1-2): p. 188-196.
3. Winkelman, G., et al., *Morphological features of interfacial intermetallics and interfacial reaction rate in Al-11Si-2.5 Cu-(0.15/0.60) Fe cast alloy/die steel couples*. Journal of Materials Science, 2004. **39**(2): p. 519-528.
4. Sundqvist, M., *Tribological aspects of hot-work tool steels in contact with aluminium*. Materials Engineering Program, Cullen College of Engineering. University of Houston, 1994.
5. Bouayad, A., *Etude expérimentale et modélisation numérique des mécanismes physico-chimiques et des comportements thermomécaniques au niveau de l'interface alliage coulé/insert métallique*. Thèse Doctorat à l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2003.
6. Yan, M. et Z. Fan, *The erosion of H21 tool steel in molten A380 alloy*. Journal of Materials Science, 2000. **35**(7): p. 1661-1667.
7. Molinari, A., et al., *Corrosion behaviour of a surface-treated AISI H11 hot-work tool steel in molten aluminium alloy*. Surface & Coatings Technology, 2000. **126**(1): p. 31-38.
8. Fraser, D., M. Jahedi, et Z. Chen, *The Mechanism of Soldering in High Pressure Die Casting of Aluminium Alloy*.
9. Chacrone, A., *Etude métallographique et cinétique de la formation de la couche d'alliage lors des revêtements d'aciers par l'aluminium et l'aluminium-silicium*. Thèse Doctorat à l'Université de Metz, 1986.
10. Kobayashi, S. et T. Yakou, *Control of intermetallic compound layers at interface between steel and aluminum by diffusion-treatment*. Materials Science & Engineering A, 2002. **338**(1-2): p. 44-53.
11. Shahverdi, H., et al., *Microstructural analysis of interfacial reaction between molten aluminium and solid iron*. Journal of Materials Processing Tech., 2002. **124**(3): p. 345-352.
12. Oudin, A., *Thermo-mechanical fatigue of hot-work tool steels*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines des Paris, 2001.
13. Mebarki, N., *Relation Microstructures – Propriétés Mécaniques d'Aciers Martensitiques Revenus Destinés aux Outillages de Mise en Forme d'Alliages Légers*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines des Paris, 2001.
14. Tsujii, N., et al., *Effect of testing atmosphere on low cycle fatigue of hotwork tool steel at elevated temperature*. ISIJ international, 1995. **35**(7): p. 920-926.
15. Michaud, P., *Influence des Éléments d'Alliages sur la Relation entre les Précipitations et les Propriétés Mécaniques Usuelles d'Aciers à Outils à 5 % de Chrome*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines des Paris, 2006.
16. Delagnes, D., *Comportement et tenue en fatigue isotherme d'aciers à outils Z38CDV5 autour de la transition oligocyclique-endurance*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines des Paris, 1998.
17. Pontevichi, S., et al., *Chimie d'interface du couple fer/alliage Al-Si (13, 5% Si): aspects théoriques et appliqués*. J. Phys. IV France, 2004. **122**: p. 75-80.
18. Maitra, T. et S. Gupta, *Intermetallic compound formation in Fe-Al-Si ternary system: Part II*. Materials Characterization, 2002. **49**(4): p. 293-311.
19. Richards, R., et al., *Metallurgy of continuous hot-dip aluminizing*. International Materials Reviews(UK), 1994. **39**(5): p. 191-212.
20. Mitterer, C., et al., *Application of hard coatings in aluminium die casting, soldering, erosion and thermal fatigue behaviour*. Surface & Coatings Technology, 2000. **125**(1-3): p. 233-239.
21. Gopal, S., A. Lakare, et R. Shivpuri, *Evaluation of thin film coatings for erosive-corrosive wear prevention in die casting dies*. Surface engineering, 1999. **15**(4): p. 297-300.
22. Lugscheider, E., et al., *Corrosion tests of PVD coatings with die lubricant used for Al high-pressure die-casting dies*. Surface & coatings technology, 1998. **108**(1-3): p. 408-412.
23. Gopal, S., A. Lakare, et R. Shivpuri, *Soldering in Die Casting: Aluminum Alloy and Die Steel Interactions*. Die Casting Engineer, 2000. **44**(3): p. 70-81.
24. Zhu, H., J. Guo, et J. Jia, *Experimental study and theoretical analysis on die soldering in aluminum die casting*. Journal of Materials Processing Tech., 2002. **123**(2): p. 229-235.
25. Schütze, M., *Protective oxide scales and their breakdown*. John Wiley & Sons, New York, USA, 1997.
26. Dybkov, V., *Interaction of 18Cr-10Ni stainless steel with liquid aluminium*. Journal of Materials Science, 1990. **25**(8): p. 3615-3633.
27. Denner, S. and R. Jones, *Kinetic Interactions Between AluminumLiquid and Iron/SteelSolid for Conditions Applicable to Hot Dip Aluminizing*. Met. Technol., 1977. **4**(3): p. 167-174.
28. Yu, M., R. Shivpuri, et R. Rapp, *Effects of molten aluminum on H13 dies and coatings*. Journal of Materials Engineering and Performance, 1995. **4**(2): p. 175-181.
29. Philibert, J., *Diffusion et transport de matière dans les solides*. Les Éditions de Physique, 1985.

30. Joshi, V., A. Srivastava, et R. Shivpuri, *Intermetallic formation and its relation to interface mass loss and tribology in die casting dies*. Wear, 2004. **256**(11-12): p. 1232-1235.
31. Yeremenko, V., Y. Natanzon, et V. Dybkov, *The effect of dissolution on the growth of the Fe 2 Al 5 interlayer in the solid iron-liquid aluminium system*. Journal of Materials Science, 1981. **16**(7): p. 1748-1756.
32. Dybkov, V., *Reaction diffusion in heterogeneous binary systems. Pt. 1: Growth of the chemical compound layers at the interface between two elementary substances: one compound layer*. Journal of Materials Science, 1986. **21**: p. 3078-3084.
33. Dybkov, V., *Reaction diffusion in heterogeneous binary systems. Pt. 2: Growth of the chemical compound layers at the interface between two elementary substances: two compound layers*. Journal of Materials Science, 1986. **21**: p. 3085-3090.
34. Bouayad, A., et al., *Kinetic interactions between solid iron and molten aluminium*. Materials Science & Engineering A, 2003. **363**(1-2): p. 53-61.

Chapitre IV : Durée de vie et mécanismes d'endommagement en fatigue thermique

Chapitre IV : Durée de vie et mécanismes d'endommagement en fatigue thermique	127
IV.1. Introduction	128
IV.2. Étude paramétrique de la FT	129
IV.2.1. Effet de la géométrie de l'éprouvette	130
IV.2.2. Effet de la température maximale du cycle thermique	138
IV.2.3. Effet des conditions atmosphériques	146
IV.2.4. Effet de l'aluminisation	153
IV.3. Mécanismes d'endommagement par FT	158
IV.3.1. Oxydation de l'X38CrMoV5 en FT	158
IV.3.2. Mécanismes d'amorçage	161
IV.3.3. Mécanismes de fissuration de l'acier (macro-fissures)	167
IV.3.4. Mécanisme de propagation des fissures et durée de vie	174
IV.4. Conclusion	177
IV.5. Références Bibliographies	179

IV.1. Introduction

Comme nous l'avons montré au Chapitre I, l'endommagement par FT des outillages de FSPAl se manifeste d'abord par la formation de réseaux de micro-fissures superficiels (faiénçage) puis, à plus grand nombre de cycles, par la propagation de macro-fissures, qui peuvent conduire dans certains cas à la rupture finale de l'outil. Par ailleurs, l'adoucissement (cyclique) de la partie superficielle des moules endommagés ainsi que l'omniprésence des oxydes et des intermétalliques sur les surfaces de fissures témoignent de la complexité des mécanismes intervenant dans la fissuration des moules.

L'objectif, dans ce Chapitre, est de caractériser l'endommagement propre à la FT en le dissociant des effets liés à l'environnement. Les synergies résultant de l'interaction entre la FT, l'oxydation et/ou l'aluminisation sont étudiées par le couplage de sollicitations. Nous avons à cet effet mené des essais de FT sur des éprouvettes en forme de disque ou de cylindre, sous des atmosphères diverses, tout en conservant des conditions de sollicitation thermiques et thermomécaniques similaires. La chaleur transmise à la surface du moule par l'aluminium liquide en fonderie est « simulée » par un flux électromagnétique induit à la surface externe de l'éprouvette. Les gradients thermiques engendrés dans la structure sont amplifiés durant le chauffage par le refroidissement interne de l'éprouvette (circulation d'eau en continu). Le système de chauffage est enfin maintenu dans une enceinte fermée, afin de contrôler les conditions atmosphériques. Cet environnement expérimental a permis d'étudier, de manière individuelle, les effets de la pression partielle d'oxygène, de la géométrie d'éprouvette, de la température maximale du cycle thermique, de l'oxydation et de l'aluminisation.

La matrice globale des essais de FT réalisés sera tout d'abord exposée, puis nous présenterons les résultats relatifs à chaque paramètre d'essais. À la fin de ce chapitre, nous décrirons les mécanismes contribuant à l'endommagement par FT, en nous appuyant sur les travaux bibliographiques ainsi que les analyses de caractérisation menées sur nos éprouvettes (observation microscopique, analyses chimiques, analyses par DRX, et mesures de micro-dureté). Les courbes de durée de vie obtenues pour les différents paramètres étudiés sont récapitulées à la fin du Chapitre.

IV.2. Étude paramétrique de la FT

Une matrice des essais de FT a été établie, afin d'organiser l'étude des effets de la température maximale du cycle, de la pression partielle d'oxygène, et de l'aluminisation (cf. Tableau IV.1). Les premiers essais ont consisté à optimiser la géométrie de l'éprouvette de FT. Une fois la géométrie choisie, les essais de FT ont été conduits en utilisant trois cycles thermiques, afin d'étudier l'effet de la température maximale. L'effet de l'atmosphère a été étudié grâce aux essais effectués sous différentes conditions atmosphériques, en utilisant comme référence le cycle 100-650°C. Le rôle de l'oxydation est ainsi déduit en comparant les résultats des essais sous atmosphère inerte aux essais conduits sous air. L'effet de l'aluminisation a, pour sa part, été étudié en testant des éprouvettes de FT pré-aluminisées. La matrice d'essai relative à chacun des paramètres d'essai est présentée dans le Tableau IV.1.

Température→	550 °C			600 °C			650 °C		
Atmosphère→	N2	Ar	Air	N2	Ar	Air	N2	Ar	Air
Éprouvette↓									
« SRG » (vierge)									X
« SR3 » (vierge)				X					X
« SR1 » (vierge)			X	X		X	X	X	X
						X	X		X
« SR1 »* (préaluminisée)							X		X

Tableau IV.1 : Matrice globale des essais de FT réalisés au cours de cette étude (N2: azote et Ar : argon)

« SR1 »* : éprouvette préalablement aluminisée par le procédé « Pack cémentation »¹

Les plans d'essais relatifs à chaque paramètre étudié seront d'abord détaillés. Les résultats seront présentés ensuite selon les trois aspects d'endommagement (l'oxydation et son endommagement, l'amorçage, et la propagation des fissures). L'observation de l'éprouvette au MEB permet de caractériser la morphologie de l'oxydation et son évolution au cours des cycles, ainsi que de détecter les défauts à l'échelle microscopique (faïençage). L'analyse par DRX permet d'identifier les phases issues des interactions avec l'environnement. Les courbes de propagation ont été établies en mesurant la trace des fissures sur la surface du disque (cf. Chapitre II). Les analyses post-mortem permettent enfin de caractériser les mécanismes d'oxydation, d'amorçage et de propagation des fissures.

L'amorçage en fatigue est un critère de durée de vie controversé. Il correspond généralement au nombre de cycles nécessaires à l'amorçage d'un défaut (décohésion et création de nouvelles surfaces libres), dont la taille est déterminée au préalable. La définition de l'amorçage est arbitraire, et dépend de la résolution relative au moyen d'observation. On distingue dans notre cas, l'amorçage relatif à la micro-fissuration superficielle (faïençage) et celui correspondant à la période nécessaire pour la croissance de macro-fissures (dans le substrat) de taille allant de 0,1 et 0,5 mm. Les courbes d'évolution de macro-fissures, représentées par la progression au cours des cycles de la profondeur de fissure par rapport au point extrême de la crête des éprouvettes, décrivent la période de la propagation.

¹ : Le procédé d'aluminisation d'éprouvette de FT par le « Pack Cémentation » est décrit en Annexe B3.

IV.2.1. Effet de la géométrie de l'éprouvette

Les trois types de géométries d'éprouvette de FT à section réduite (« SRG », « SR13 » et « SR3 »)² ont été utilisés. Les éprouvettes ont été testées sous air, en utilisant le cycle de référence 100-650 °C. La période de chauffage est de l'ordre d'une seconde, et le temps de refroidissement (conséquence du refroidissement naturel jusqu'à 100°C) change légèrement d'une géométrie à l'autre. La fréquence d'interruption des essais est choisie en fonction de l'évolution de l'endommagement, spécifique à chaque géométrie d'éprouvette. Le plan d'expérience détaillé de ces essais est donné dans le Tableau IV.2.

Tmax (°C)	Géométrie	Désignation	Nombre de cycles d'interruption (cycles)													
			2500	5000	7500	10000	12500	15000	17500	20000	25000	30000				
650	SR1	SR103	2500	5000	7500	10000	12500	15000	17500	20000	25000	30000				
650	SR3	SR301	6000			13000			16000			22700		25700		
650	SRG	SRG	2000	4000	5000	7500	10000	12500	17500	20000	22500	25000	27500	30000	35000	45000

Tableau IV.2 : Plan d'expérience des essais de FT réalisés avec différentes géométries d'éprouvette

IV.2.1.1. Endommagement superficiel

La Figure IV.1 présente, sous différents angles d'observation, des micrographies réalisées au microscope optique et au MEB sur des éprouvettes « SR1 », « SR3 » et « SRG ». Les trois colonnes de cette figure représentent respectivement, de la gauche vers la droite, des vues de dessus (d'ensemble et de détail), et de côté.

On observe, sur les différentes géométries d'éprouvette, les mêmes aspects d'endommagement par FT. La surface de l'éprouvette soumise aux cycles thermiques subit des flux de chaleur provoquant une augmentation brutale de sa température. La chaleur diffuse ensuite vers le centre de l'éprouvette (région plus froide). La température en chaque point de l'éprouvette s'élève ainsi et atteint des niveaux qui varient en fonction de son rayon de courbure. En effet, l'onde thermique se propage dans le disque perpendiculairement à l'axe radial « r », formant des cercles concentriques isothermes dont la température maximale diminue avec le rayon du cercle. Cela se manifeste sur la surface latérale du disque par un gradient d'oxydation, représenté par des zones oxydées homogènes en forme de cercles concentriques et adjacents. Ces dernières présentent différentes couleurs ou aspects et correspondent à des intervalles de températures bien définis (cf. Figure IV.1.c). Cependant, sur la crête de l'éprouvette où le chauffage est uniforme, une fine couche homogène d'oxyde recouvre la surface. L'oxydation est généralisée sur les éprouvettes « SR1 » et « SR3 » et partielle (non uniforme) dans le cas de la géométrie « SRG » (cf. Figure IV.1).

² : Éprouvettes de FT de section réduite de formes variables. Les différentes géométries d'éprouvette « SRG », « SR3 » et « SR1 », sont décrites dans le Chapitre II, et les plans correspondants sont reportés en Annexe A2.

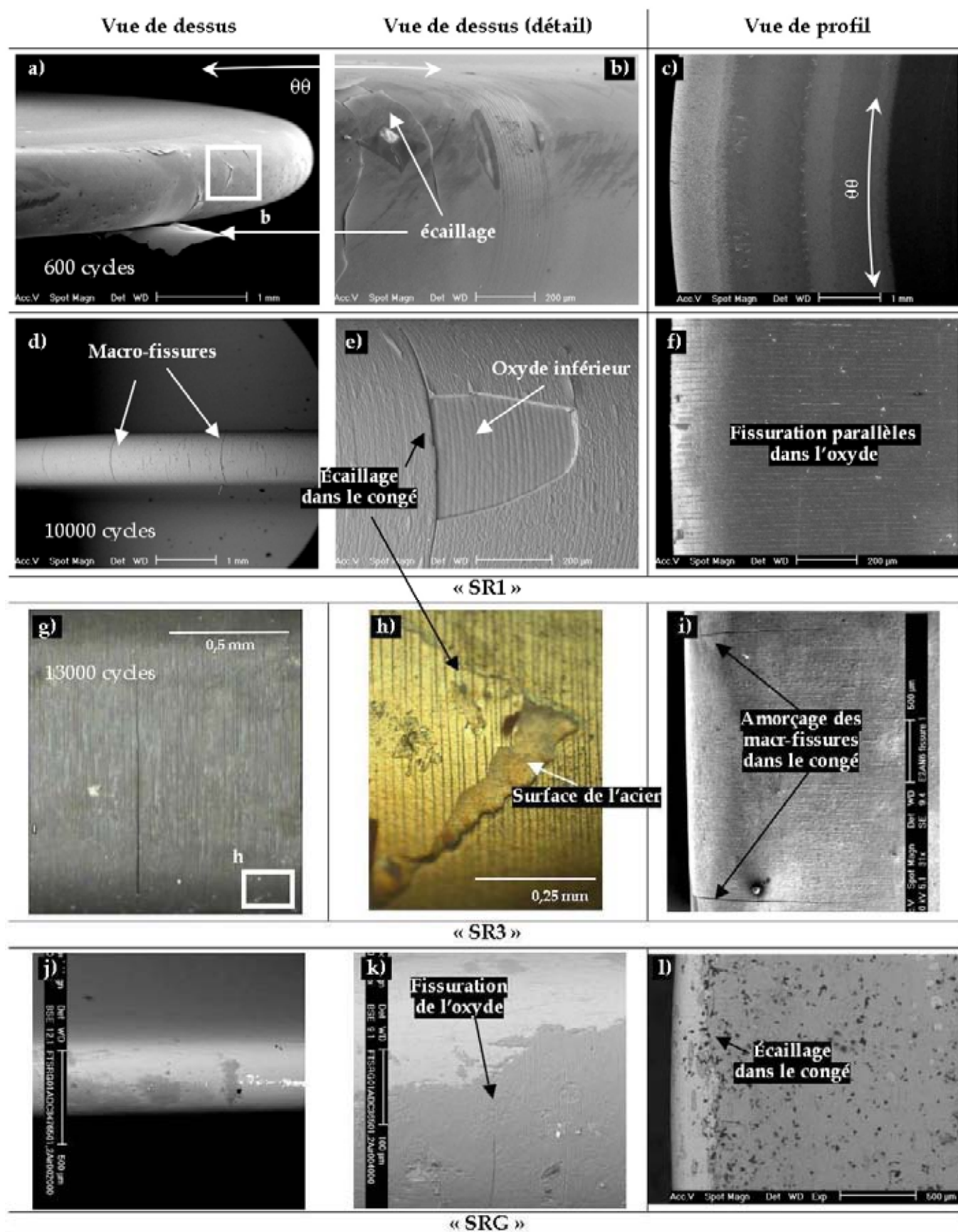


Figure IV.1 : Différents aspects de l'endommagement superficiel observé sur les trois géométries d'éprouvettes: « SR1 » (a-f), « SR3 » (g-i) et « SRG » (j-l) (cycle 100-650°C sous air)

Sous l'effet de contraintes d'origines diverses, la couche d'oxyde se rompt sous deux formes :

- ✓ Soit par « bloc » du fait de l'écaillage ou du flambement (cf. Figure IV.1.a, b, e et h),
- ✓ Soit en multi-fissures parallèles, orientées perpendiculairement à l'axe ortho-radial « $\theta\theta$ » et constituant ainsi un réseau de faïençage uniaxial³ (cf. Figure IV.1.b et f).

L'endommagement par écaillage est particulièrement fréquent dans les zones de courbures, alors que le faïençage uniaxial apparaît spécifiquement dans les zones où l'oxyde est adhérent au substrat. L'écaillage de l'oxyde pré-fissuré par le faïençage uniaxial conduit au détachement en bloc d'une partie de la couche (cf. Figure IV.1.e et h).

Les micro-fissures s'amorcent exclusivement dans l'oxyde et leur propagation se limite à la couche d'oxyde dans les premiers stades. En effet, dès les premières centaines de cycles, bien que la formation de l'oxyde soit encore localisée, les micro-fissures s'amorcent dans ces sites d'oxydation, dont l'adhérence avec l'acier est relativement forte. Leur propagation dans le substrat est différée d'un nombre de cycles variable en fonction des conditions d'essai. La Figure IV.1.k ainsi que la Figure IV.2.b illustrent l'arrêt des micro-fissures à la frontière des zones oxydées, pendant la phase d'amorçage.

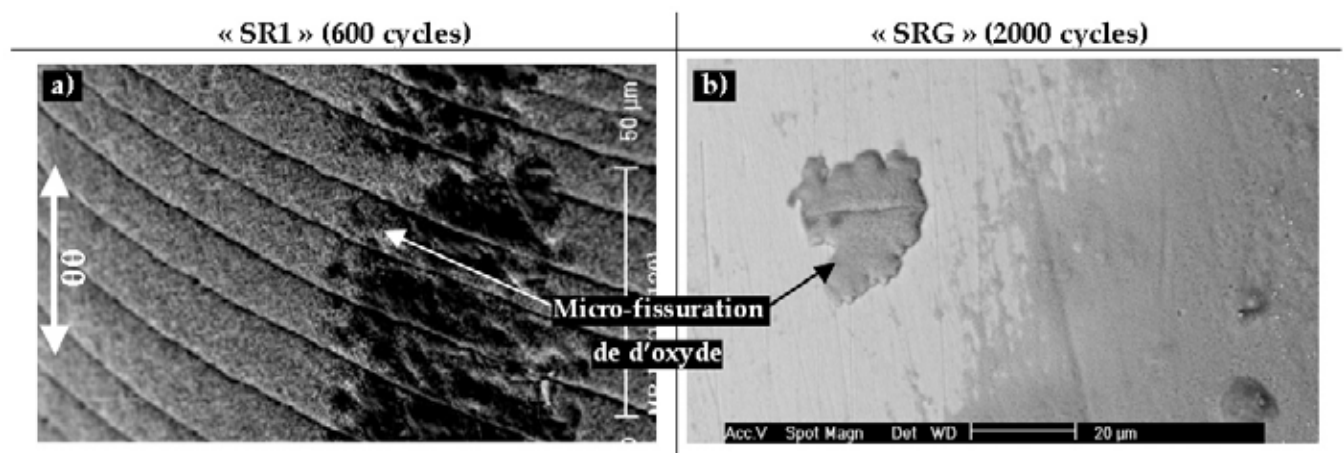


Figure IV.2 : Amorçage des micro-fissures dans la couche d'oxyde sur l'éprouvette « SR1 » (a) et « SRG » (b)

Au début de l'amorçage, les zones de fissuration sont localisées et isolées et présentent de courtes micro-fissures (cf. Figure IV.3.a et b). La distance inter-fissures, qui détermine la concentration de la micro-fissuration (densité de faïençage), est relativement importante à ce stade par rapport à un plus grand nombre de cycle. Les micro-fissures se généralisent progressivement sur la totalité de l'oxyde (cf. Figure IV.3.a-i). Elles se propagent en surface perpendiculairement à l'axe ortho-radial avant de traverser la crête et de déboucher sur les parties latérales du disque. Certaines micro-fissures (secondaires) « disparaissent » lors de la croissance du faïençage uniaxial. Les micro-fissures persistantes paraissent plus ouvertes, alors que les micro-fissures secondaires sont remplies par l'oxyde (cf. Figure IV.3.n et o).

³ : Le faïençage de type uniaxial est utilisé pour désigner le mode d'endommagement des éprouvettes de FT caractérisées par des microfissures multiples, parallèles et régulières.

Dans le cas de l'éprouvette de type Glenny (« SRG »), où l'oxydation n'est pas uniforme, le faïençage est limité dans les zones oxydées (localisé).

IV.2.1.2. Amorçage et propagation des macro-fissures en mode I

Dans cette section, nous définissons l'amorçage, comme l'apparition d'une fissure macroscopique qui se développe dans le substrat. L'amorçage de macro-fissures implique donc la propagation d'une ou plusieurs micro-fissures dans l'acier. L'observation des faces latérales de l'éprouvette permet de les détecter à l'échelle de quelques dizaines de microns ($\sim 50 \mu\text{m}$). La forme elliptique de la fissure dans le congé complique cependant la mesure de sa profondeur dans cette zone. Nous utilisons donc la méthode analytique décrite au Chapitre II pour estimer la profondeur maximale de la fissure à partir de la projection horizontale de la trace de la fissure sur la surface.

Plusieurs macro-fissures s'amorcent simultanément à partir du réseau de micro-fissures. Les macro-fissures se distinguent par leur ouverture, et se répartissent de manière aléatoire sur la crête des éprouvettes (cf. Figure IV.3.j).

Une transformation morphologique du réseau de faïençage est observée lors de l'apparition de la macro-fissuration (cf. Figure IV.3.k, l et n). Il s'agit d'un gonflement local des lèvres des macro-fissures, qui augmente la rugosité de la surface de l'oxyde. Ceci est accompagné par une diminution de la densité du faïençage, due à la disparition des micro-fissures secondaires. En effet, seules les micro-fissures se propageant en sous-couche (dans l'acier) sont visibles en surface. Sur la Figure IV.4.a, qui illustre une vue du faïençage à la fois en surface et en coupe, on peut en effet identifier les micro-fissures principales présentant un aspect bombé en surface comme celles qui se sont propagées dans le substrat. La propagation des micro-fissures secondaires présentant une surface plane se trouve limitée à la couche d'oxyde.

Peu de fissures se développent en profondeur, marquant ainsi la formation de macro-fissurations. La durée de vie à l'amorçage est plus courte dans le cas des éprouvettes de type « SR1 » et « SR3 » par rapport à la géométrie de type Glenny (« SRG »). En effet, les macro-fissures sont détectées respectivement à 5000, 6000 et 17500 cycles.

Les macro-fissures évoluent simultanément en profondeur, dans le substrat et sur la surface (dans l'oxyde) où elles suivent, dans les premiers stades de propagation (partie supérieur de l'éprouvette), le chemin de propagation de la micro-fissuration (cf. Figure IV.1.e et Figure IV.3.j et m).

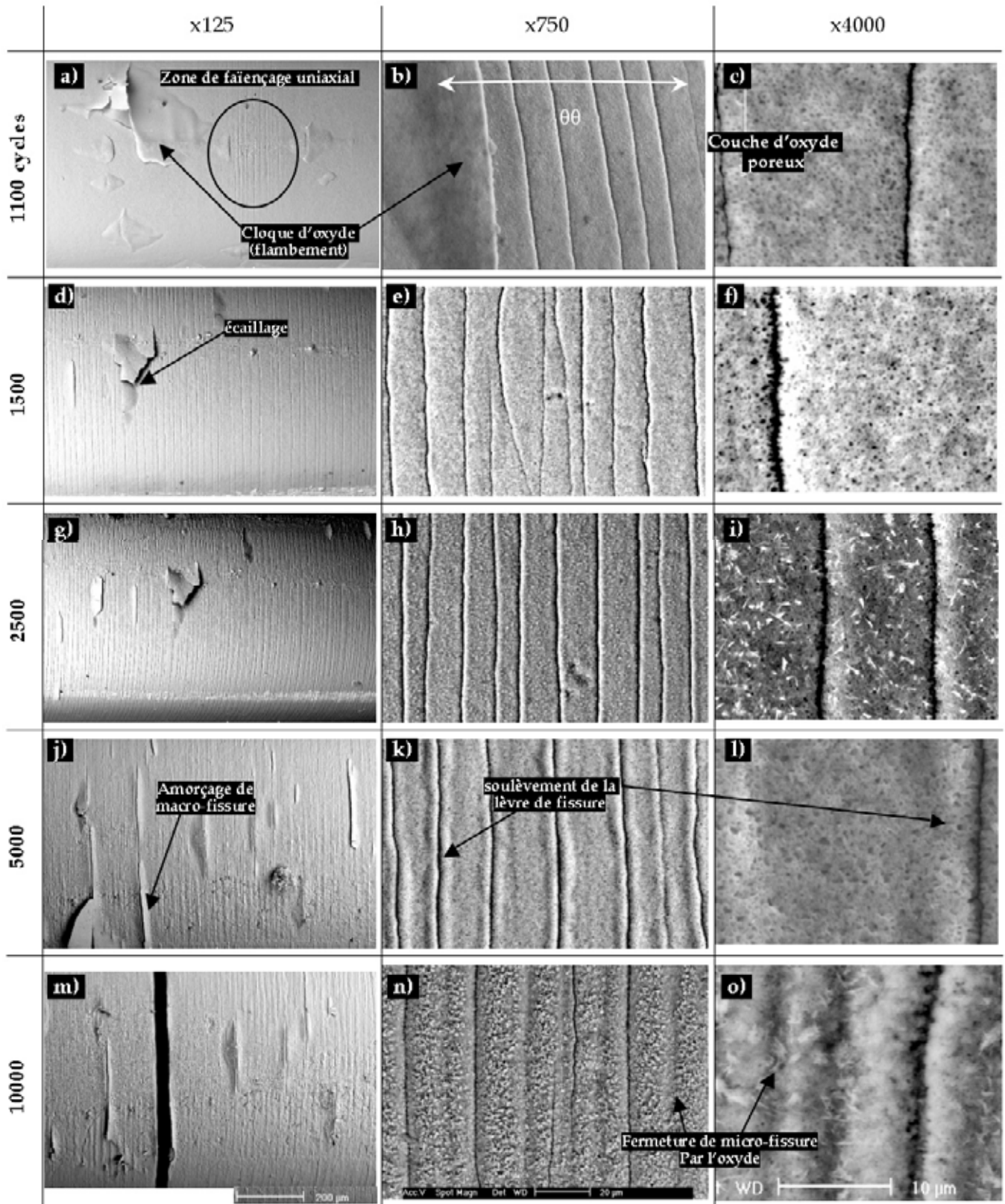


Figure IV.3 : Évolution de l'endommagement par FT de l'éprouvette « SR1 » au cours des cycles (essais sous air avec le cycle 100-650 °C) : croissance de l'oxydation, de la micro-fissuration « faïençage uniaxial », et des « macro-fissures »

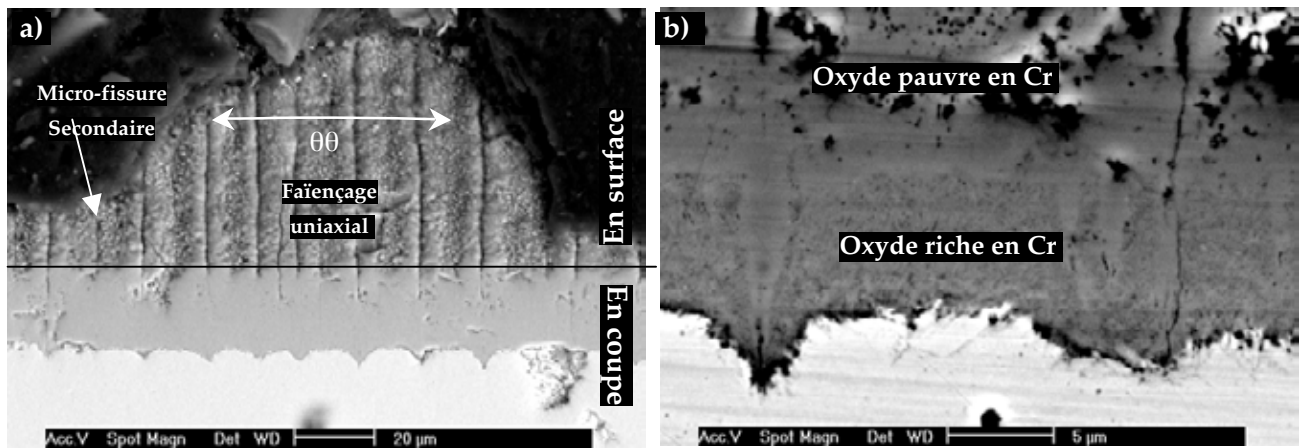


Figure IV.4 : a) Correspondance entre les micro-fissures en surface (faïençage) et en profondeur, b) Vue détaillée de l'interface entre l'acier et l'oxyde (« SR1 », 100-650 °C sous air, 30000 cycles)

Pour les trois types de géométrie, la propagation des macro-fissures est, à l'instar de la microfissuration, contrôlée par la contrainte circonférentielle. La Figure IV.5 montre que dans une échelle macroscopique les fissures évoluent suivant un plan normal à l'axe ortho-radial « $\theta\theta$ » en mode d'ouverture (Mode I). Cependant, la propagation peut se faire localement suivant des plans inclinés (cf. Figure IV.5.d et e). Pour les fissures les plus profondes, le chemin de propagation est plus accidenté en surface (cf. Figure IV.5.g).

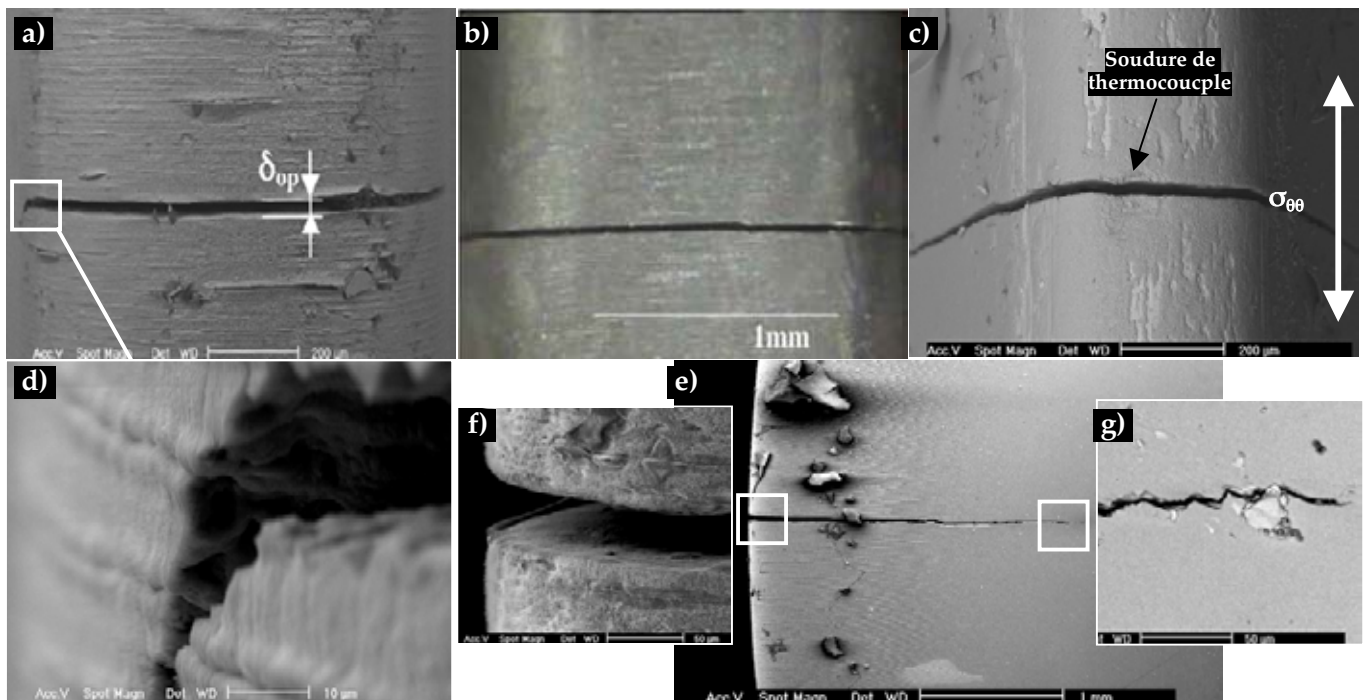


Figure IV.5 : Propagation de fissures en mode d'ouverture dans le cas d'éprouvettes à section réduite « SR1 » (a, d-g), « SR3 » (b) et « SRG » (c)

À l'issue de l'amorçage de la macro-fissuration, les fissures dont la profondeur est inférieure à 100 microns s'arrêtent momentanément, et l'on ne dénombre, en général, que deux fissures (diamétralement opposées) dont la propagation se poursuit au-delà de 2 mm de profondeur.

Pour l'éprouvette « SR3 », la phase de propagation se fait tout d'abord dans l'un des deux congés, où le front de la fissure avance dans un sens incliné par rapport à l'axe radial « rr ». La pointe de la fissure située sur la partie supérieure du disque progresse plus rapidement (suivant l'axe « zz ») que celle située sur le bord latéral du disque (suivant l'axe « rr »). La fissure s'équilibre au-delà des congés, lorsque ses deux bords débouchent sur les faces latérales du disque. Dans le cas des éprouvettes « SR1 » et « SRG », les fissures s'amorcent dans le congé de manière symétrique par rapport au plan de symétrie normal à l'axe de l'éprouvette. La détermination de la propagation des fissures y est par conséquent plus aisée, en particulier dans le cas de « SR1 ».

Les courbes de propagation, présentées en Figure IV.6.a, illustrent une évolution classique d'une fissure de FT en forme de « S » (sigmoïdale). La propagation de la fissure s'accélère au départ dans le congé, puis se stabilise pour ralentir lorsqu'elle atteint une certaine profondeur. Au-delà de la zone de courbure, la fissure évolue de manière similaire dans les géométries « SR1 » et « SR3 ». La propagation est plus lente dans le cas de la géométrie « SRG » où la décélération commence à de plus faibles profondeurs. Dans ce cas (« SRG »), les fissures ne dépassent pas une profondeur de 2,5 mm (55000 cycles) alors qu'elles sont aussi nombreuses que dans le cas des autres géométries.

Sur la Figure IV.6.b sont représentées les évolutions de l'ouverture de fissures (mesurée à froid en arrière de fissure) en fonction de leur profondeur de propagation. Ainsi, on observe que les fissures s'ouvrent davantage pendant leur croissance. L'ouverture de la fissuration varie cependant très peu en fin d'essai. L'analyse en coupe montre que les fissures sont remplies d'oxyde, formé sur les nouvelles surfaces libres créées lors de la propagation (cf. Figure IV.7). L'observation in-situ montre que la fissure se ferme durant le chauffage et s'ouvre lors de refroidissement. La fermeture cyclique conduit ainsi à la fragmentation de l'oxyde présent sur les surfaces internes de la fissure. La propagation des fissures est généralement trans-granulaire. Dans les parties les plus chaudes (à faible profondeur), la propagation est assistée par l'oxydation, qui affecte une zone superficielle du substrat entraînant ainsi l'émoussement de la tête de fissure (cf. Figure IV.7.b). L'effet de l'oxydation s'atténue en profondeur, où les surfaces fraîchement créées sont exposées à l'air pour des durées plus courtes et à plus faibles températures. En l'absence d'oxydation, les fissures présentent des branchements (bifurcation) le long des joints de lattes (cf. Figure IV.7.a).

Les micrographies au MEB des faciès de rupture des fissures principales sur les éprouvettes « SR1 » et « SRG » sont illustrées respectivement en Figure IV.8.a et b. L'analyse fractographique montre que les surfaces de rupture sont très oxydées et présentent une forte rugosité. Le front de fissure est plus avancé à cœur que sur les faces latérales du disque. Cela traduit que les fissures se propagent plus rapidement à cœur où elles évoluent en état de déformation plane. La zone plastique en tête de la fissure est en effet plus grande sur la surface libre, où la propagation s'effectue en état de contraintes planes. Dans le cas de la géométrie « SRG », le décalage du front de fissure à cœur et en surface est plus important. De plus, l'épaisseur de l'éprouvette augmente en profondeur, pour cette géométrie, modifiant ainsi les conditions de sollicitation.

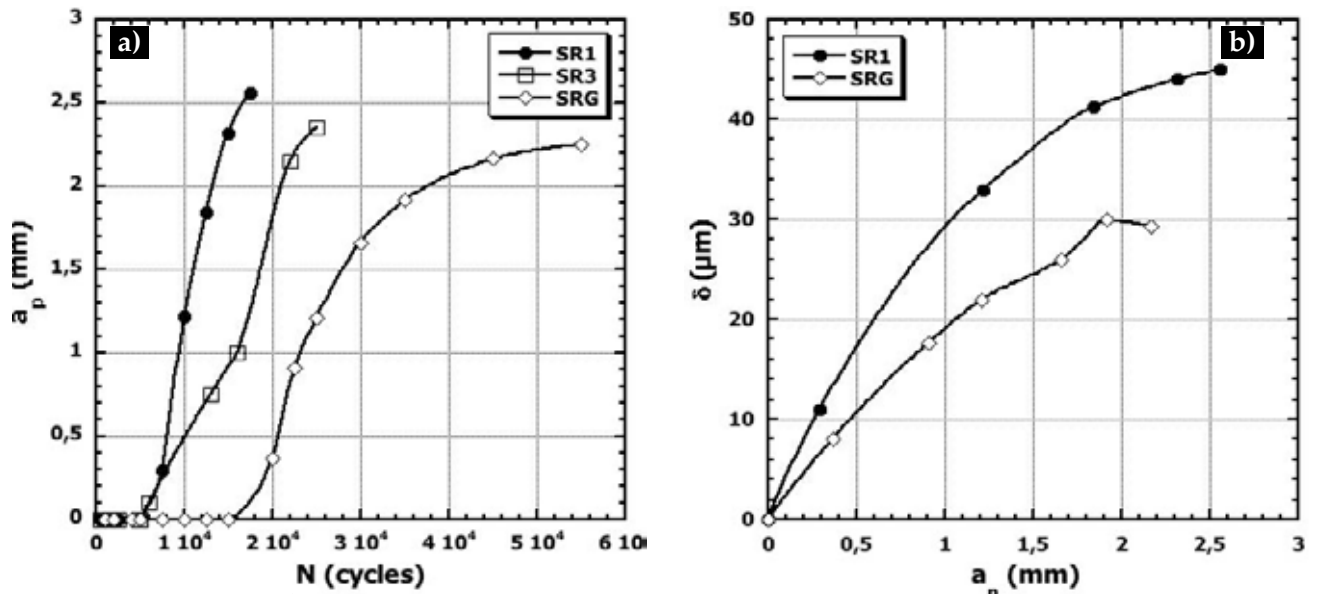


Figure IV.6 : Évolution de la profondeur (a) et de l'ouverture (b) de la fissure principale, pour les trois géométries « SR1 », « SR3 » et « SRG » (cycle 100-650 °C sous air)

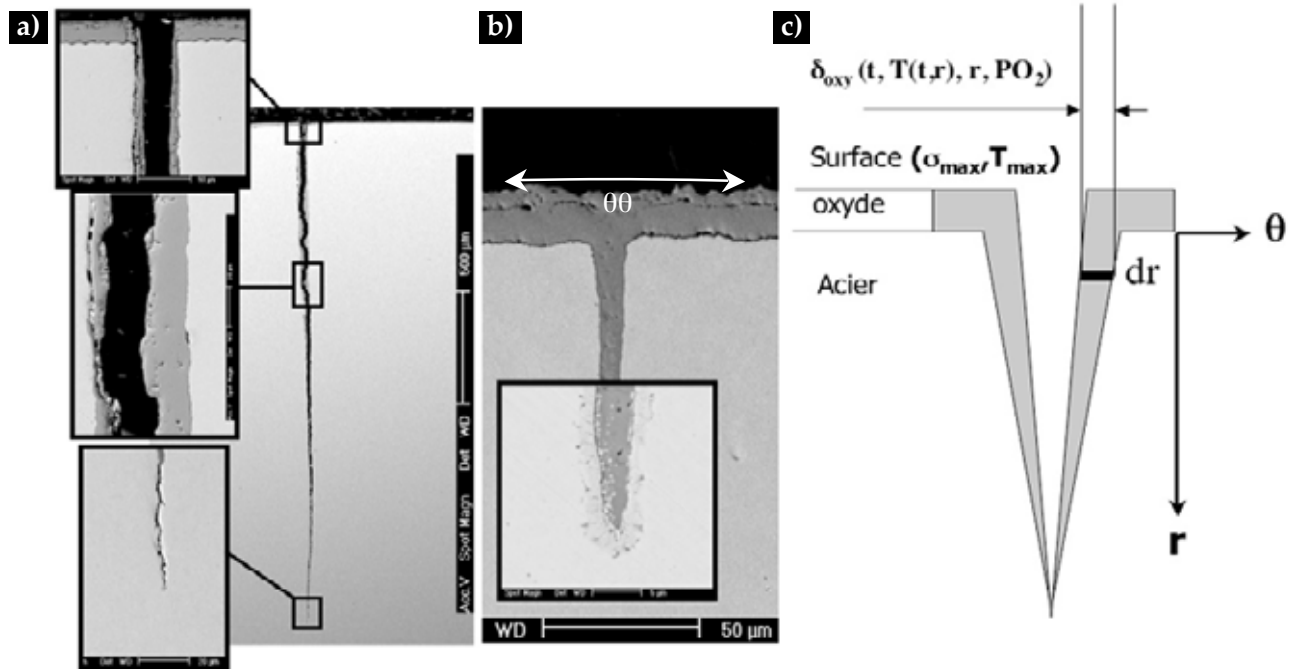


Figure IV.7 : Mécanismes de propagation (en profondeur) des fissures de FT (« SR1 » 100-650 °C sous air 30000 cycles) ; a) fissure longue, b) fissure courte et c) schéma de fissure de FT sous air

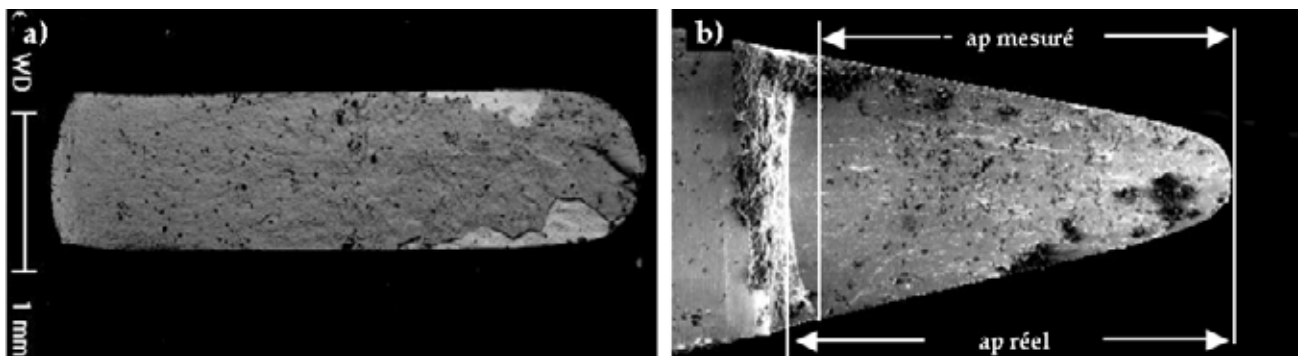


Figure IV.8 : Observation au MEB du faciès de rupture de la fissure principale Dans le cas de la géométrie « SR1 » à 30000 cycles (a) et « SRG » à 55000 cycles (b)

IV.2.2. Effet de la température maximale du cycle thermique

Les résultats précédents montrent que la géométrie « SR1 » est la plus appropriée pour l'étude de la FT. Des essais à trois niveaux de température maximale (550 , 600 et 650 °C) ont été réalisés à l'air du laboratoire, pour étudier l'effet de la température maximale du cycle sur l'endommagement par FT, couplé à l'oxydation. Le plan d'expérience de ces essais est détaillé dans le Tableau IV.3.

Remarque : La température en surface des éprouvettes désignées par « SR101 » et « SR104 » a été élevée accidentellement au-delà du niveau maximal envisagée pendant trois cycles consécutifs. Les températures maximales atteintes lors de la surchauffe (chocs thermiques) sont respectivement 850 et 700 °C. Les périodes relatives à l'application des chocs thermiques sont représentées dans le Tableau IV.3 par des cellules de couleur grise.

Tmax (°C)	Géométries	Désignation	Nombre de cycles à l'arrêt (cycles)														
550	SR1	SR115	100000				200000				300000				400000		
600		SR104	5000	10000	20000	25000	30000	35000	40000	45000	50000	55000	70000	80000	85000	87500	90000
600		SR105	80000					100000					121000				
650		SR101	600	1100	1500	2500	5000	7500	10000	12500	15000	17500	20000				
650		SR103	2500	5000	7500	10000	12500	15000	17500	20000	25000	30000					

Tableau IV.3 : Plan d'expérience des essais de FT réalisés avec la géométrie « SR1 » pour étudier l'effet de la température maximale du cycle thermique sur l'endommagement par le couplage FT-Oxydation

IV.2.2.1. Oxydation

La Figure IV.9 illustre les différents aspects de la couche d'oxyde formée sur la surface de l'éprouvette en fonction de la température maximale du cycle ($T_{\max}$). La morphologie de l'oxyde évolue au cours de l'essai et varie selon la $T_{\max}$. Ainsi, à grand nombre de cycles, on peut distinguer deux principaux types de morphologies :

- Une morphologie en paillettes juxtaposées, pour $T_{\max} = 550$ et 600 °C ,
- Une morphologie mixte (de type alvéolaire et en paillettes), pour $T_{\max} = 650$ °C.

L'analyse métallographique en coupe de l'interface (cf. Figure IV.10) montre que la couche d'oxyde est composée de plusieurs couches. On distingue, de l'acier vers la surface libre, une couche interne riche en chrome, une couche intermédiaire pauvre en chrome et une fine couche externe. Les discontinuités observées dans la partie interne correspondent à la pénétration de l'oxyde pauvre en chrome à travers les micro-fissures. Ces dernières constituent en effet des chemins d'oxydation préférentiels lorsqu'elles atteignent la surface de l'acier.

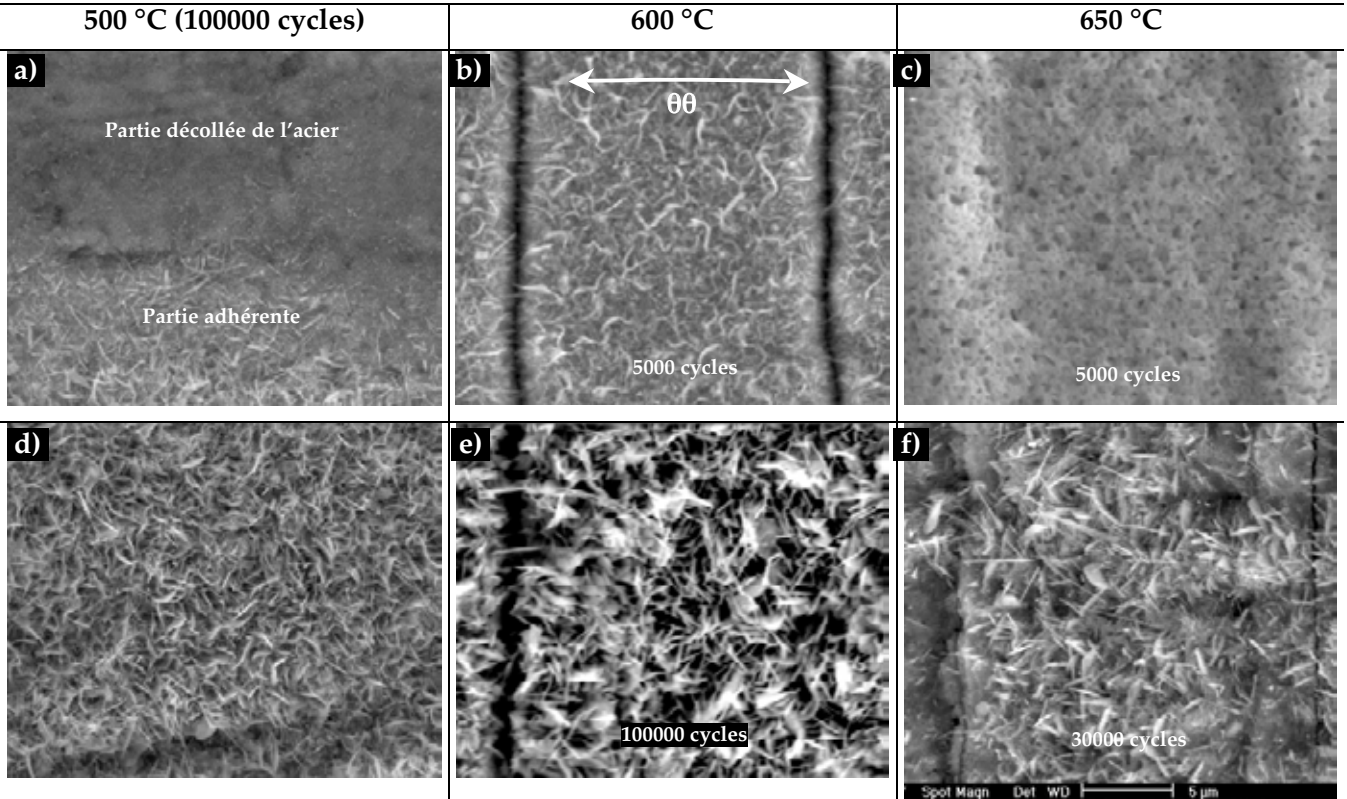


Figure IV.9 : Différentes morphologies superficielles de l'oxyde formé au cours des essais de FT, en fonction de la température maximale du cycle : en paillettes juxtaposées (a, b, d et e), de type alvéolaire (c) et mixte (f)

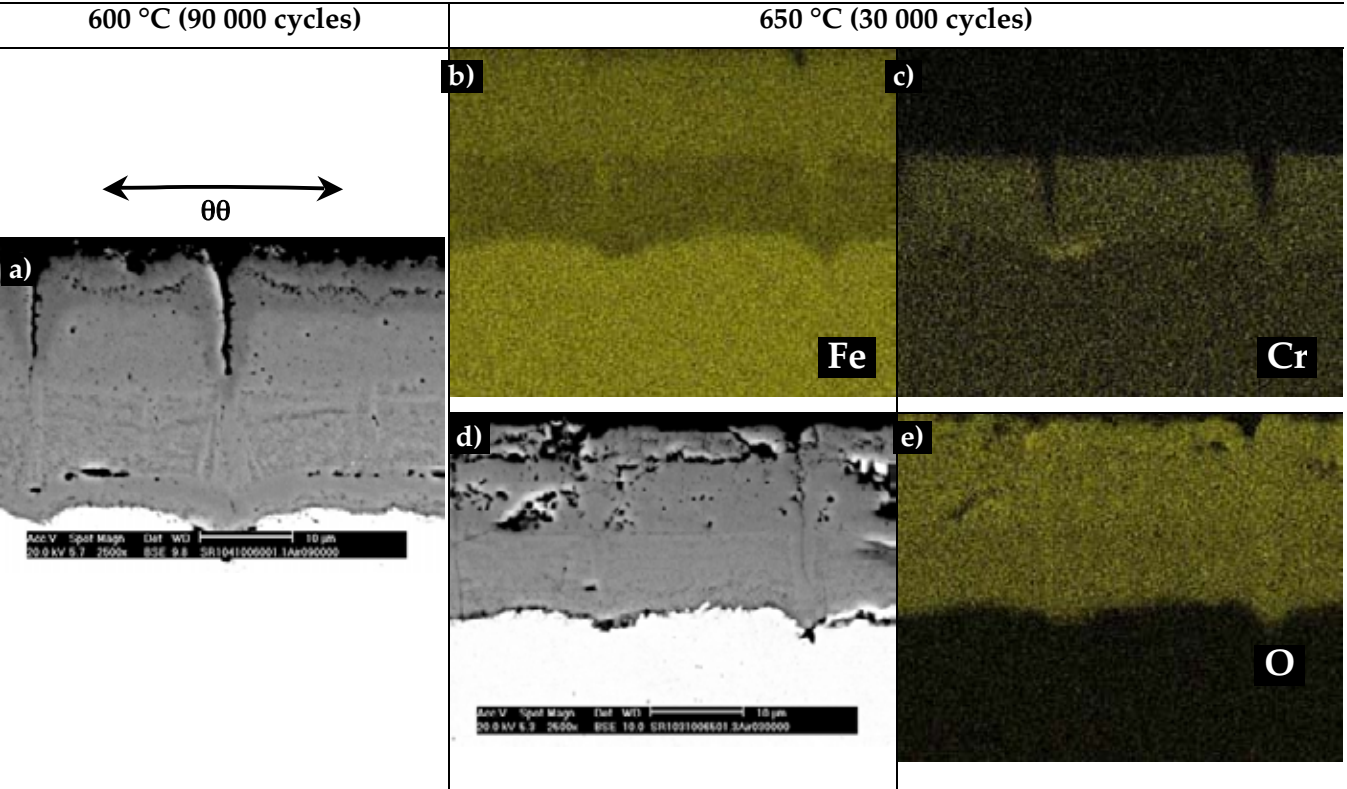


Figure IV.10 : Répartition des éléments chimiques composant la couche d'oxyde formée à 600 °C (a) et 650 °C (b, c, d et e)

Sur la Figure IV.11 sont représentés les diffractogrammes de DRX résultant de l'analyse en surface de la partie supérieure (crête) des éprouvettes testées respectivement à 650, 600 et 550 °C (« SR103 », « SR105 » et « SR115 »). En abscisses et en ordonnées figurent respectivement la position du pic en degrés (2 θ) et son intensité (en nombre de coups).

Pour les essais à $T_{\max} = 600$ et 650 °C, les mêmes phases⁴ sont identifiées dans la couche d'oxyde. On distingue respectivement, de l'interface de l'acier vers la surface externe, la magnétite Fe₃O₄, et l'hématite Fe₂O₃. Le chrome se substitue au fer dans la magnétite pour former des spinelles (Fe,Cr)₃O₄ à proximité de l'acier. La magnétite n'est pas observée dans le cas de l'essai à $T_{\max} = 550$ °C (cf. Figure IV.12). Cette phase ne se forme pas en raison de l'écaillage cyclique de l'hématite au fur et à mesure de sa formation (cf. Figure IV.13.a-c).

IV.2.2.2. Évolution du faïençage uniaxial

L'endommagement superficiel et en sous-couche des éprouvettes testées à 600 °C est identique à celui qui est observé à 650°C (cf. Figure IV.13.e-i). Il est caractérisé par la croissance d'une épaisse couche d'oxyde dans laquelle se forme un réseau de faïençage uniaxial dont la densité, inversement proportionnelle à la distance inter-fissures, diminue graduellement au cours de l'essai (cf. Figure IV.14). Les distances inter-fissures ainsi obtenues sont du même ordre que celles qui sont déterminées sur les extrémités des éprouvettes « CFT » (géométrie cylindrique large [1]), sollicitées dans des conditions thermiques proches (vitesse de chauffage ~460 °C/s).

L'analyse en coupe des éprouvettes, attaquées à l'acide chromique, montre que le mécanisme d'amorçage est identique à 600 ou 650 °C (cf. Figure IV.13.g-i). Sur les Figure IV.13.g-i, on peut distinguer un amorçage trans-granulaire et inter-granulaire. Ces micrographies permettent également de mettre en évidence la structure stratifiée de la couche d'oxyde. En effet, l'acide chromique réagit, lors de l'attaque électrolytique, avec les composés riches en chrome (comme les carbures ou l'oxyde). Il permet ainsi de dissoudre les carbures situés sur les joints de grains, ainsi que la couche inférieure de l'oxyde (riche en chrome).

Dans le cas de l'essai à $T_{\max} = 550$ °C, l'endommagement superficiel est caractérisé par un fort écaillage de l'oxyde (cf. Figure IV.13.a-d). La micro-fissuration (faïençage uniaxial) n'est pas observée à cette température, à l'exception des zones de soudures du thermocouple, qui présentent une excroissance d'oxyde fortement adhérente à l'acier. L'aspect stratifié des oxydes décollés laisse penser que le phénomène d'écaillage est cyclique.

⁴ Pour l'identification des phases composant l'oxyde de fer nous avons utilisé les fiches JCPDS suivantes : la wüstite : (FeO#06-0615), la magnétite : (Fe+2Fe₂+3O₄#33-0664) et l'hématite : (Fe₂O₃#19-0629). La fiche JCPDS utilisée pour la détermination de la phase de ferrite est (α -Fe#06-0696).

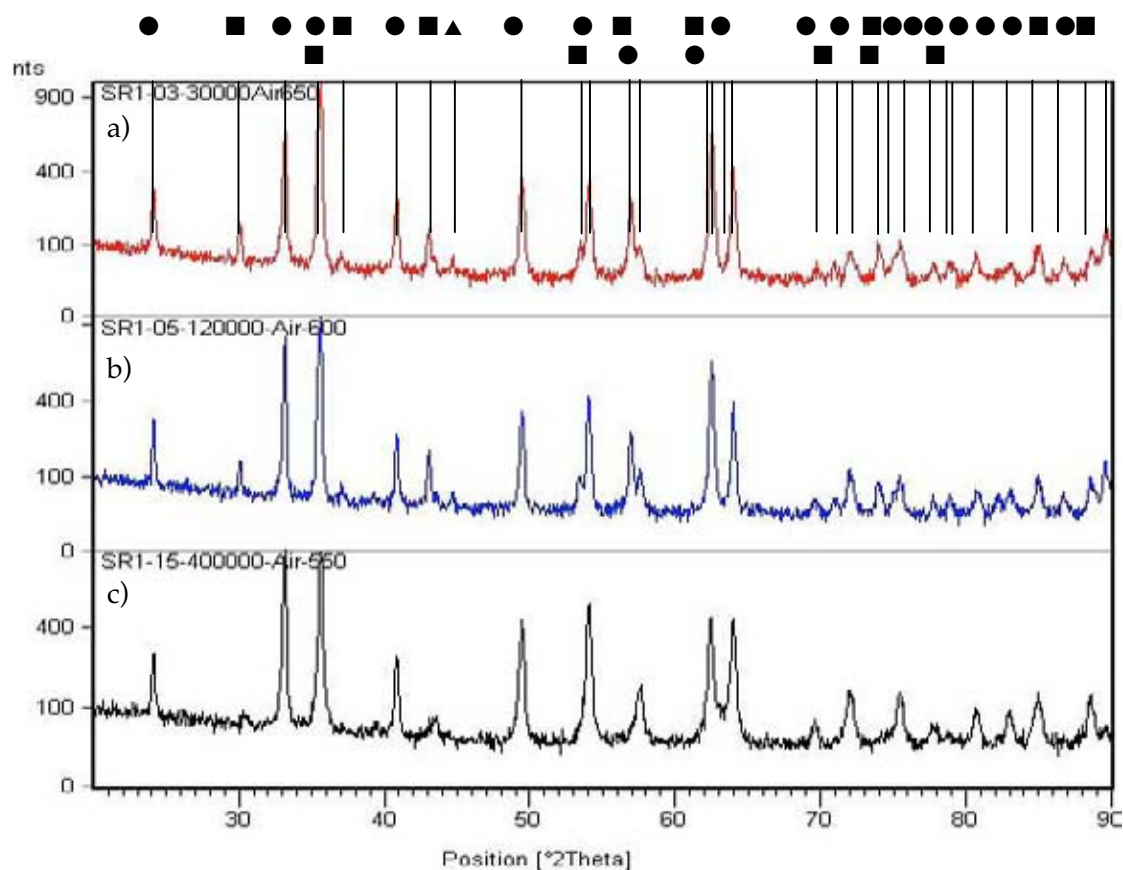


Figure IV.11 : Diffractogrammes de DRX réalisés à la surface des éprouvettes testées à 650 °C (a), 600 °C (b) et 550 °C (c) ($\blacktriangle$: α -Fe, $\blacksquare$: Fe_3O_4 et $\bullet$: Fe_2O_3)

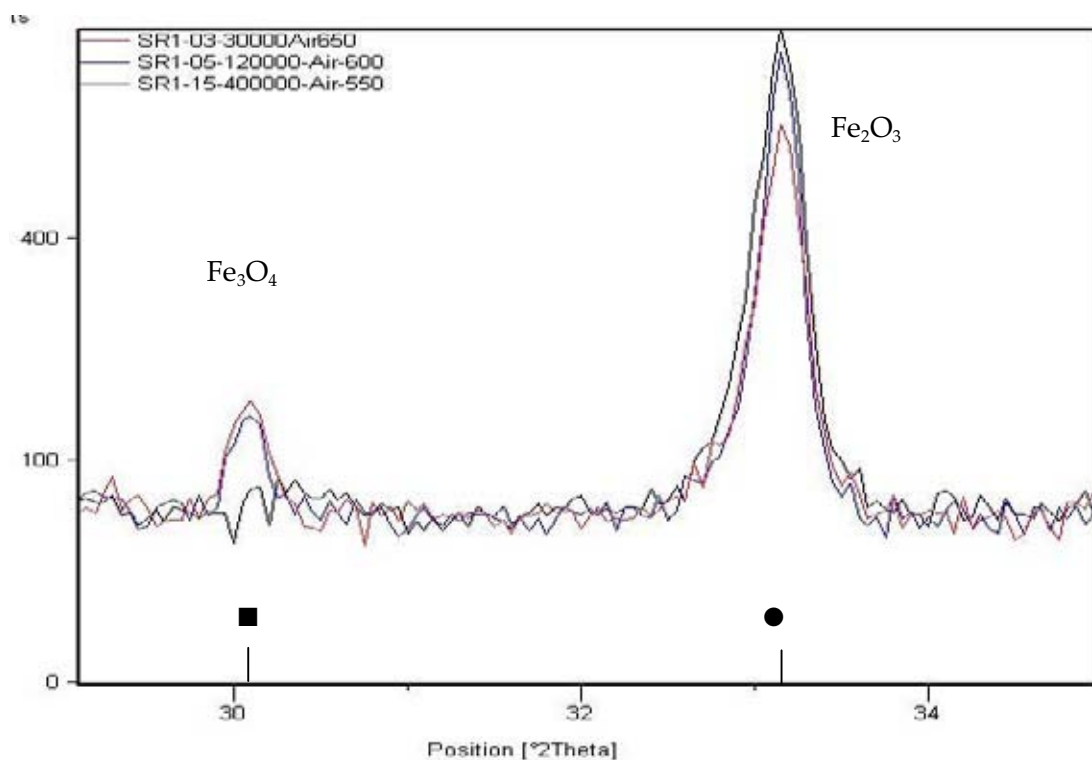


Figure IV.12 : Détail des trois spectres dans les domaine angulaires $29^{\circ} < 2\theta < 35^{\circ}$ (a)

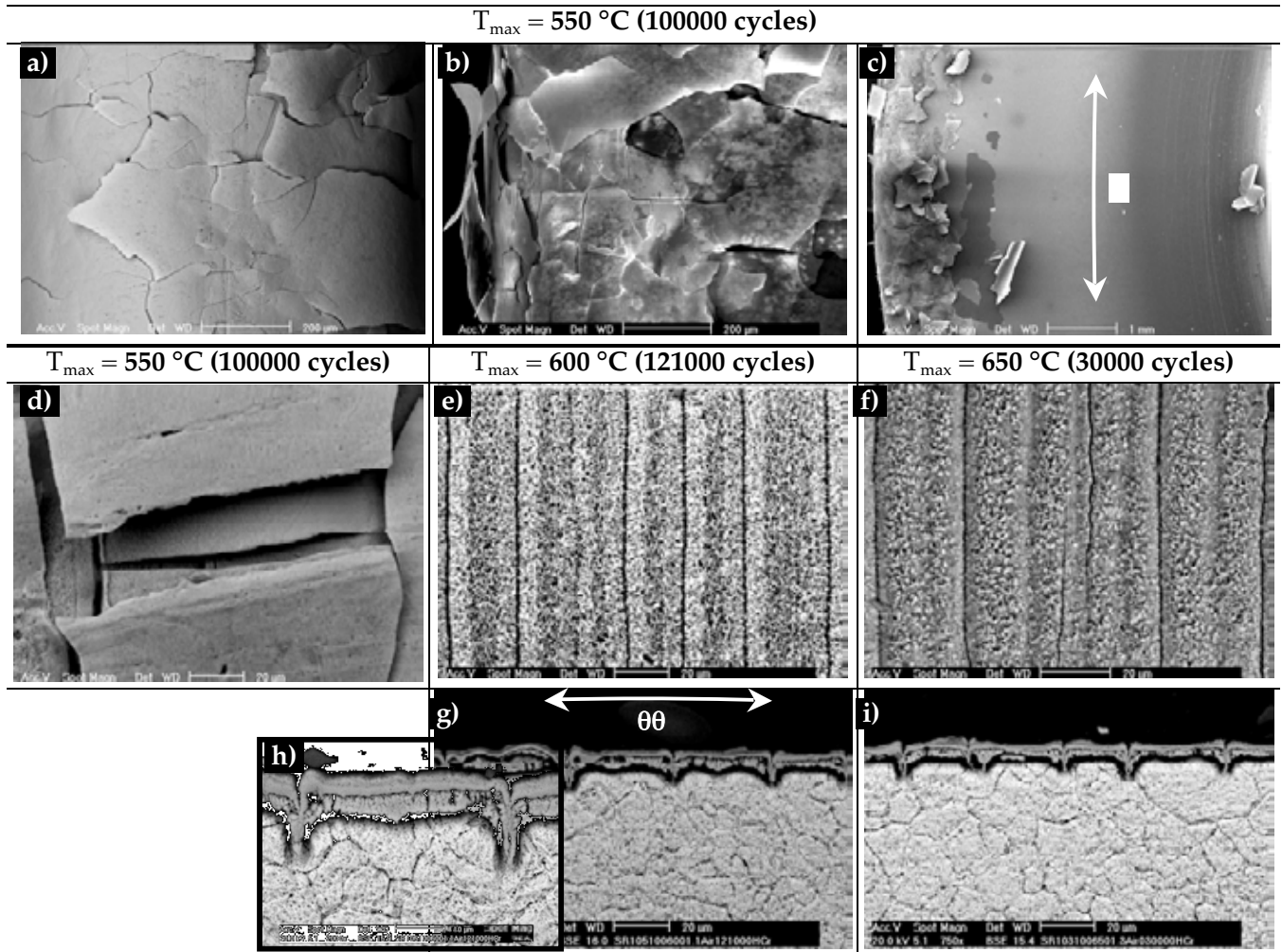


Figure IV.13 : Morphologie de l'endommagement superficiel en fonction de la température de l'essai : vues de dessus (a et d-f), vues de profils (b et c) et vues en coupe après attaque à l'acide chromique (g-i)

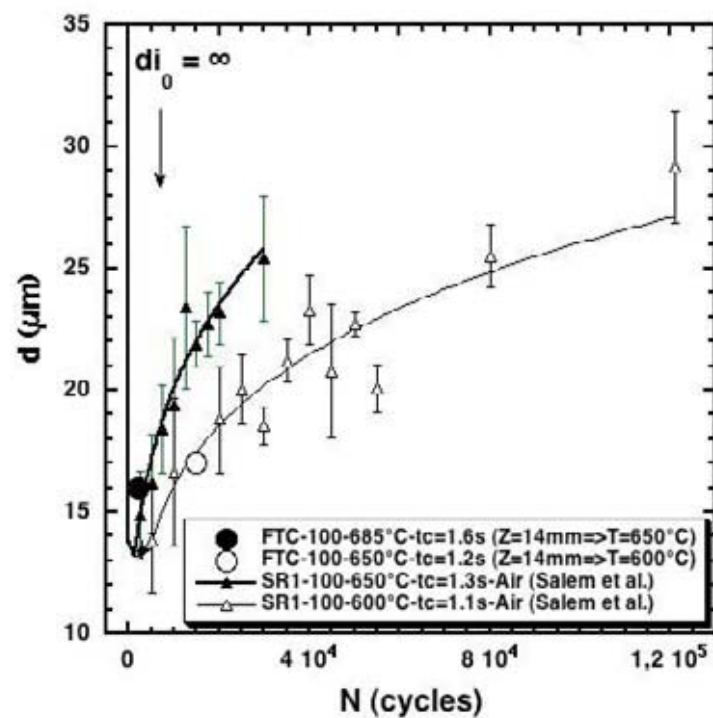


Figure IV.14 : Évolution de la distance inter-fissures microscopiques au cours de l'essai de FT

IV.2.2.3. Amorçage et propagation des macro-fissures

La durée de vie à l'amorçage (apparition) de macro-fissures varie considérablement avec la température maximale. À $T_{\max} = 600\text{ °C}$, la durée de vie jusqu'à la croissance d'une fissure d'un millimètre est augmentée d'un facteur 10 par rapport à $T_{\max} = 650\text{ °C}$. Par ailleurs, aucune macro-fissure n'est observée à $T_{\max} = 550\text{ °C}$, même après 400 000 cycles.

Il faut toutefois, signaler que le choc thermique accidentel (à 700 °C) provoqué à 55000 cycles au cours de l'essai à $T_{\max} = 600\text{ °C}$ a entraîné un amorçage précoce de macro-fissure que l'on observe après 70000 cycles. Cette surchauffe a également provoqué l'écaillage de la couche d'oxyde formée au cours des 55 000 premiers cycles. L'analyse en coupe montre que le décollement se produit au niveau de l'interface oxyde/acier (cf. Figure IV.15.a et b). Sur la surface de l'acier ainsi mis à nu par l'écaillage, on observe la formation d'une nouvelle couche d'oxyde duplex qui se fissure suivant le faîençage formé dans l'oxyde décollé (cf. Figure IV.15.b).

Pour l'essai à $T_{\max} = 650\text{ °C}$, le choc thermique entraîne l'accélération de la fissure qui était en voie d'arrêt avant l'élévation de la température. Cette surchauffe a également provoqué un fort écaillage de la couche d'oxyde formée durant les premiers cycles, et la croissance d'une nouvelle sous-couche.

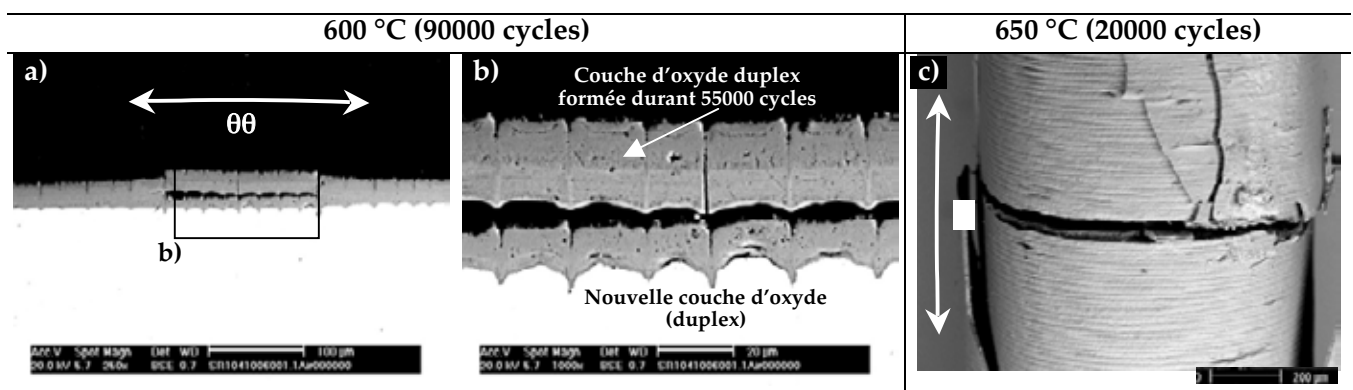


Figure IV.15 : Effet des chocs thermiques dans le cas des essais à $T_{\max} = 600\text{ °C}$ (a et b) et 650 °C (c)

Contrairement aux essais à 650 °C , les éprouvettes sollicitées à 600 °C ne présentent qu'une seule macro-fissure qui se propage en profondeur (taille de l'ordre du millimètre). Les cinétiques de propagation des macro-fissures relevées durant les essais à 600 °C et à 650 °C sont reportées sur la Figure IV.16. On note que les vitesses de propagation sont comparables dans une profondeur comprise entre 0,5 et 2 mm. Les fissures sont plus profondes dans le cas des essais à 600 °C , leur taille dépassant la profondeur de 4 mm. On constate également qu'une brève surchauffe (trois cycles) au-dessus de 800 °C a suffi pour élever la vitesse de la fissure d'un facteur 5.

La Figure IV.17 représente l'évolution de l'ouverture des fissures principales, pour les différentes $T_{\max}$. L'ouverture de la fissure dans le cas de l'essai à 650 °C a été doublée suite au chocs thermiques. La variation de l'ouverture de fissure tend à diminuer quand la fissure devient longue, en particulier dans le cas des essais à $T_{\max} = 650\text{ °C}$. Toutefois, la relation de l'ouverture de la fissure en fonction de sa profondeur peut être lissée par une droite, si on écarte les singularités.

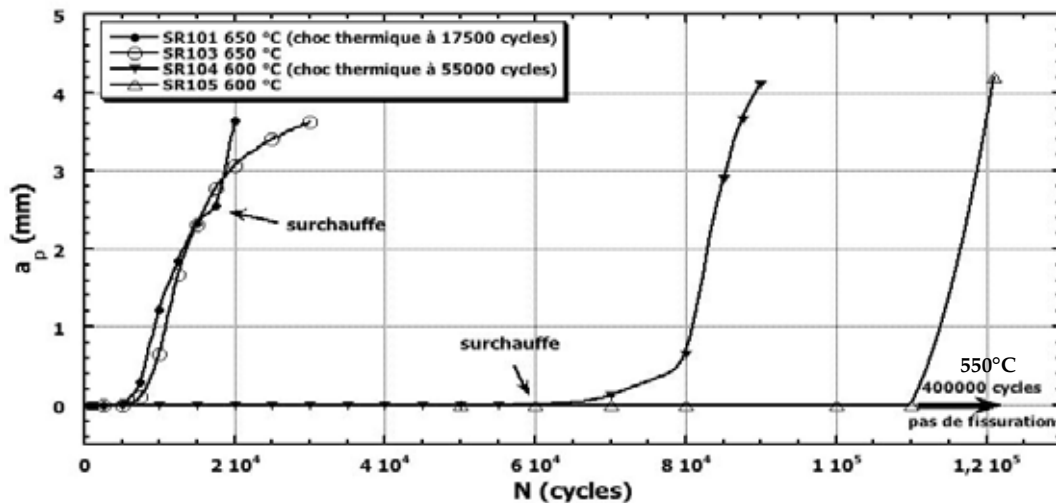


Figure IV.16 : Courbes de propagation déterminées pour les différentes températures (« SR1 » sous air)

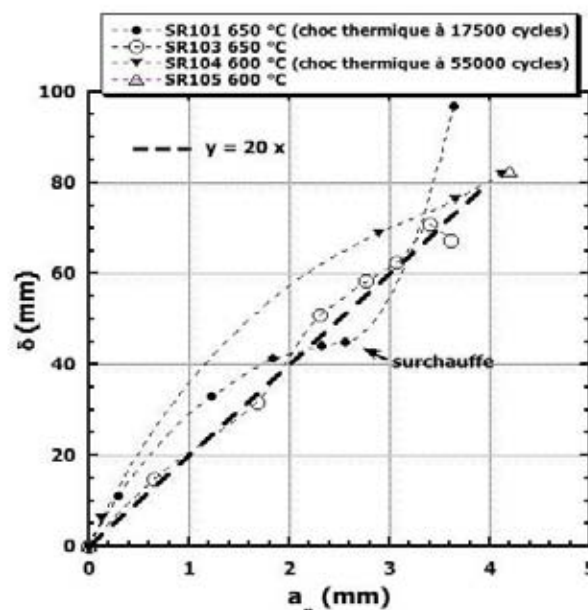


Figure IV.17 : Évolution de l'ouverture des fissures principales en fonction de leur profondeur

Une sélection de micrographies, réalisées lors de l'analyse fractographique des éprouvettes testées à 600 et à 650 °C, est présentée sur la Figure IV.18. On observe que les fissures se propagent en Mode I dans les deux cas bien qu'à $T_{\max} = 600$ °C la propagation cristallographique apparaît à plus faible profondeur par rapport à 650 °C (cf. Figure IV.18.b-d). Dans l'essai à $T_{\max} = 600$ °C, la fissure se développe en effet dans des zones moins chaudes par rapport à l'essai à $T_{\max} = 650$ °C pour des niveaux de profondeur identiques. Ainsi, à partir de 2 mm de profondeur, on voit que le chemin de propagation devient plus en plus accidenté, présentant une forme en « zig-zag » (cf. Figure IV.18.c et d). On observe également des branchements en tête de fissure avec la croissance de micro-fissures parallèles, orientées à 45° par rapport au plan de la fissure. On note également la déviation de fissures longues.

L'analyse des faciès de rupture dans le cas des fissures longues révèle que la propagation se fait aussi suivant des plans de clivage alignés avec le front de fissure (cf. Figure IV.18.f et g). Ce phénomène est observé uniquement à cœur de l'éprouvette (invisible en surface libre). Ce mécanisme apparaît également à $T_{\max} = 650$ °C mais dans des zones plus profondes.

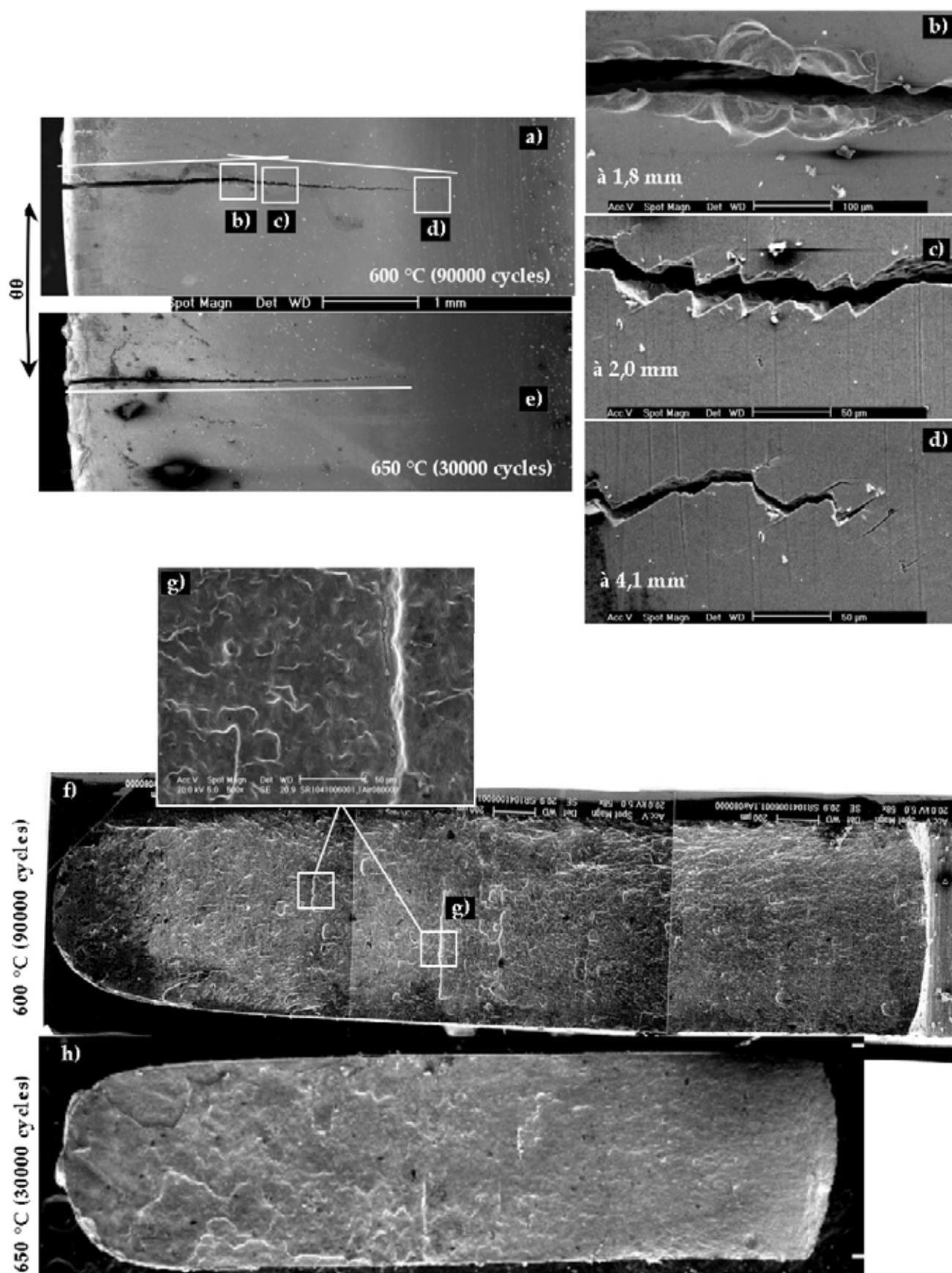


Figure IV.18 : Mécanismes de propagation de fissure à $T_{max} = 600\text{ °C}$ (a-d et f-g) et $T_{max} = 650\text{ °C}$ (e et h)
(a-e : vue de profil, f-h : analyse des faciès de rupture)

IV.2.3. Effet des conditions atmosphériques

Pour découpler l'interaction entre les sollicitations en FT et l'oxydation, l'éprouvette « SR1 » a été testée sous des atmosphères à pression partielle d'oxygène réduite. Les résultats obtenus constitueront ainsi une référence, permettant de déduire les effets du couplage de l'endommagement par FT avec l'oxydation et l'aluminisation. Une enceinte hermétique a été utilisée pour contenir le dispositif de chauffage (inducteur / porte-échantillon) dans une atmosphère contrôlée (cf. Chapitre II).

La réduction de la pression partielle de l'oxygène dans l'enceinte est assurée en réalisant des opérations successives de purification de l'atmosphère, avant de lancer l'essai. La procédure de purification comprend une étape de vide primaire ou secondaire, suivie d'un balayage de gaz inerte. L'argon et l'azote, se distinguant par leur courant d'ionisation (tension de claquage), ont été utilisés dans les conditions respectives de vide primaire ($> 10^{-2}$ mbar) et secondaire (10^{-4} - 10^{-5} mbar). Les essais ont été conduits en légère sur-pression (environs 1,2 mbar). Les teneurs en impuretés des gaz utilisés sont précisées dans le Tableau IV.4.

	H ₂ O (ppm)	O ₂ (ppm)	C _n H _m (ppm)
Argon (α Ar)	<3	<2	<0,5
Azote (α N ₂)	<3	<2	<0,5

Tableau IV.4 : Teneur en impuretés des gaz utilisés

Pour conserver les mêmes conditions d'échange thermique autour de l'éprouvette, les fluides gazeux sont brassés par un ventilateur, permettant ainsi d'homogénéiser la chaleur dans l'enceinte. Les murs de l'enceinte sont refroidis en permanence par une circulation interne d'eau, afin de stabiliser la température ambiante. Les essais sous azote ont été conduits pour les températures maximales de 600 et 650 °C. Un deuxième essai a été réalisé pour la température $T_{\max} = 650$ °C, en utilisant une éprouvette avec un état de surface plus rugueux, comportant quatre empreintes de dureté placées sur la crête (tous les 90° suivant l'axe $\theta\theta$). La surface de la partie utile, dans ce dernier cas, a subi, en plus, un polissage dans le sens de l'axe ortho-radial ($\theta\theta$) à l'aide de papier abrasif 80 à forte granulométrie. Le plan d'expérience détaillé des essais de FT réalisés sous atmosphère inerte est présenté dans le Tableau IV.5.

T _{max} (°C)	Atmosphère	Désignation	Nombre de cycles à l'arrêt (cycles)							
			50000	100000	120000	150000	155000	160000		
600	Azote	SR107	5000	7500	10000	12500	15000	17500	22500	30000
650	Argon	SR102	10000	12500	15000	20000	22500	25000	27500	30000
650	Azote	SR106	10000	12500	15000	20000	22500	25000	27500	30000
650	Azote	SR117*	2500	10000	15000					

Tableau IV.5 : Plan d'expérience des essais de FT conduits sur l'éprouvette « SR1 » sous atmosphère inerte
SR117* : éprouvette vierge poli au papier abrasif 80 suivant l'axe circonférentiel

IV.2.3.1. Oxydation sous atmosphère à basse pression partielle d'oxygène

La Figure IV.19 présente les observations relatives à l'état d'oxydation et à l'endommagement superficiel dans les différentes conditions atmosphériques, comparées avec les micrographies caractérisant l'endommagement sous air.

Sous argon, on observe une oxydation hétérogène, caractérisée par la formation d'îlots d'oxyde alignés sur les stries de polissage (suivant la direction circonférentielle « $\theta\theta$ ») (cf. Figure IV.19.b et e). Les boursouflures proviennent de l'écaillage des îlots d'oxyde présentant, individuellement, des formes en losange (nodules). Cette forme est due à la croissance préférentielle des îlots d'oxyde qui se fait dans une direction perpendiculaire à l'axe circonférentiel. La fraction de la surface oxydée est très faible au début de l'essai. Puis, au fur et à mesure des cycles, l'oxydation se développe pour se généraliser progressivement sur la surface totale de l'éprouvette. La croissance se fait à partir des sites d'oxyde et par la coalescence des nodules (cf. Figure IV.20).

La réduction considérable de la pression partielle d'oxygène dans le cas de l'essai sous azote (vide secondaire) entraîne une diminution de l'oxydation, bien que plus homogène par rapport à l'essai sous argon. Par ailleurs, dans certaines régions de la surface, nous n'observons aucune trace d'oxydation. L'oxyde formé dans ces conditions se présente en forme de pellicule très fine et poreuse. On peut observer, sur la Figure IV.19.c et f, l'écaillage et l'enroulement de cette pellicule d'oxyde dans les premiers stades de sa formation. L'aspect cellulaire de cette couche témoigne de l'oxydation préalable aux anciens joints de grains austénitiques (la taille de grain correspondant à la taille des cellules).

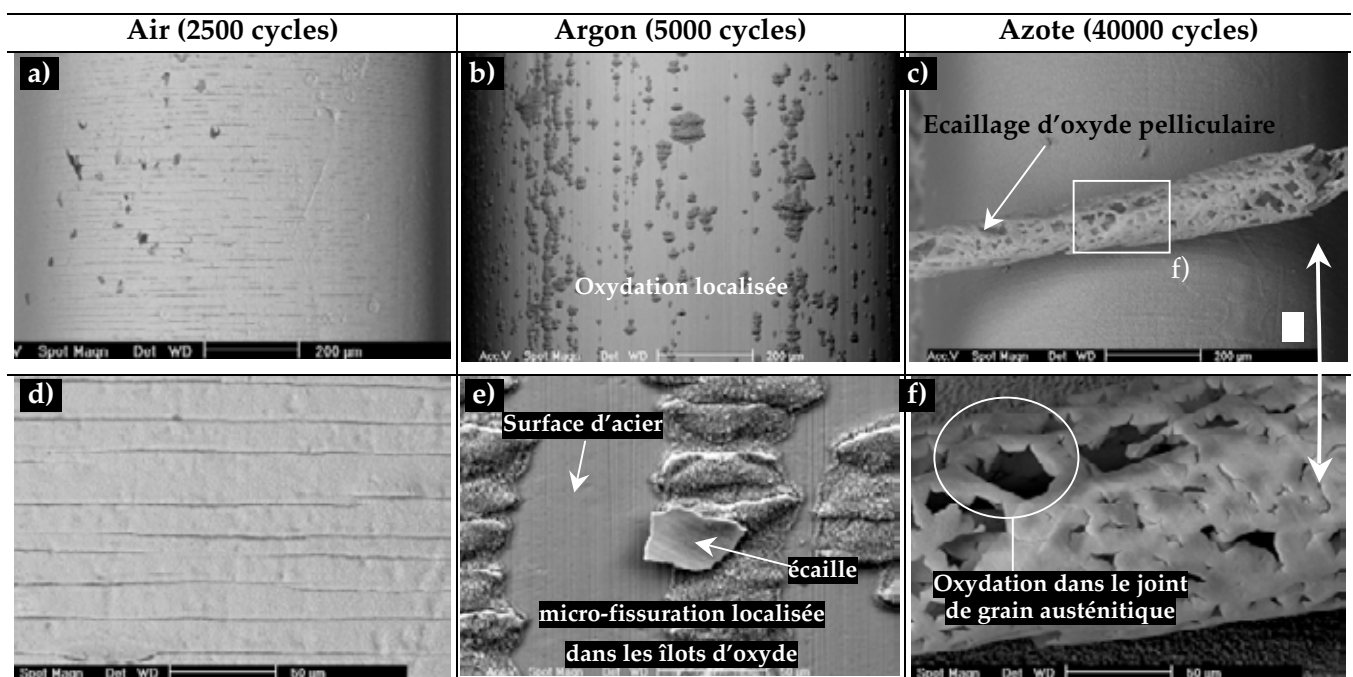


Figure IV.19 : Oxydation et fissuration superficielle observée au MEB, sous air (a et d), sous argon (b et e) et sous azote (c et f) (« SR1 », cycle 100-650 °C)

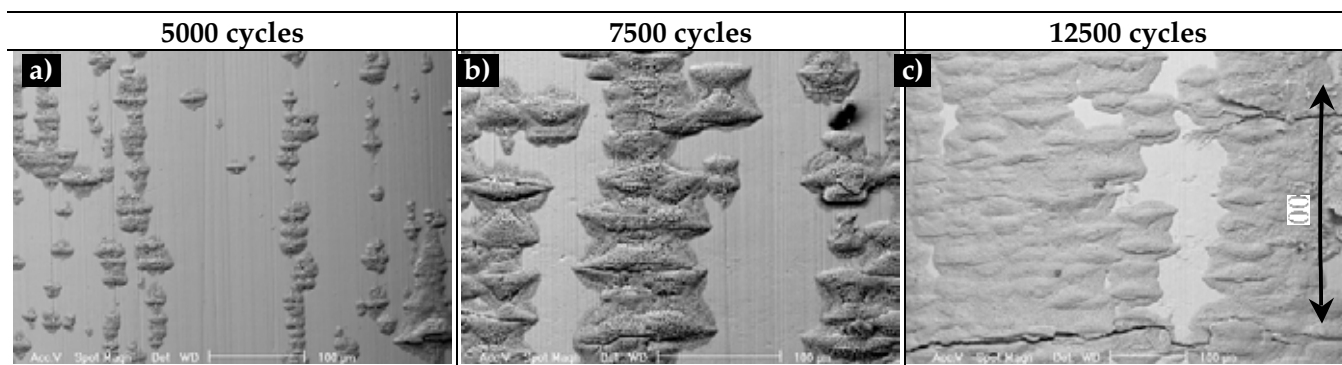


Figure IV.20 : Croissance latérale et par coalescence des nodules d'oxyde en FT sous argon (cycle 100-650 °C)

La morphologie de l'oxyde formé sous argon est très proche de celle obtenue sous air (principalement alvéolaire) (cf. Figure IV.21.a). En revanche, l'oxyde sous azote présente un aspect particulier en forme aciculaire (aiguilles) (cf. Figure IV.21.b et c). La même microstructure a été observée sur des éprouvettes en X38CrMoV5 nitrurées sollicitées à 650 °C en conditions statiques [2]. L'oxyde formé sous azote et à $T_{\max} = 600$ °C présente la même microstructure qu'à 650 °C.

Les diffractogrammes réalisés en fin d'essai à partir de la surface des éprouvettes « SR103 », « SR102 » et « SR106 » sont illustrés en Figure IV.22. Bien que la morphologie de la couche d'oxydation obtenue dans les différentes atmosphères est visuellement différente, les phases qui la composent sont identiques. On identifie en effet les mêmes pics dans les trois cas, mais avec des intensités variables d'une atmosphère à l'autre. Le pic correspondant à l'hématite est d'autant plus important pour une atmosphère plus pure Figure IV.22.d. En revanche, la proportion de magnétite diminue pour des pressions partielles d'oxygène plus faibles (cf. Figure IV.22.d). De même, le pic correspondant au fer diminue pour l'atmosphère oxydante. Ces écarts s'expliquent par la profondeur de pénétration du spectre de rayons X. Lorsque la couche d'oxyde devient plus épaisse (atmosphère à PO_2 plus élevée), la surface de l'acier ainsi que la magnétite (sous-jacente à l'hématite) se trouvent loin de la zone d'analyse représentée par la poire d'interaction des rayons X avec les matériaux.

IV.2.3.2. Effet de l'environnement sur la fissuration par FT

La Figure IV.23 représente les différents modes d'endommagement superficiel en fonction des conditions d'oxydation. La densité du faïençage uniaxial caractéristique de l'endommagement de la couche superficielle, diminue sous argon, où les micro-fissures sont limitées aux sites d'oxydation (flots d'oxydes). Ainsi la longueur équivalente de fissuration dans un périmètre donné est réduite (par rapport aux essais sous air) à cause de l'oxydation partielle de l'éprouvette testée sous argon. Le faïençage n'est pas observé dans le cas des essais sous azote tant à $T_{\max} = 600$ °C qu'à 650 °C. Néanmoins, à grand nombre de cycles, la couche d'oxyde présente une forme ondulée pouvant être assimilée à la micro-fissuration périodique, de même type de faïençage, observé sous air. L'amorçage se restreint dans ces conditions à l'initiation des macro-fissures apparues en surface par une rupture franche de l'oxyde (cf. Figure IV.23.c).

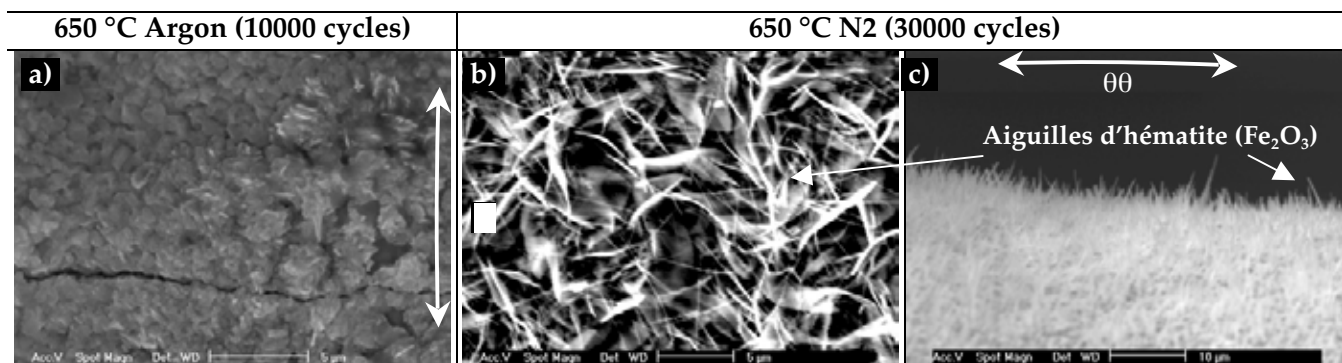


Figure IV.21 : Morphologie des oxydes formés sous atmosphère inertes ;
Argon en vue de dessus (a)
Azote en vue de dessus (b) et en vue de profil (c)

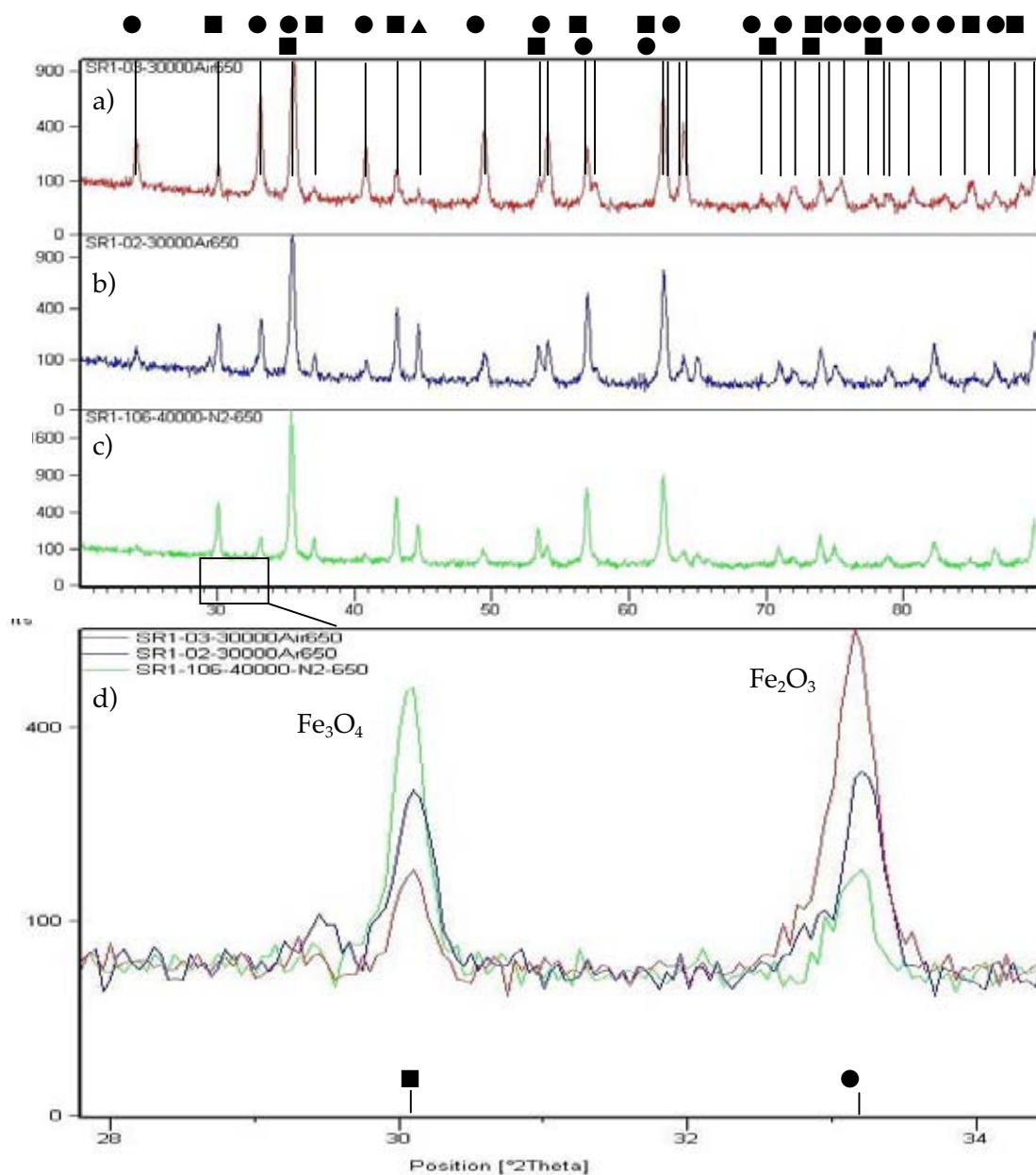


Figure IV.22 : Diffractogrammes obtenus à la surface d'éprouvette testée à $T_{max} = 650\text{ °C}$ sous air (a), sous argon (b) et sous azote 550 °C (c) et (d) détail des trois spectres pour secteur angulaire $29^\circ < 2\theta < 35^\circ$ (▲ : $\alpha\text{-Fe}$, ■ : Fe_3O_4 et ● : Fe_2O_3)

Dans le cas de l'essai sous argon, l'amorçage de la macro-fissuration est conditionné par la propagation des micro-fissures dans le matériau, comme on peut l'observer sur la Figure IV.23.b. À basse pression partielle d'oxygène, les fissures ne sont pas aussi rectilignes que dans les essais sous air (cf. Figure IV.23.b et c). Les micrographies réalisées en coupe montrent que l'épaisseur de l'oxyde à l'intérieur des fissures diminue avec la réduction de la pression partielle d'oxygène. En effet, l'oxydation de la surface libre des fissures contribue à les ouvrir davantage. Pour les faibles profondeurs, la fissure est plus pointue sous atmosphère neutre, alors qu'elle est émoussée et plus ouverte sous air. Dans ces profondeurs, la propagation de fissure se fait globalement par un mécanisme trans-granulaire, quelle que soit la nature de l'environnement.

Les courbes de propagation de fissures sous différentes atmosphères sont représentées en Figure IV.24.a et b. L'amorçage de fissures est différé sous atmosphères neutres. La durée de vie pour la croissance d'une fissure de 0,5 mm à 650 °C est prolongée d'environ 30% sous argon et de 300% sous azote par rapport aux essais sous air. À 600 °C, la durée de vie à l'amorçage est augmentée de 50%. Les vitesses de propagation sont cependant identiques dans une profondeur comprise entre 0,5 et 2 mm quelles que soient les conditions de test. La fissure principale dans l'éprouvette testée à 600 °C sous azote se stabilise en dessous de 4 mm contrairement au cas de l'essai sous air où la fissure se développe au-delà de cette limite. Cependant, on dénombre en tout cinq macro-fissures de taille supérieure à 2 mm dans l'éprouvette testée sous azote (à 600 °C). En ce qui concerne l'évolution de l'ouverture des fissures, celle-ci suit, globalement, la même tendance constatée dans les cas précédents (cf. Figure IV.24.c-d).

Les fissures progressent perpendiculairement à la contrainte circonférentielle, bien qu'en surface de l'acier la propagation se fasse localement, suivant des plans cristallographiques inclinés (cf. Figure IV.25.d). L'amorçage sous atmosphères neutres se fait souvent par une multi-fissuration synchrone de la crête de l'éprouvette. Ces fissures se propagent en mode d'ouverture I, parfois par coalescence, sous l'effet de la contrainte circonférentielle (cf. Figure IV.25.a-b). On note que le chemin de propagation est rugueux par rapport aux fissures évoluant sous air (cf. Figure IV.25.a-c et Figure IV.5.a-c).

Sous azote, les surfaces de rupture s'oxydent légèrement, permettant ainsi de distinguer l'aspect strié sur les lèvres de fissure à 1 mm de la crête (cf. Figure IV.26.b et c). La distance d'inter-stries est de l'ordre de 0,4 microns, ce qui correspond à la valeur moyenne de la vitesse de propagation ($\Delta a / \Delta N$) à cette même profondeur (déduite, par dérivée, à partir des courbes de propagation $a(N)$). Pour l'éprouvette testée à 600 °C, le faciès présente des lignes d'iso-profondeurs (parallèles) pouvant correspondre aux éventuels fronts de fissure.

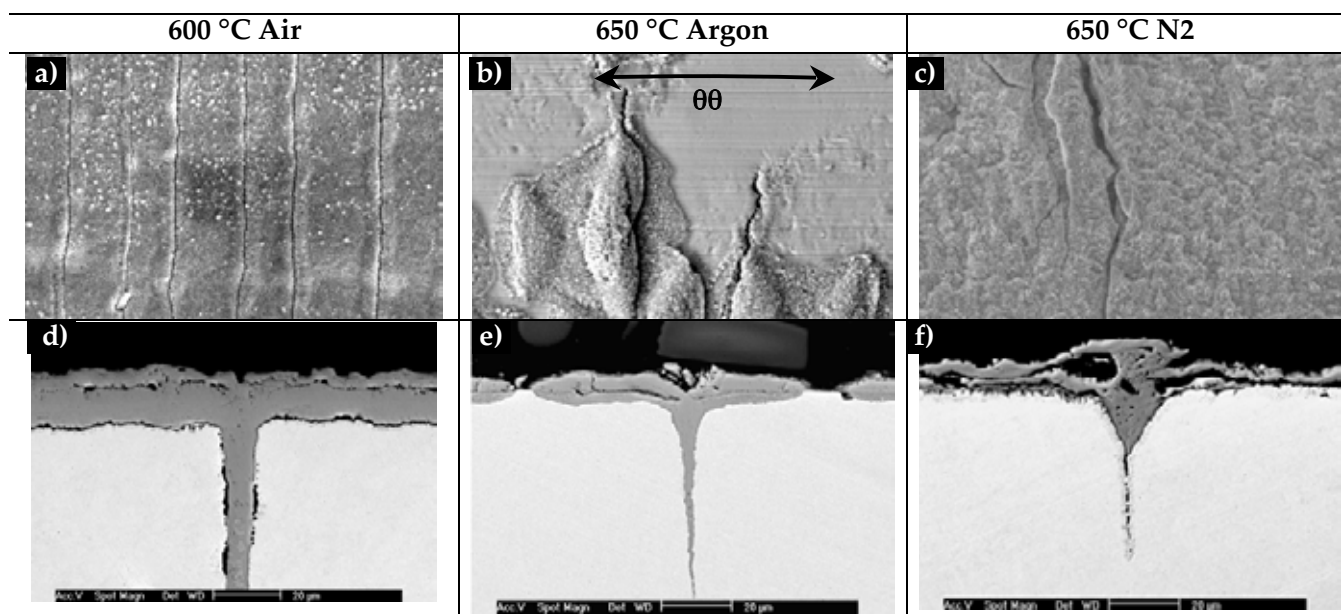


Figure IV.23 : Mécanismes d'amorçage et de propagation en sous-couche des micro-fissures

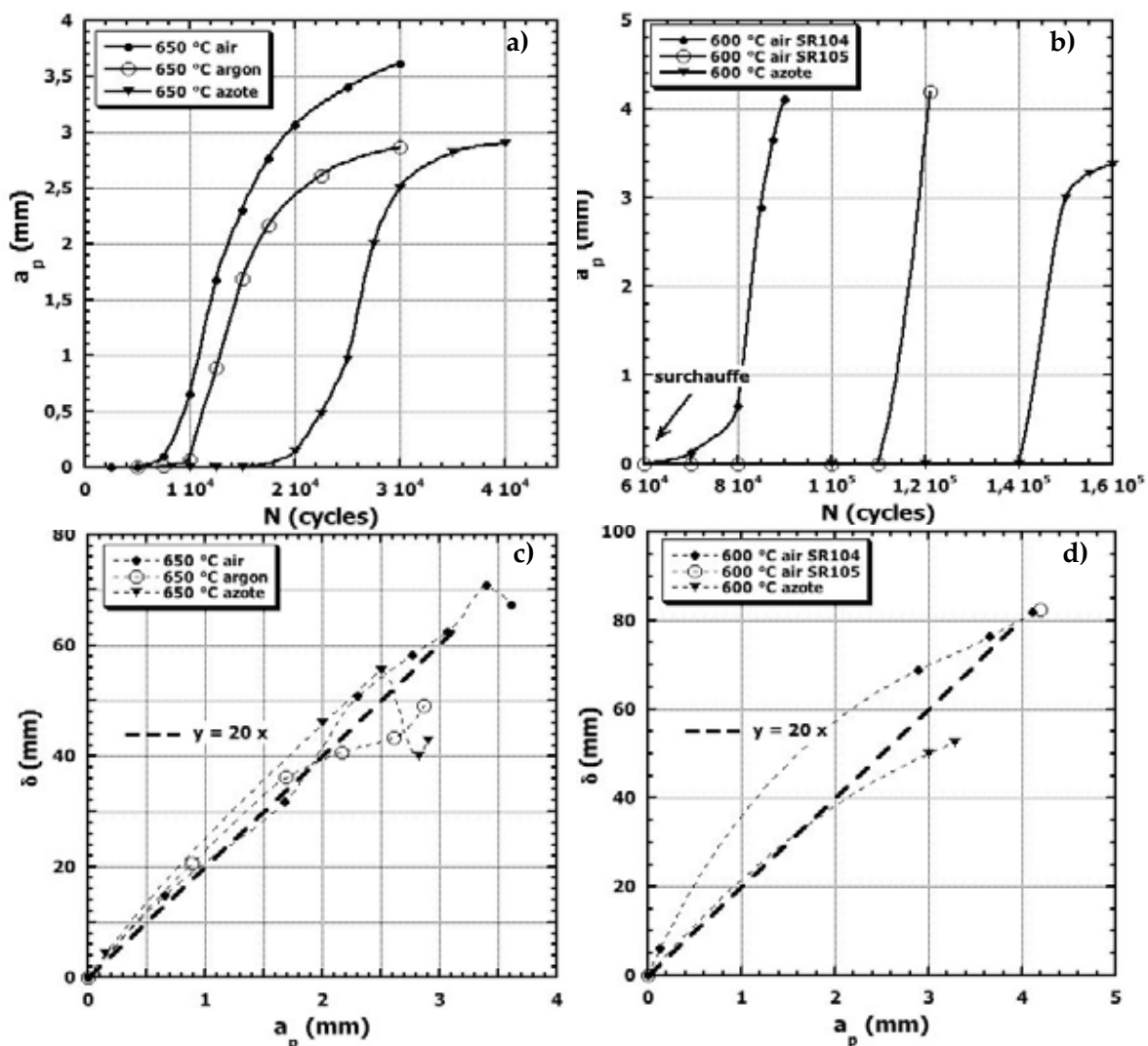


Figure IV.24 : Effet des conditions d'atmosphère sur l'évolution de la propagation des fissures principales au cours des cycles à 650 °C (a) et à 600 °C (b), et de leur ouverture en fonction de leur profondeur à 650 °C (c) et à 600 °C (d)

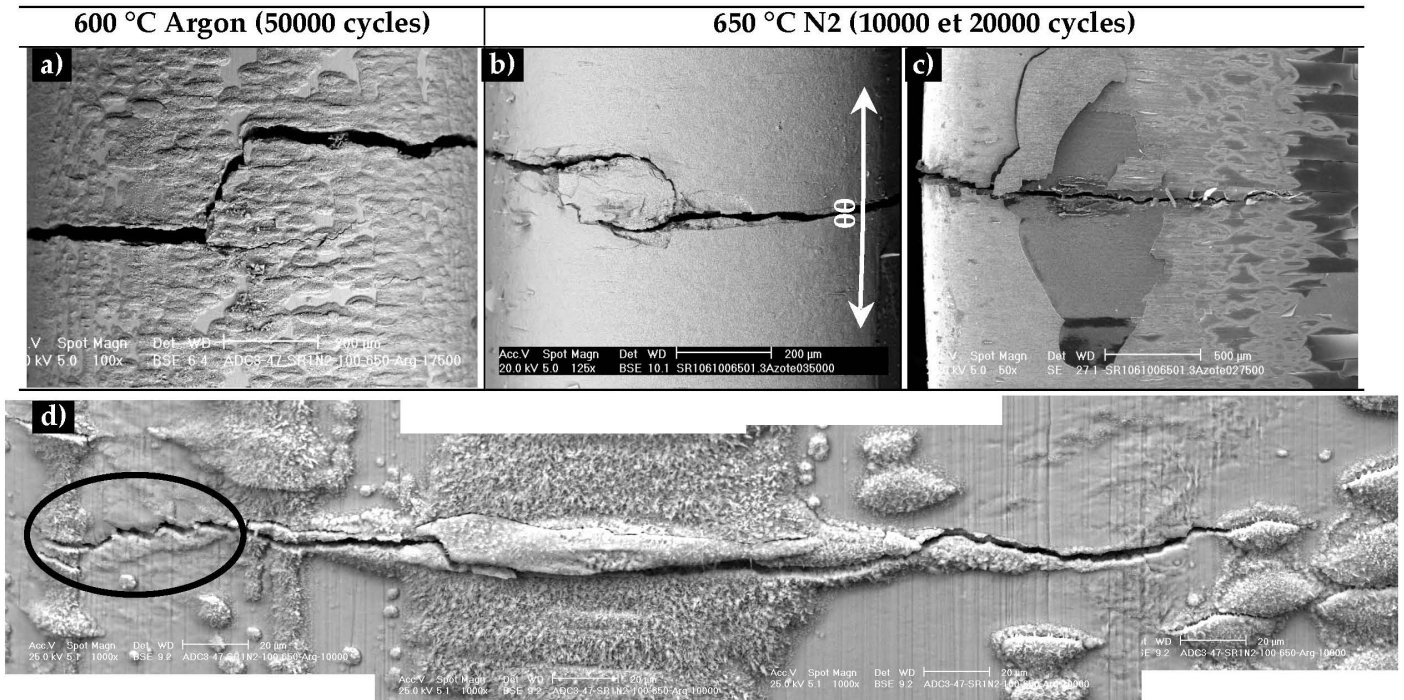


Figure IV.25 : Mécanismes de propagation des macro-fissures sous atmosphère inerte :
 Propagation par coalescence (a et b) ;
 Propagation « cristallographique » (en zigzag) en surface (c) et dans le matériau (d)

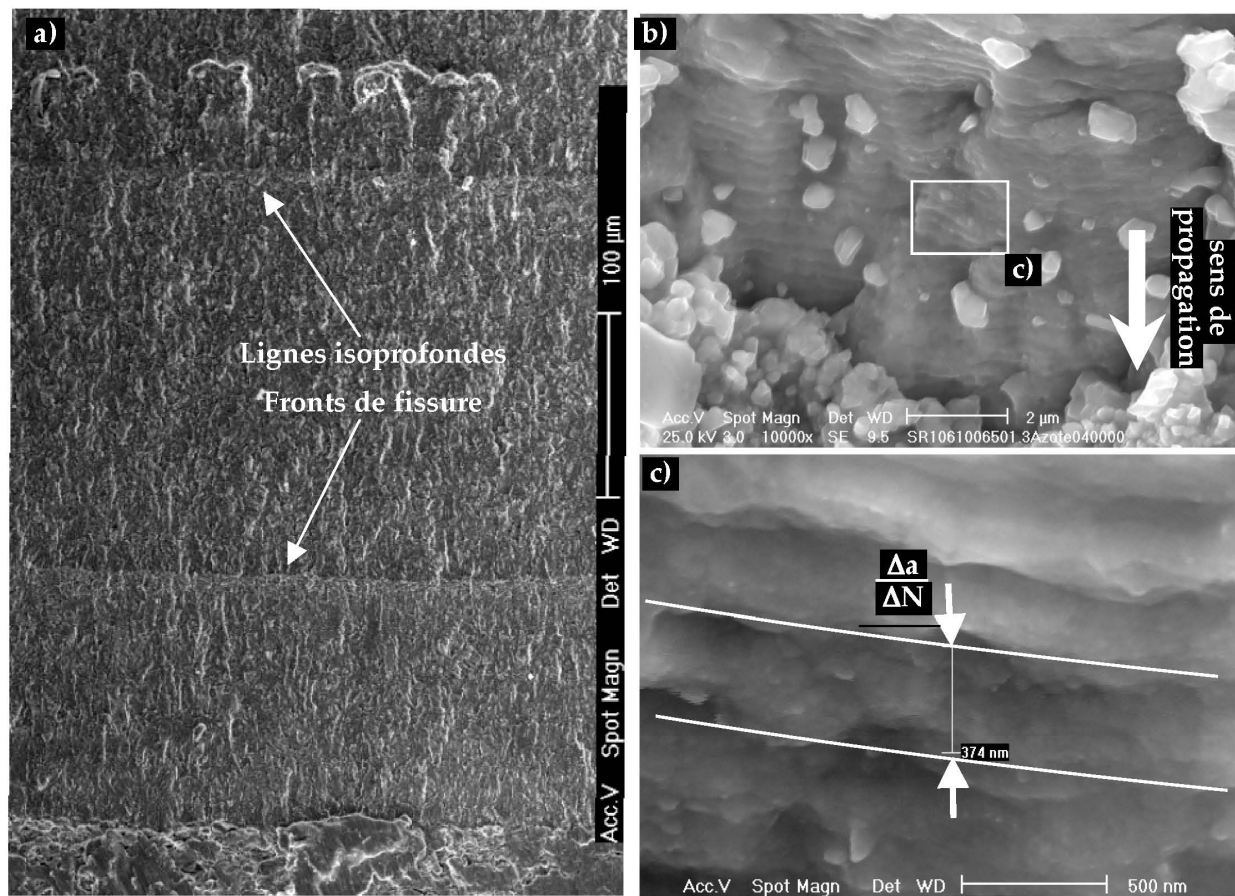


Figure IV.26 : Analyse au MEB des faciès de rupture sous atmosphère inerte (azote) :
 a) Front de fissure dans le cas de l'essai à 600 °C (à 3 mm de profondeur) ;
 b) Fissure principale dans l'éprouvette testée à 650 °C (à 1 mm de profondeur)

IV.2.4. Effet de l'aluminisation

Les essais de FT effectués sur des éprouvettes pré-aluminisées par la méthode de « Pack cémentation » (CDV) ont permis d'étudier l'interaction FT/aluminisation. Ces essais sont conduits en utilisant le cycle thermique 100-650 °C, sous air et sous azote (à basse pression partielle d'oxygène). Le plan détaillé des essais est donné dans le Tableau IV.6.

T _{max} (°C)	Atmosphère	Dépôt	Désignation	Nombre de cycles à l'arrêt (cycles)								
				2500	5000	10000	15000	17500	20000	22500	25000	30000
650	Azote	CVD	SR108	2500	5000	10000	15000	17500	20000	22500	25000	30000
650	Air	CVD	SR109	2500	5000	10000	15000	17500	20000	22500	25000	30000

Tableau IV.6 : Plan d'expérience des essais sur éprouvettes pré-aluminisées

Un essai complémentaire a été effectué sur une éprouvette cylindrique massive (FTC) revêtue par CVD. Le cycle thermique utilisé varie entre 100 et 650°C, avec des durées de chauffage et de refroidissement égales respectivement à 3,4 et à 20 s. Un essai similaire, conduit sur éprouvette vierge (nue) et dans des conditions thermiques voisines, avait été réalisé dans le cadre de la thèse de F. Medjedoub sur la nuance classique « SMV3 » [1]. Cet essai servira de référence pour comparer la morphologie du faïencage sur la couche d'oxyde ou d'intermétalliques.

IV.2.4.1. Endommagement de la couche intermétallique

IV.2.4.1.1. Rôle de l'oxydation

Comme dans le cas des essais sous air, l'endommagement superficiel des éprouvettes pré-aluminisées se caractérise par une fissuration périodique de type faïencage uniaxial. L'amorçage de la micro-fissuration dans la couche intermétallique se fait cependant à un nombre de cycles plus important (à partir de 2500 cycles) par rapport à la fissuration sous air sur la couche d'oxyde. Les micro-fissures sont traversantes (débouchant sur les parties latérales du disque) dans le cas de l'essai sous air (cf. Figure IV.27.b et d) alors que, sous azote, elles sont courtes et hétérogènes comme cela a été constaté dans l'essai sous argon (cf. Figure IV.27.a et c). La densité du faïencage est alors élevée par l'effet de l'oxydation sous air. Les micro-fissures se propagent dans la couche intermétallique perpendiculairement à la contrainte circonférentielle. Lorsqu'elles atteignent la surface de l'acier, les micro-fissures se remplissent d'oxyde de fer, débordant jusqu'en surface externe des éprouvettes (cf. Figure IV.27.c et d). L'oxydation provoque un soulèvement local de la couche intermétallique avoisinant les micro-fissures, comme le montre la Figure IV.27.e et f. L'oxydation est bien évidemment, moins importante sous basse pression partielle d'oxygène où les micro-fissures sont aussi moins ouvertes par rapport aux essais sous air (cf. Figure IV.27.c-f).

Sous atmosphère neutre, l'amorçage des fissures peut éventuellement se produire en sous-couche (dans le matériau) (cf. Figure IV.27.e). Les fissures internes se propagent suivant un plan perpendiculaire à la contrainte circonférentielle simultanément vers la profondeur et vers la surface libre. Les micro-fissures internes et celles qui sont amorcées en surface coalescent. Le même mécanisme est observé en surface et en particulier dans l'essai sous azote.

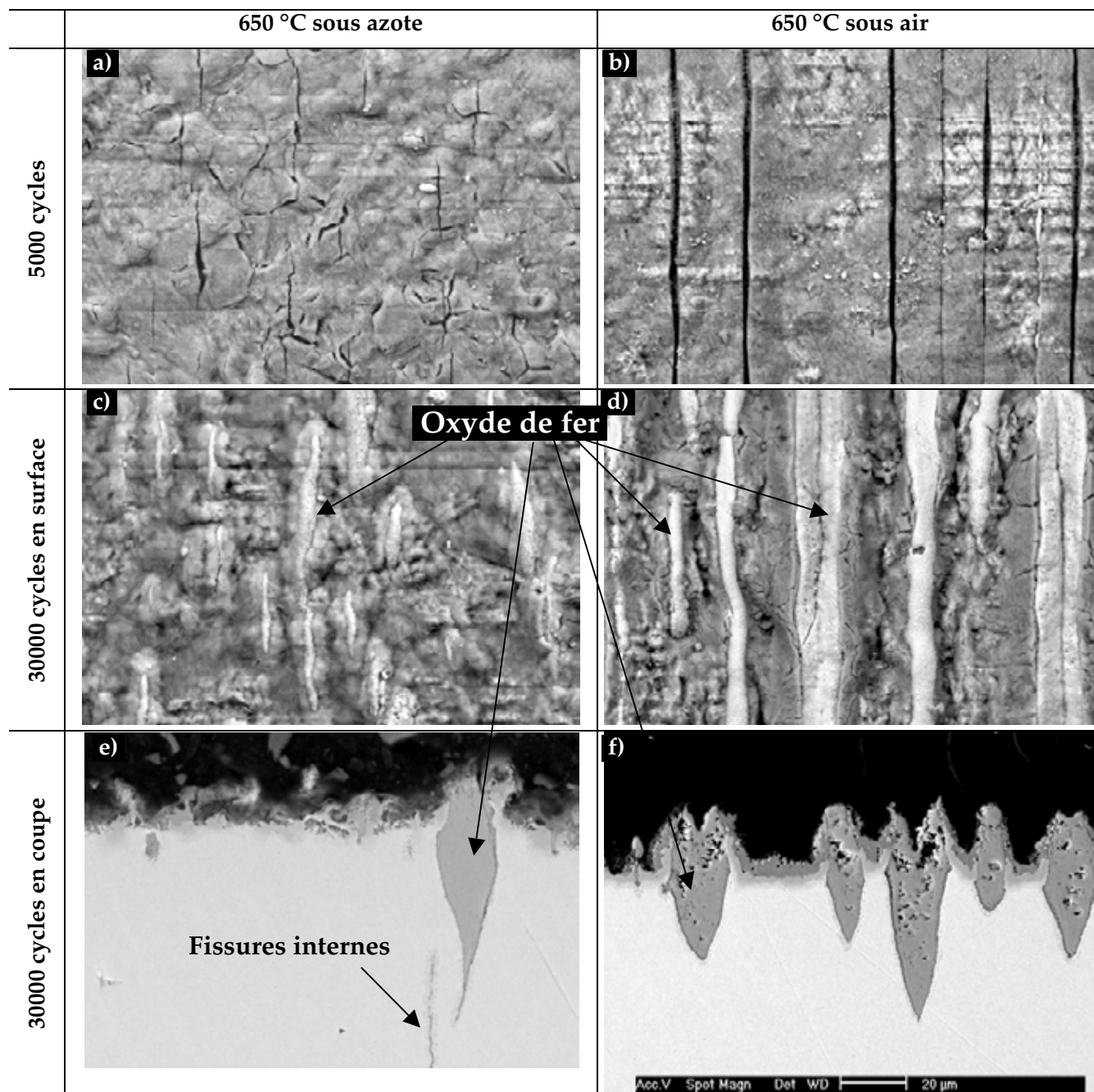


Figure IV.27 : Évolution de l'endommagement superficiel des éprouvettes pré-aluminisées testées à $T_{\max} = 650$ °C sous azote (b, d et f) et sous air (c, e et g) (État de surface à l'issue du revêtement par « Pack cémentation » (a))

IV.2.4.1.2. Évolution morphologique

Les courbes d'évolution de la distance inter-fissures montrent que le faïençage uniaxial est plus dense dans le cas de la FT sous air (fissuration de la couche d'oxyde) (cf. Figure IV.28). Ceci est aussi valable en conditions de multiaxialité (géométrie cylindrique « CFT ») où la densité du faïençage biaxial est réduite de 20 % au centre de l'éprouvette pré-aluminisée par rapport à l'éprouvette nue, pour des conditions de sollicitations identiques. La morphologie de l'endommagement superficiel est toutefois similaire dans les deux cas. On observe la transition de la fissuration cellulaire au centre du cylindre en une fissuration parallèle sur les bords (cf. Figure IV.29).

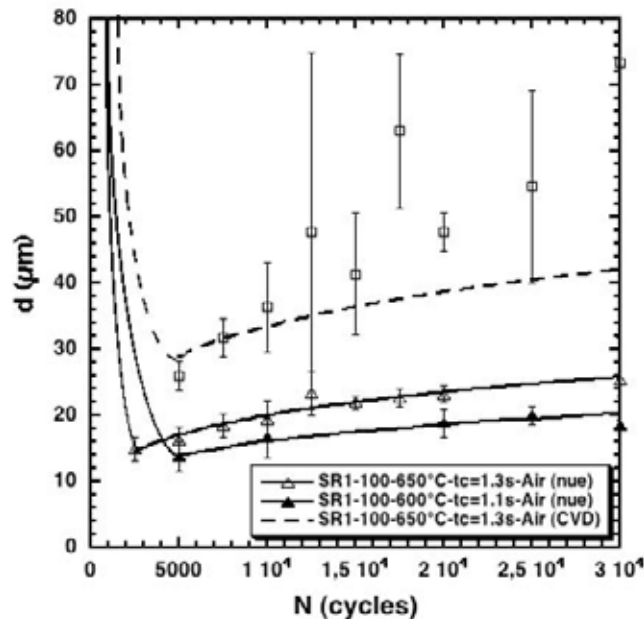


Figure IV.28 : Évolution de la distance inter-fissures dans l'oxyde et l'intermétallique au cours des cycles de FT dans le cas de l'éprouvette « SR1 » (la courbe en ligne discontinue est déterminée après correction de la valeur de la distance entre les micro-fissures mesurée en post-mortem)

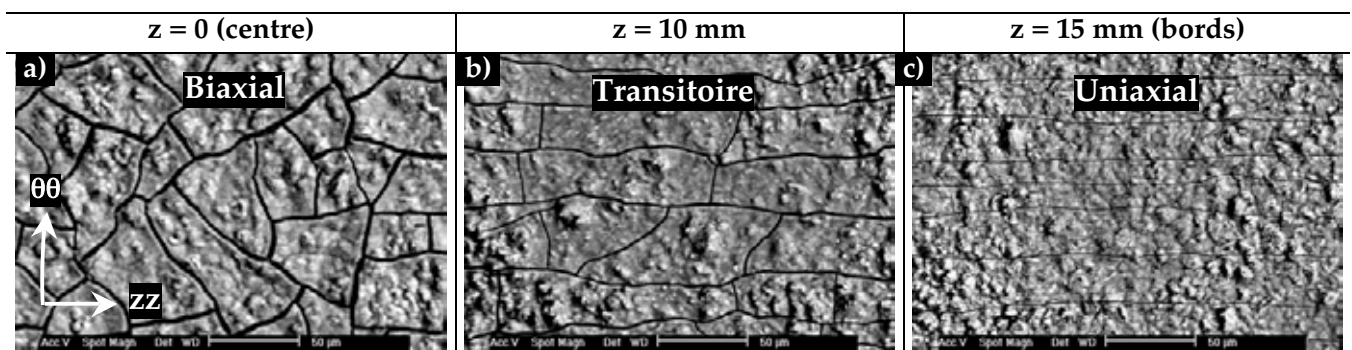


Figure IV.29 : Transition de la morphologie du faïençage en surface de l'éprouvette cylindrique pré-aluminisée testée à $T_{\max} = 650 \text{ °C}$ sous air (du centre vers les bords en allant de gauche vers la droite)

IV.2.4.1.3. Transformations microstructurales

La Figure IV.30 représente une vue en coupe au MEB (BSE) réalisée sur l'interface de l'éprouvette pré-aluminisée testée sous air ($T_{\max} = 650 \text{ °C}$). Cette figure illustre l'évolution de la couche intermétallique avec l'acier qui se transforme en multicouche. Les couches internes, de contraste chimique plus clair, sont riches en fer.

De même, l'analyse par DRX, réalisée à différents nombres de cycles (0, 2500, 7500 et 30000 cycles) à partir de la surface externe de l'éprouvette (« SR109 »), montre une évolution microstructurale de la couche intermétallique. Les diffractogrammes obtenus sont représentés en Figure IV.31. On constate une atténuation de l'intensité des pics relatifs à la phase intermétallique θ -FeAl₃ (ou Fe₃Al₁₄) ainsi que celui de la ferrite (α -Fe) au cours de l'essai. L'intensité des pics correspondant aux phases d'intermétallique η -Fe₂Al₅ et d'oxydes de fer Fe₂O₃ et Fe₃O₄ est en revanche élevée à grand nombre de cycles. On retrouve également la trace des phases binaires ζ -FeAl₂, β 2-FeAl et β 1-Fe₃Al.

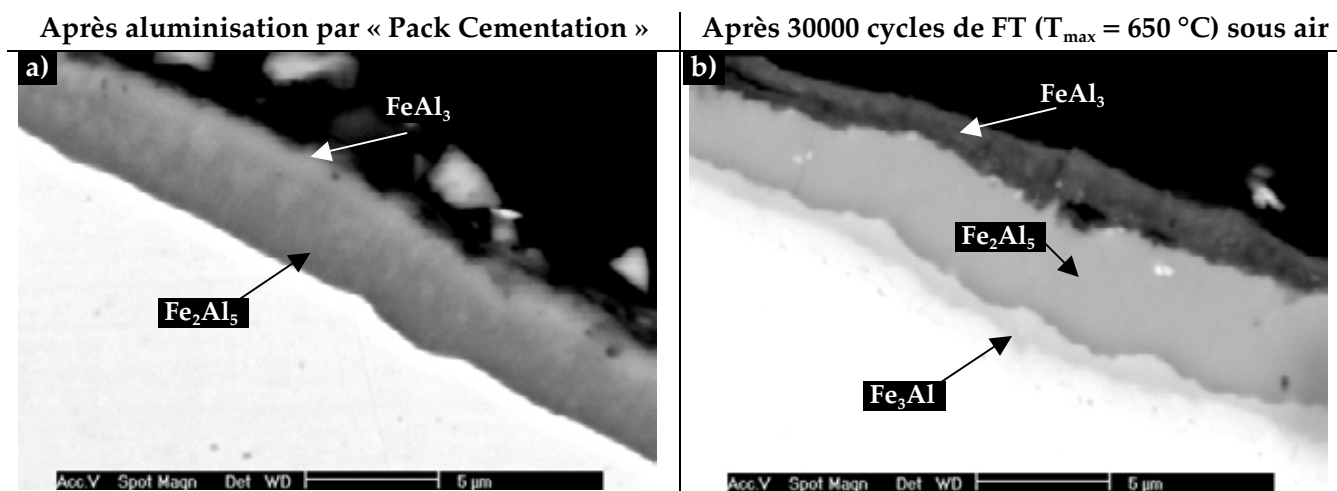


Figure IV.30 : Évolution de l'interface de la couche intermétallique avec l'acier durant l'essai de FT

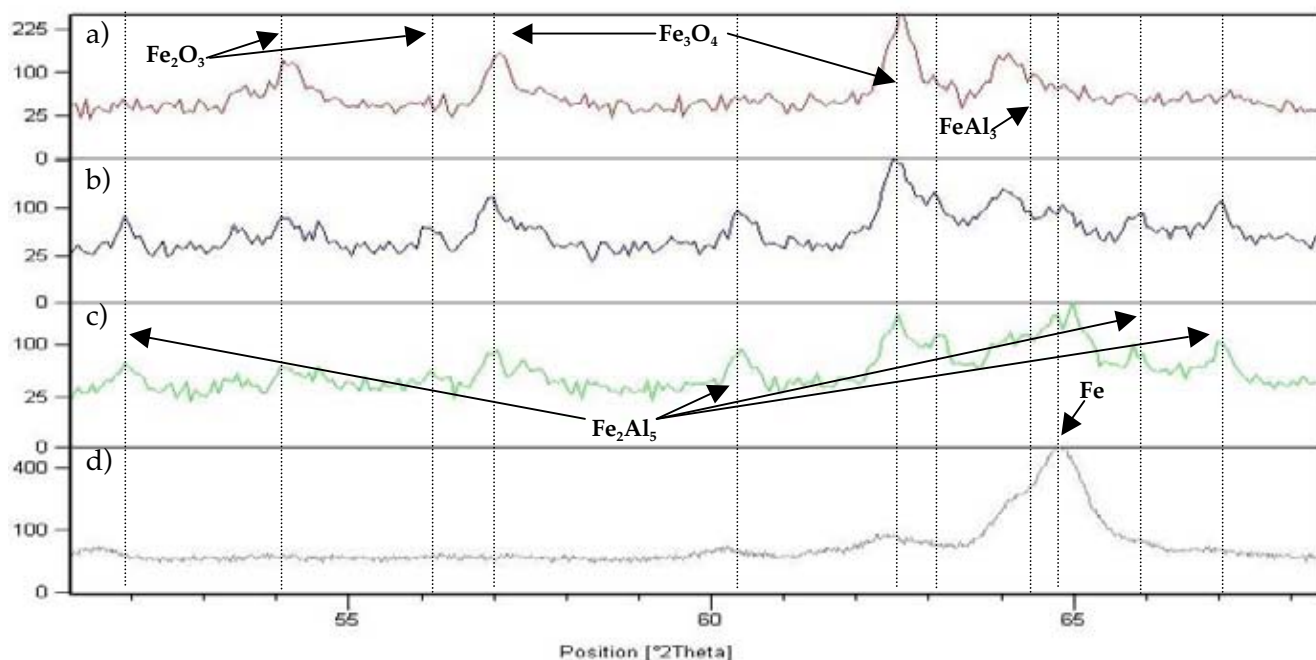


Figure IV.31 : Diffractogrammes réalisés en surface de l'éprouvette pré-aluminisée testée à 650 °C sous air à 30000 cycles (a), 7500 cycles (b), 2500 cycles (c) et au début de l'essai (d) (Fiches JCPDS⁵)

⁵ : Les Fiches JCPDS utilisées dans l'identification des phases intermétalliques sont : θ -Fe₄Al₁₃#50-0797, θ -FeAl₃#01-1265, η -Fe₂Al₅#47-1435, ζ -FeAl₂#33-0019, β 2-FeAl#33-0020 et β 1-Fe₃Al#50-0955. Celles utilisées pour l'identification des oxydes de fer et de la ferrite ont été citées plus haut.

IV.2.4.2. Évolution de la macro-fissuration

Dans le cas des éprouvettes vierges et pré-aluminisée testées à $T_{\max} = 650$ °C sous air et sous azote, les courbes de propagation des fissures principales sont représentées en Figure IV.32.a. Les fissures présentent la même forme d'évolution en profondeur. De plus, les vitesses de propagation sont comparables pour des profondeurs comprises entre 0,5 et 2 mm. L'amorçage de macro-fissures est cependant augmenté dans l'éprouvette présentant une couche intermétallique testée sous azote par rapport à l'éprouvette « SR103 », qui est vierge est sollicitée sous air (couche d'oxyde). On dénombre respectivement 11944 et 8770 cycles pour l'amorçage d'une macro-fissure de 0,5 mm sur les éprouvettes « SR108 » (pré-aluminisée testée sous azote) et « SR103 » (vierge testée sous air). Cela représente un écart d'environ 60% par rapport à la durée de vie d'amorçage sous air dans la couche d'oxyde. Cet écart est réduit d'un facteur un demi lorsque l'éprouvette pré-aluminisée est sollicitée sous air « SR109 » (effet de l'oxydation). Les durées de vies restent toutefois relativement proches dans le cas des éprouvettes pré-aluminisées (« SR108 » et « SR109 »). Le nombre de macro-fissures de taille millimétrique est identique bien que leur durée de vie est différente.

L'évolution de l'ouverture des fissures principales en fonction de leur profondeur est similaire dans chacun de ces cas (cf. Figure IV.32.b).

L'analyse fractographique conduit aux mêmes constats que pour les essais sous air à $T_{\max} = 650$ °C (voir ci-dessus). On remarque que le faciès de rupture est très peu oxydé dans le cas de l'essai sous azote (« SR108 »). Cela permet de distinguer la formation de stries de fatigue dans une zone située à 1 mm de profondeur. Les distances d'inter-stries moyennes sont de même ordre (400 nm) que les valeurs obtenues par mesures macroscopiques pour l'éprouvette vierge testée sous azote (« SR106 »). D'autre part, on retrouve des faciès en forme d'escalier, correspondant au changement de plan de propagation de fissures dans des zones profondes situées à l'intérieur de la surface de rupture.

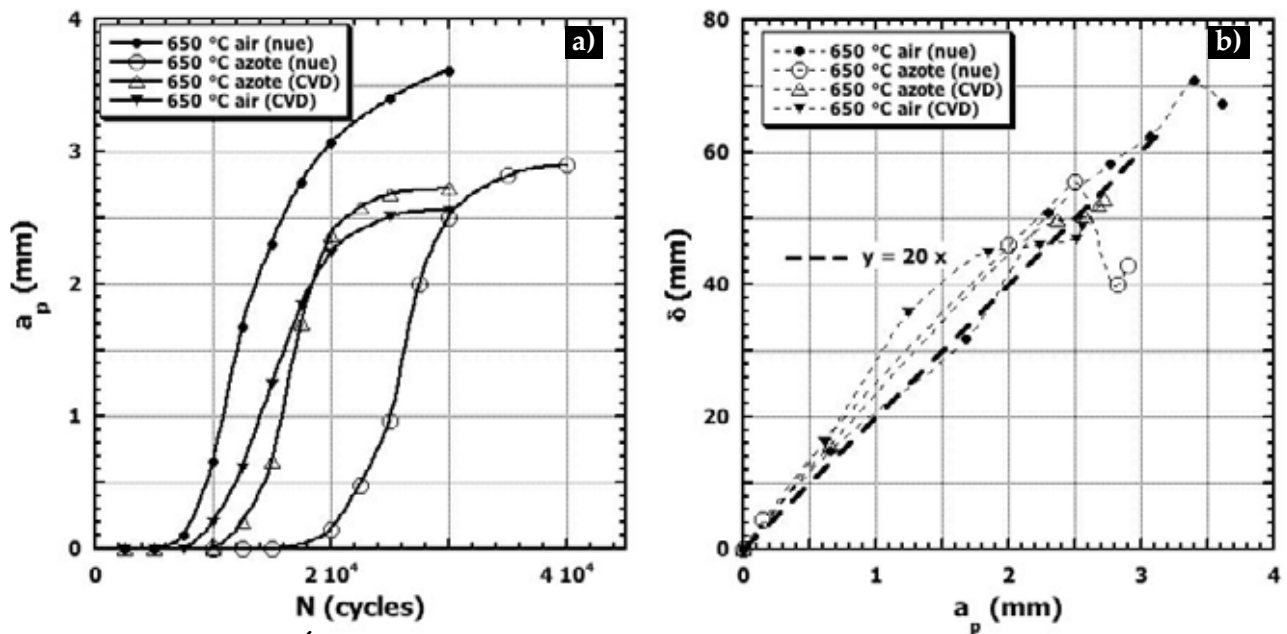


Figure IV.32 : Évolution de la profondeur des fissures principales au cours des cycles (a) et de leur ouverture en fonction de leur profondeur (b)

IV.3. Mécanismes d'endommagement par FT

Nous revenons dans cette section sur les résultats des essais de FT présentés plus haut afin de décrire les différents mécanismes mis en jeu dans l'endommagement de l'acier en FT. Le mécanisme d'oxydation est analysé en premier lieu, en s'appuyant sur les travaux bibliographiques relatifs à la nuance classique « SMV3 ». L'endommagement par FT aux échelles microscopique et macroscopique est ensuite discuté. Les effets des paramètres d'essais sur les différents aspects d'endommagement seront finalement examinés.

IV.3.1. Oxydation de l'X38CrMoV5 en FT

IV.3.1.1. Mécanismes

Il est admis que l'oxyde de fer formé dans le cas des aciers à outils chauffés sous air de laboratoire dans le domaine des températures étudiées (550-650 °C) est constitué de deux couches distinctes, différenciées par leur teneur en chrome [1-7]. Cependant, l'examen métallographique et l'analyse par DRX révèlent que l'oxyde formé dans notre cas est composé de plusieurs sous-couches (cf. Figure IV.10). En se basant sur le critère de l'appauvrissement en chrome, les strates peuvent cependant se regrouper en deux parties (couche duplex). De l'acier vers la surface libre, la couche d'oxyde est composée de :

- Spinelles $(\text{Fe,Cr})_3\text{O}_4$,
- Magnétite ou oxyde spinelle (Fe_3O_4) ,
- Hématite ou sesquioxyde de fer (Fe_2O_3) .

Selon le diagramme d'équilibre fer-oxygène, la wüstite ou protoxyde de fer (FeO) ne se forme qu'au-dessus de 570 °C. Selon Schütze, sa température de formation s'élève à environ 850 °C pour un acier à 5% de chrome [3]. D'autres auteurs annoncent par ailleurs qu'une teneur supérieure à 2% de chrome dans un alliage de fer entraîne l'inhibition de la formation de la wüstite [8, 9]. Par conséquent, dans le domaine de température étudié, seules la magnétite et l'hématite sont susceptibles de se former. Ces deux phases, constituant donc la couche duplex externe (pauvre en chrome), sont de type corindons et spinelles, dont les structures cristallines sont respectivement cubique et hexagonale. La structure hexagonale favorise en effet une croissance orientée suivant l'axe « c » [2], ce qui confère à l'hématite cette morphologie aciculaire (formes allongées) que l'on observe sur la surface libre des éprouvettes de FT (cf. Figure IV.9). En plus de cet aspect en forme d'aiguilles, l'oxyde présente une morphologie alvéolaire, notamment à 650 °C. Ces structures sont perméables et poreuses, ce qui facilite le transport des espèces à travers la couche externe. En effet, la diffusion cationique du fer et des éléments d'alliage est le processus qui contrôle la croissance de la bi-couche pauvre en chrome. De ce fait, l'évolution de cette couche se fait par le mouvement de son interface avec l'air libre alors que son interface avec de l'oxyde interne demeure inerte pendant la croissance. La couche riche en chrome se développe quant à elle par la diffusion anionique de l'oxygène (anions) dans l'acier.

L'accroissement de cette partie de l'oxyde résulte du déplacement à cœur de l'interface oxyde/acier. En effet, comme le montre la Figure IV.33, l'interface entre la partie riche en chrome et celle qui est pauvre en chrome correspond à l'interface d'origine (partie non oxydée) de l'acier. La couche riche en chrome peut éventuellement contenir des oxydes, contenant des éléments d'addition comme le silicium, le manganèse et le vanadium. Sa compacité est cependant défavorable à la diffusion et peut ralentir la cinétique de croissance de l'oxyde global.

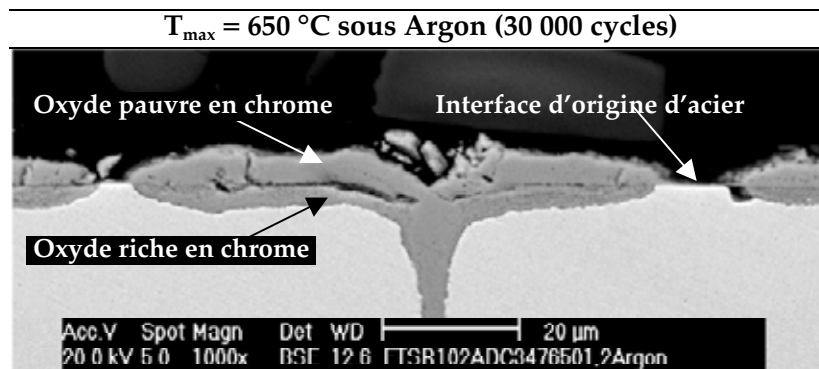


Figure IV.33 : Croissance cationique et anionique des couches d'oxydes (riches et pauvres en chrome)

Les sous-couches composant l'oxyde (couches interne et externe) ne se forment pas de manière simultanée, et leur croissance respective se fait à des vitesses différentes [2]. Toutefois, la croissance de l'ensemble des couches d'oxyde obéit à une loi parabolique, que ce soit en conditions statiques (vieillessement et FI) ou dynamiques (FT et FTM) [1, 2, 5, 6]. Les vitesses d'oxydation varient cependant selon les conditions de sollicitation [1, 2, 5]. Daffos montre que la vitesse d'oxydation en FI diminue par rapport à l'oxydation statique sous contraintes nulles. L'effet est inversé lorsque l'acier est nitruré (augmentation de la vitesse d'oxydation) [2]. L'oxydation est toutefois hétérogène, et le critère utilisé dans la détermination de l'épaisseur de l'oxyde (profondeur maximale) ne semble pas approprié. Pour établir la corrélation entre les données expérimentales déterminées en isotherme et en anisotherme, l'auteur introduit la notion de temps passé à chaud et de température équivalente en considérant la forme du cycle thermique. Dans la continuité de ces travaux, un modèle basé sur la loi parabolique a été proposé pour décrire la cinétique d'oxydation cyclique [1]. L'épaisseur totale de l'oxyde formé durant l'essai de fatigue se fait par l'intégration de l'épaisseur cumulée à chaque cycle sur la totalité des cycles effectués. Le temps est exprimé en fonction de la période et du nombre de cycles. L'énergie d'activation (donnée dans la constante d'oxydation selon la loi d'Arrhenius) est considérée constante, quelles que soient la température et les conditions thermomécaniques de l'essai. Or, Oudin distingue deux domaines d'oxydation, correspondant aux températures en dessous et au-dessus de 600 °C, caractérisés par différentes valeurs de l'énergie d'activation [5].

De nombreuses études menées sur d'autres matériaux montrent que le processus d'oxydation est fonction des conditions de sollicitation [8, 10-15]. Vernault rapporte que l'énergie d'activation peut être élevée dans le cas de l'oxydation sous chargement mécanique, en favorisant le transport de matière par le mouvement des défauts [8].

Azari et al. ont montré que l'énergie d'activation du processus régissant l'oxydation d'un acier à 2,5 % de chrome varie en conditions de chargement thermomécanique cyclique à cause de l'endommagement de la couche d'oxyde [11]. Neu et al. décrivent deux types de croissance de l'oxyde selon le mode d'endommagement de ce dernier [12, 13]. L'épaisseur de l'oxyde est élevée soit localement suite à la fissuration de l'oxyde, soit de manière plus étalée dans le cas de l'écaillage [12]. De même, Pérez montre que l'oxydation est modifiée en conditions de températures cycliques à cause de l'endommagement de l'oxyde par les contraintes d'origines thermiques [14]. D'autre part, Engler-Pinto a établi une loi (à partir de la loi parabolique décrivant la croissance de l'oxyde) reliant le facteur de vitesse à l'amplitude de la déformation mécanique pour l'alliage IN738LC sollicité en FTM [16]. Il s'agit d'une loi de puissance limitée au seuil (faibles vitesses et déformation) par une déformation critique en dessous de laquelle l'effet mécanique devient insignifiant [16]. La pré-déformation de l'acier influe également sur la cinétique bien que les effets rapportés dans la littérature soient antinomiques [8]. On peut conclure par conséquent que le processus d'oxydation est influencé par la sollicitation mécanique d'autant plus que la couche est endommagée (forte amplitude de déformation).

Dans sa forme actuelle, le modèle d'oxydation cyclique ne rend pas compte de l'effet de la contrainte et est par conséquent limité aux domaines de la fatigue à forte plasticité (HCF) et des températures inférieures à 550 °C (car on considère que l'énergie d'activation valable au-dessus de 600 °C) [1]. En revanche, le modèle est applicable au cas de la FT pour des températures maximales supérieures à 550 °C, et permet de rationaliser les épaisseurs d'oxyde déterminées expérimentalement dans le cas de ces essais ($685\text{ °C} < T_{\text{max}} < 575\text{ °C}$ avec différents temps de chauffages) [1].

IV.3.1.2. Oxydation sous atmosphères variées

La pression partielle d'oxygène, qui représente l'activité de l'espèce oxydante, influe également sur le mécanisme d'oxydation. Elle intervient dans les conditions de formation des oxydes, déterminées par les équilibres thermodynamiques ou la variation de l'enthalpie libre [3, 17]. La présence de vapeur d'eau peut également jouer un rôle sur les cinétiques d'oxydation. Des diagrammes ont été établis à cet effet pour déterminer les phases susceptibles de se former selon les pressions partielles d'oxygène et des gaz influençant l'oxydation [17]. Les cinétiques d'oxydation sont par conséquent sensibles à l'environnement. Dans le cas de la nuance étudiée, Bruckel a montré une accélération de l'oxydation en présence d'humidité (atmosphère enrichie en vapeur d'eau) [6]. Étudier l'effet de ces paramètres requiert ainsi un contrôle rigoureux de la pression partielle de chaque gaz dans l'enceinte. Or, dans le cadre de ce travail, nous nous sommes restreints à l'étude qualitative de l'effet de la réduction de la pression partielle d'oxygène sur la durée de vie de l'acier en FT.

Un changement de mécanisme d'oxydation est constaté lorsque la nature du gaz inerte dans l'enceinte et la pression partielle d'oxygène atmosphérique sont modifiées (cf. Annexe C2). En revanche, l'analyse par DRX révèle que les mêmes phases d'oxyde sont formées sous air ou sous atmosphère inerte.

Le changement est d'ordre cinétique et morphologique. L'oxydation dans les conditions du vide primaire sous argon est partielle (hétérogène) et caractérisée par la formation de nodules (îlots d'oxydes) alignés sur les stries de polissage (cf. Figure IV.20.a et b).

La morphologie de l'oxyde est alors identique à celle de l'oxyde formé sous air en termes de compacité et d'adhérence au substrat. Ces composés croissent latéralement au fil des cycles, et coalescent pour recouvrir davantage de surface d'acier. L'oxydation locale de la nuance X38CrMoV5 par formation de nodules a également été observée dans le cas d'essais menés sous air atmosphérique, en condition statique (vieillessement) [6] et sous chargement thermomécanique (FI et FTM) [2, 5, 18]. Ce phénomène semble également être favorisé par l'humidité [6].

Sous azote après une purge avec un vide secondaire, l'oxydation est plus homogène, mais la couche est beaucoup plus fine par rapport aux essais sous argon. La couche d'oxyde présente un aspect très poreux et ne semble pas être bien adhérente au substrat. L'analyse en coupe confirme cet aspect fragmenté (poreux) de l'oxyde dans le cas des essais sous azote (cf. annexe C2).

L'oxydation est différée dans le cas des éprouvettes pré-aluminisées où la couche intermétallique joue le rôle de barrière chimique. L'analyse en coupe montre que l'oxyde pénétrant à travers la fissuration présente les mêmes couches que celles formées sous air (cf. annexe C2). L'analyse par DRX, effectuée en fin de cycles, révèle la présence de magnétite et d'hématite.

IV.3.2. Mécanismes d'amorçage

L'amorçage de micro-fissures constitue la phase d'endommagement superficiel de l'éprouvette par la formation de fissures n'atteignant pas forcément le substrat. À ce stade d'endommagement, les fissures se restreignent à la couche d'oxyde ou d'intermétallique. Elles atteignent une longueur apparente en surface suivant l'axe de l'éprouvette « zz » (latéralement) de l'ordre de 1,6 mm ($\pi \cdot r$), et s'arrêtent en profondeur à l'interface avec l'acier (10 à 20 μm).

IV.3.2.1. Conditions thermomécaniques des couches superficielles

La présence de couches superficielles, issues de l'interaction de l'acier avec l'environnement, nous conduit à considérer un élément représentant la surface (dont la taille est de l'ordre de quelques dizaines de microns), comme un bi-matériau sollicité en FTM. À chaque instant du cycle de FT, les deux composantes (dépôt et matériau de base) sont supposés être à la même température, en admettant que les gradients thermiques ne sont pas très importants dans la profondeur considérée. L'oxyde est soumis à des contraintes provenant du processus d'oxydation, de la courbure du substrat, de la variation de température et de la déformation du substrat, qui est lui-même soumis à des contraintes cycliques par le reste de la structure [3, 19, 20]. La rugosité de l'interface peut également induire des contraintes dans l'oxyde et à l'interface [3]. La différence de volume entre la maille cristalline de l'oxyde et de l'acier entraîne aussi le développement de contraintes au cours de l'oxydation, représenté par le Rapport de Pilling et Bedworth (RPB).

La couche d'oxyde est considérée en compression lorsque les valeurs de RPB sont supérieures à 1 [21], ce qui correspond à l'ensemble des couches identifiées dans notre cas (cf. Tableau IV.7).

Système	Rapport de Pilling-Bedworth
$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Fe}_3\text{O}_4$	1,02
$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{FeO}$	1,2
Spinelle- $\text{Fe}(\text{FeCr})_2\text{O}_4/\text{Fe-Cr}$	2,1
$\text{Fe}_2\text{O}_3/\alpha\text{-Fe}$	2,14
$\text{Fe}_3\text{O}_4/\alpha\text{-Fe}$	2,1
$\text{FeO}/\alpha\text{-Fe}$	1,68

Tableau IV.7 : Rapport de Pilling-Bedworth pour les différents systèmes rencontrés [3]

À ces contraintes se superposent les contraintes de compression, lors du chauffage, et de traction, lors du refroidissement ($\alpha_{\text{oxy}} > \alpha_{\text{met}}$), dues à la courbure concave du congé. Ces contraintes agissent en particulier suivant l'axe de l'éprouvette « zz » (le rayon de l'éprouvette de 15 mm étant relativement grand suivant la circonférence « $\theta\theta$ »). L'amplitude de ces contraintes est d'autant plus grande que le rayon de courbure est petit.

Si la couche d'oxyde (ou d'intermétalliques) est bien adhérente au substrat, elle subit les mêmes déformations thermomécaniques imposées à la surface du matériau pendant le cyclage thermique (en FT). En effet, lorsque la surface de l'éprouvette est chauffée, sa dilatation thermique suivant l'axe circonférentiel est bridé par la partie centrale moins chaude, qui soumet ainsi la périphérie de l'éprouvette en compression. Les gradients thermiques s'atténuent lors du refroidissement, ce qui ramène toute la surface à la déformation thermique de l'état initial du cycle. Au cours du refroidissement, la contrainte négative engendrée lors du chauffage se décharge thermoélastiquement, entraînant une tension en surface (cf. Chapitre V). Pendant l'essai de FT, la couche présente en surface est donc, à l'instar de la partie supérieure de l'éprouvette, soumise par le reste de la structure à un cycle de contrainte de type compression-traction, suivant l'axe « $\theta\theta$ ».

Enfin, de par leur différence de dilatation thermique, le substrat et la couche d'oxyde sont soumis mutuellement à des contraintes opposées, même sous sollicitations isothermes.

IV.3.2.2. Phénomènes d'endommagement superficiel

La modélisation de l'endommagement de l'oxyde nécessite la connaissance préalable de la cinétique, de la composition, et des propriétés de la couche d'oxyde afin d'établir avec précision les niveaux de sollicitations thermomécaniques. Cette étude se limite à l'étude de l'endommagement de la couche de revêtement (oxyde et intermétallique) sur le plan phénoménologique.

Les contraintes intrinsèques générées par la croissance de l'oxyde s'additionnent ou s'opposent aux charges imposées par les autres paramètres (géométrie, variation thermique, chargement cyclique et anisotropie des propriétés avec le substrat). Les couches d'oxyde relaxent les contraintes résultantes par déformation élastique, ou éventuellement par fluage. Or, il est admis que l'oxyde ne présente pas (ou très peu) de plasticité en dessous de 800 °C ($0,5 \times T_{\text{fusion}}$) [3, 21].

L'oxyde se comporte donc comme un matériau élastique, bien que la présence d'impuretés ou d'éléments d'alliage puisse réduire la limite d'écoulement de l'oxyde. Toutefois, la susceptibilité d'accommodation de la déformation élastique par la couche d'oxyde dépend très largement de son épaisseur, comme l'illustre la carte du mode de fracture de l'oxyde (cf. Figure IV.34) [21]. Le relâchement de la contrainte se fait par rupture de l'oxyde en dehors de la zone hachurée, dans laquelle le matériau accommode la contrainte par déformation élastique.

En compression, l'endommagement de l'oxyde se fait par écaillage ou flambement, entraînant le décollement d'une partie de l'oxyde. Selon les propriétés de l'oxyde et de l'interface, l'écaillage se manifeste suivant deux modes d'endommagement, qui sont schématisés sur la Figure IV.35. Ces types d'endommagement ont été modélisés par Evans en utilisant une approche énergétique basée sur la mécanique linéaire élastique de la rupture [20, 21]. Le modèle suppose que la fracture dans l'oxyde ou à l'interface (oxyde/substrat) se produit si l'énergie élastique stockée dans un volume d'oxyde donné dépasse (ou égale) l'énergie de décohésion [20, 21]. Le décollement précède la fissuration lorsque l'oxyde est résistant et présente de faibles liaisons d'interface. Dans le cas contraire, où l'oxyde est fragile avec une faible énergie d'interface, l'écaillage s'effectue par une fissuration par cisaillement suivie de la décohésion de l'oxyde [20].

L'écaillage observé sur nos éprouvettes se produit lors du chauffage et non pas au cours du refroidissement comme cela est annoncé dans la plupart des cas décrits dans la littérature [20]. En effet, les oxydes spinelles contiguës au substrat $(\text{Fe,Cr})_3\text{O}_4$ et la magnétite, présentent des dilatations thermiques plus fortes que celles de l'acier en dessous de 600 °C (cf. Figure IV.36) [3]. De ce fait, ces couches sont mises en compression lors du chauffage alors que l'hématite, présentant un coefficient de dilatation inférieur au substrat, se trouve en tension. Les contraintes s'inversent lors de refroidissement. Ceci est confirmé par les observations in-situ lors des essais de FT, montrant l'écaillage pendant le chauffage. Le fort écaillage constaté à $T_{\text{max}} = 550$ °C peut s'expliquer par l'écart maximal entre les coefficients de dilatation thermique représenté par le pic situé au voisinage de cette température (cf. Figure IV.36). L'écart diminue rapidement pour les températures plus élevées (> 550 °C), ce qui réduit par conséquent l'amplitude des contraintes contribuant à l'écaillage de l'oxyde. Cela explique en effet le très faible écaillage observé dans le cas des éprouvettes « SR1 » et « SR3 » sollicitées à $T_{\text{max}} = 600$ et 650 °C. Les contraintes de compression sont élevées davantage par la variation thermique et particulièrement par l'effet de la courbure. Cela explique le fort écaillage localisé dans le congé de l'éprouvette de type Glenny.

Sur la frontière limitant la zone d'écaillage (cf. Figure IV.34), l'oxyde se rompt par fissuration périodique (régulière) perpendiculairement à l'axe circonférentiel « $\theta\theta$ ». Ce mode d'endommagement se traduit en effet par un faïençage de type uniaxial quand la sollicitation est unidirectionnelle. La distance séparant les micro-fissures évolue vers une valeur asymptotique en fonction du nombre de cycles (cf. Figure IV.28). En effet, les micro-fissures atteignant la surface de l'acier provoquent l'oxydation préférentielle du substrat par court-circuit de diffusion. Les micro-fissures (secondaires) restreintes dans l'oxyde s'arrêtent alors à cause de la redistribution des lignes de force déformées en tête des fissures qui se propagent dans le substrat (plus profondes).

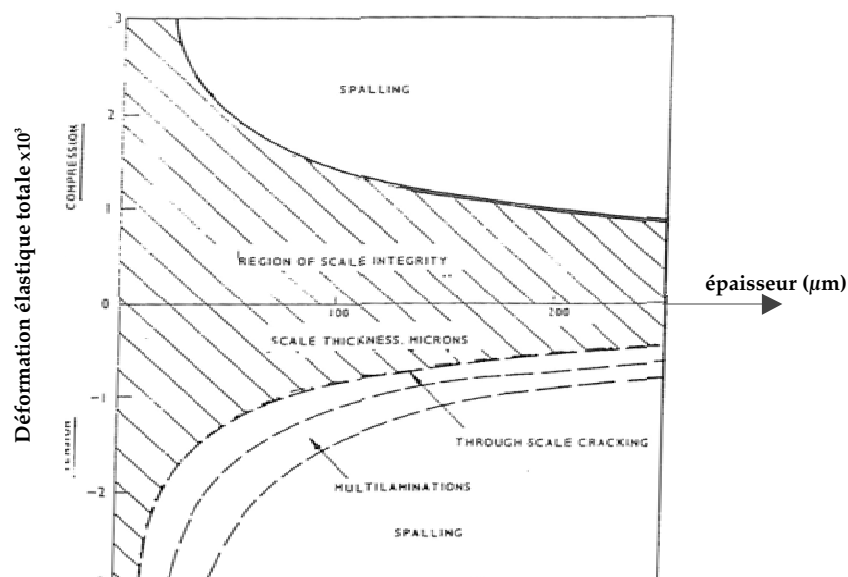


Figure IV.34 : Carte du mode de fracture de l'oxyde en fonction de son épaisseur [19]

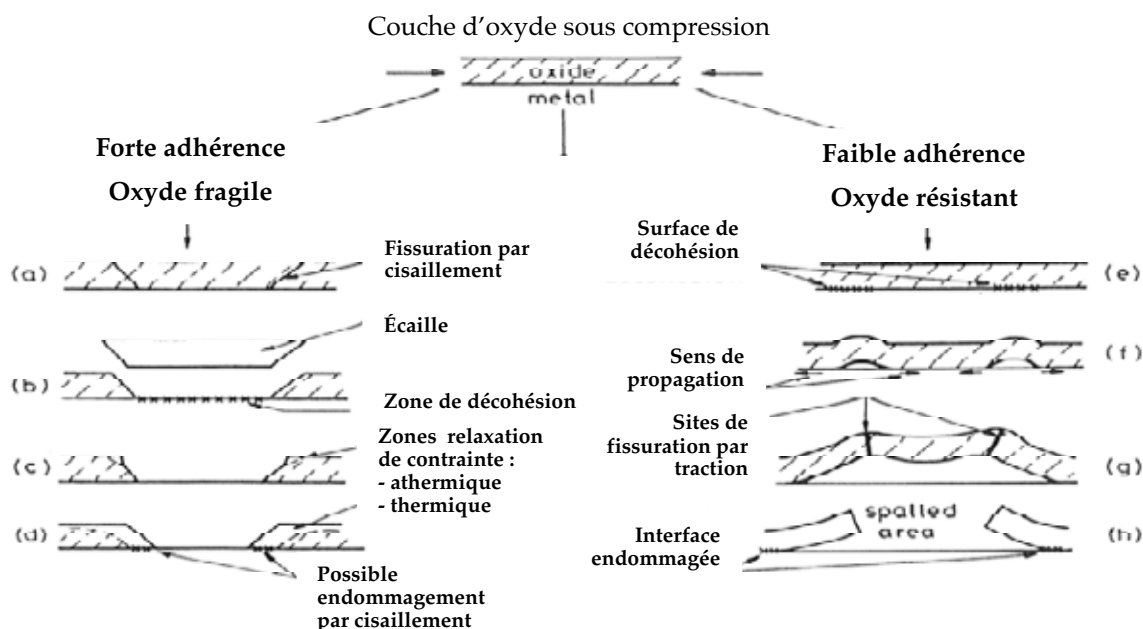


Figure IV.35 : Schéma représentatif des deux modes d'écaillage de l'oxyde sous compression [20]

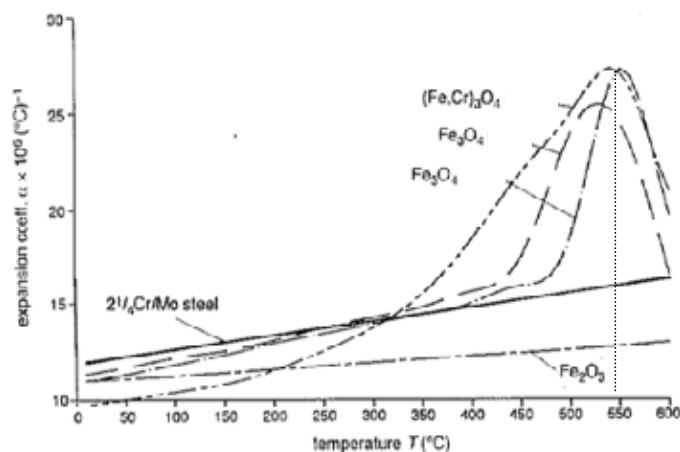


Figure IV.36 : Évolution avec la température de la dilatation thermique d'un acier à 2,5 % de chrome et 1% de molybdène et ses oxydes dérivés (magnétite, hématite et spinelles riche en chrome) [3]

La densité du faïencage diminue, du fait de la cicatrisation de ces micro-fissures (secondaires), et cela se traduit alors par une augmentation progressive de la distance inter-fissures, observée au cours des essais de FT. Les micro-fissures pénétrantes dans l'acier sont ouvertes et présentent un soulèvement au niveau de la surface au voisinage de la fissure (cf. Figure IV.37). L'analyse en coupe révèle que cette déformation est issue de l'expansion volumique de la couche au voisinage de la fissure (oxydation augmentée localement dans les fissures). La déformation plastique de l'acier, cumulée au cours des cycles de FT, peut contribuer également à l'ondulation de la couche d'oxyde.

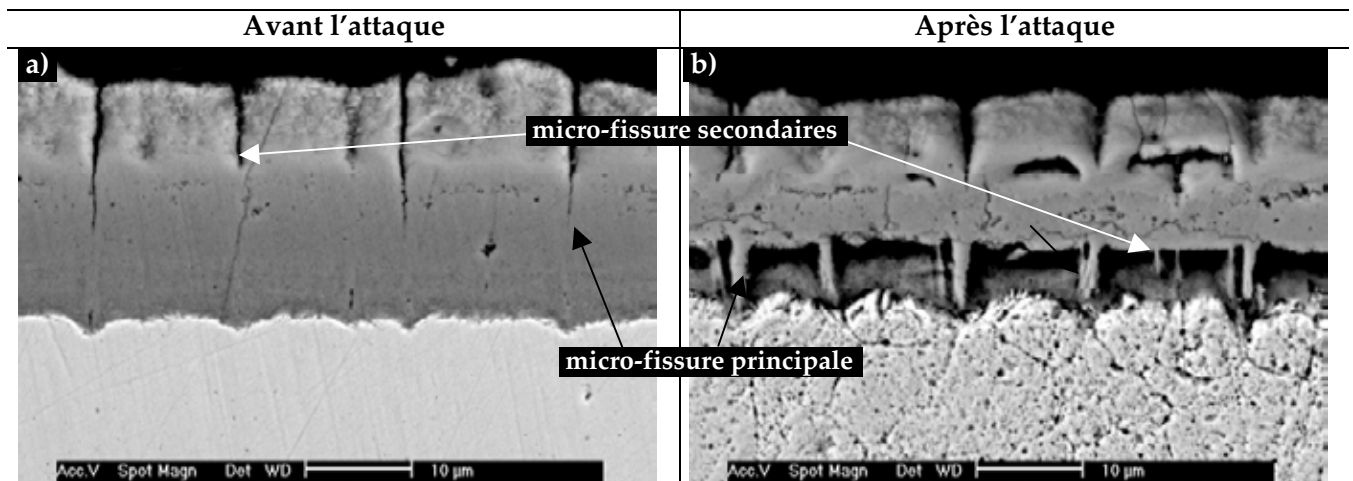


Figure IV.37 : Micro-fissurations (inter-granulaire et trans-granulaire) de la couche d'oxyde

À l'opposé des travaux de Benedyk [22], les résultats obtenus dans cette étude et ceux de la référence [1] montrent que la densité du réseau de faïencage est indépendante de la température maximale. Elle est en revanche sensible aux propriétés du revêtement ainsi que de la vitesse de chauffage, qui détermine l'amplitude de la vitesse de déformation. Medjedoub relie ce phénomène à l'incompatibilité entre la déformation thermoélastique totale du substrat et celle de l'oxyde, qui dépend notamment de la vitesse de chauffage. D'autre part, la fissuration périodique peut être caractéristique de l'endommagement par fluage [19]. Des modèles ont été proposés à cet effet, prenant en compte la vitesse de fluage, l'épaisseur et les propriétés (viscosité) de l'oxyde, la contrainte appliquée et la distance entre les fissures [3]. En effet, la présence d'impuretés ou d'éléments d'alliage peut réduire la limite d'écoulement de l'oxyde [3, 8, 21].

IV.3.2.3. Effets des paramètres d'essais sur la fissuration superficielle

Les résultats des différents essais de FT montrent que l'endommagement de la surface est très sensible aux conditions de sollicitation de l'acier (cf. Annexe C2).

L'écaillage fonction de la courbure est à l'origine de l'écart de durée de vie constaté entre les différentes géométries. La forte tendance d'écaillage empêche en effet que l'oxyde s'étende complètement sur la surface de la crête et retarde ainsi l'amorçage de la microfissuration de l'oxyde (cf. Figure IV.1.j-l). Il en est de même pour l'essai à $T_{\max} = 550\text{ °C}$, où l'endommagement se fait principalement par écaillage de l'oxyde (cf. Figure IV.13.a). D'autres paramètres de nature mécanique et métallurgique interviennent dans ce dernier cas.

L'état de surface, conditionné par l'environnement, influe également sur le mécanisme et la durée de vie de l'endommagement superficiel (cf. Figure IV.38). Sous azote (purge avec vide secondaire), l'aspect poreux de l'oxyde favorise le relâchement des contraintes par la déformation plutôt que par fissuration. L'étape d'amorçage de micro-fissures n'est pas détectée dans ces conditions (cf. Figure IV.19.c et f et Figure IV.23.c). Toutefois, la déformation plastique de compression cumulée au fil des cycles confère à la couche une forme d'ondulation observée en surface à grand nombre de cycles. L'oxydation sous argon (purge avec vide primaire), bien que localisée (forme de nodules) (cf. Figure IV.20), présente des propriétés de compacité et d'adhérence comparables à celles de la couche d'oxyde formée sous air (cf. Figure IV.21.a). Le comportement à l'endommagement de la surface est par conséquent identique dans les deux conditions atmosphériques (argon et air). La densité de la micro-fissuration, restreinte aux zones oxydées au début de l'endommagement (cf. Figure IV.20), est donc réduite sous argon (diminution de la longueur équivalente de la fissuration par l'unité de surface). La croissance du faïençage uniaxial dans ce cas-là se fait par la coalescence des microfissures entre les îlots d'oxydes.

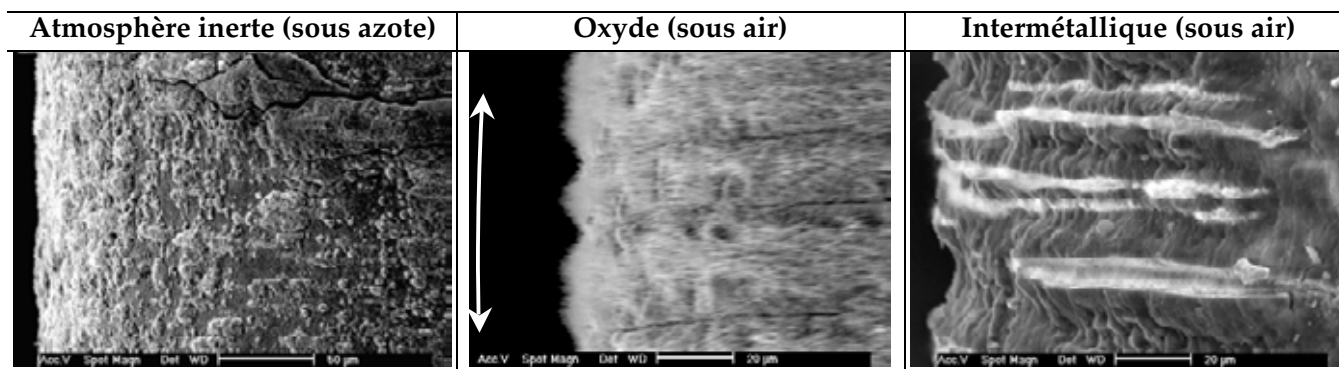


Figure IV.38 : Effet de l'environnement sur le mécanisme de la fissuration superficielle par FT.
Vues de profil sur les éprouvettes « SR106 » (a) « SR103 » (b) et « SR109 » (b) ($T_{\max} = 650\text{ °C}$)

L'aluminisation joue un rôle protecteur contre l'oxydation de la surface d'acier. Néanmoins, les sollicitations thermomécaniques cycliques conduisent à une fissuration de type faïençage uniaxial de la couche intermétallique (cf. Figure IV.38.c). Cette couche intermétallique présente en fait une meilleure résistance à la fissuration par FT que la couche d'oxyde. Cela est traduit par l'amorçage retardé des micro-fissures dans le cas des éprouvettes pré-aluminisées par rapport aux éprouvettes nues testées sous air. La micro-fissuration est détectée en effet dès les premiers 600 cycles dans le cas de la couche d'oxyde formée sur des éprouvettes vierges testées sous air (« SR101 »), alors qu'elle est invisible à 2500 cycles dans le cas de l'éprouvette pré-aluminisée testée sous azote (« SR108 »). La densité de faïençage dans la couche intermétallique est moins importante par rapport à la couche d'oxyde aussi bien en conditions uniaxiales (cf. Figure IV.28) qu'en conditions multiaxiales (éprouvette cylindrique multiaxiales « CFT »). Toutefois, la morphologie du faïençage est identique dans les deux couches (oxyde et intermétallique) quelles que soient les conditions de sollicitation (cf. Figure IV.29). La transition du faïençage multiaxial en uniaxial vers les bords libres des éprouvettes cylindriques « CFT » est observée dans le cas de l'X38CrMoV5 vierge testé sous air [1, 7], mais aussi dans le cas d'autres matériaux testés en FT avec d'autres géométries [23].

Le mécanisme d'endommagement de la couche intermétallique diffère toutefois par rapport à la couche d'oxyde. La couche intermétallique est endommagée par deux mécanismes simultanés : la fissuration sous la sollicitation thermomécanique et la décomposition par l'évolution microstructurale et chimique de la couche. L'inter-diffusion des atomes d'aluminium et de fer, thermiquement activée, conduit à la croissance de nouvelles couches intermétalliques, composées de phases riches en fer (cf. Figure IV.30). Au cours des cycles successifs, l'interface des couches riches en fer se déplace vers la surface libre de l'éprouvette.

Enfin, le comportement à l'endommagement de la couche intermétallique est aussi sensible à l'oxydation. La couche intermétallique présente sous air des fissures traversantes (le long du congé) et débouche sur les parties latérales du disque (cf. Figure IV.27.b et d). Or, sous azote, les fissures sont courtes et distribuées en surface de manière hétérogène (cf. Figure IV.27.a et c). La croissance du faïençage dans la couche intermétallique, moins dense sous azote, semble donc assistée par l'oxydation. L'analyse en coupe des éprouvettes pré-aluminisées montre par ailleurs que l'oxydation accompagne les micro-fissures dans l'acier et dans l'interface acier/intermétallique (cf. Figure IV.27.e et f). Les micro-fissures atteignant l'acier paraissent plus ouvertes dans le cas des essais sous air. L'effet est moindre dans le cas des essais sous azote. À l'échelle microscopique, la propagation des micro-fissures en surface et en profondeur (dans l'acier) est donc accélérée par l'oxydation (dans les zones chaudes et en contact de l'air).

IV.3.3. Mécanismes de fissuration de l'acier (macro-fissures)

La macro-fissuration se rapporte à la croissance des fissures dont la taille est de l'ordre macroscopique. La dimension des macro-fissures varie donc de quelques dizaines de microns (en sous-couches) jusqu'à une longueur de l'ordre de quelques millimètres (en profondeur de l'acier). Comme nous l'avons décrit ci-dessus (cf. Annexe C2), la durée de vie des macro-fissures comprend :

- Une étape d'amorçage correspondant à la formation d'une fissure de 0,5 mm de profondeur,
- Une étape de propagation (évolution du front de la fissure avec le nombre de cycles).

Les mécanismes relatifs à chacune de ces étapes sont décrits dans cette section.

IV.3.3.1. Croissance des fissures macroscopiques

La macro-fissuration de l'acier par FT résulte de la synergie des mécanismes suivants :

- L'évolution des propriétés thermomécaniques de l'acier,
- L'oxydation ou l'aluminisation et la formation de couches superficielles,
- La plasticité cyclique due à la sollicitation thermomécanique,
- La fragilisation superficielle du matériau, due à l'interaction avec l'environnement.

Les mécanismes de fissuration par FT, l'endommagement dû à l'évolution microstructurale ainsi que le rôle de l'environnement, qui est représenté par la formation de couches superficielles, seront analysés. La fragilisation du métal par la diffusion des espèces chimiques ainsi que les phénomènes de micro-plasticité s'effectuent à une échelle mésoscopique dont la caractérisation nécessite des moyens plus fins. Ces deux derniers aspects ne sont toutefois pas traités dans le cadre de cette étude.

IV.3.3.1.1. Évolutions microstructurales

Les contraintes thermomécaniques se conjuguent avec l'effet de la température pour conduire à un éventuel adoucissement ou durcissement cyclique de l'acier [24, 25]. Cela se manifeste par une évolution microstructurale de l'acier qui se traduit, généralement, par la chute de ses propriétés thermomécaniques et par conséquent de sa résistance à la fissuration.

La Figure IV.39 représente les profils de dureté réalisés en coupe des éprouvettes de FT suivant l'axe radial « rr ». Les filiations de dureté sont effectuées à partir de la surface en utilisant une charge de charge 200 g (HV 0,2 Kg) avec un pas d'indentation croissant avec la profondeur.

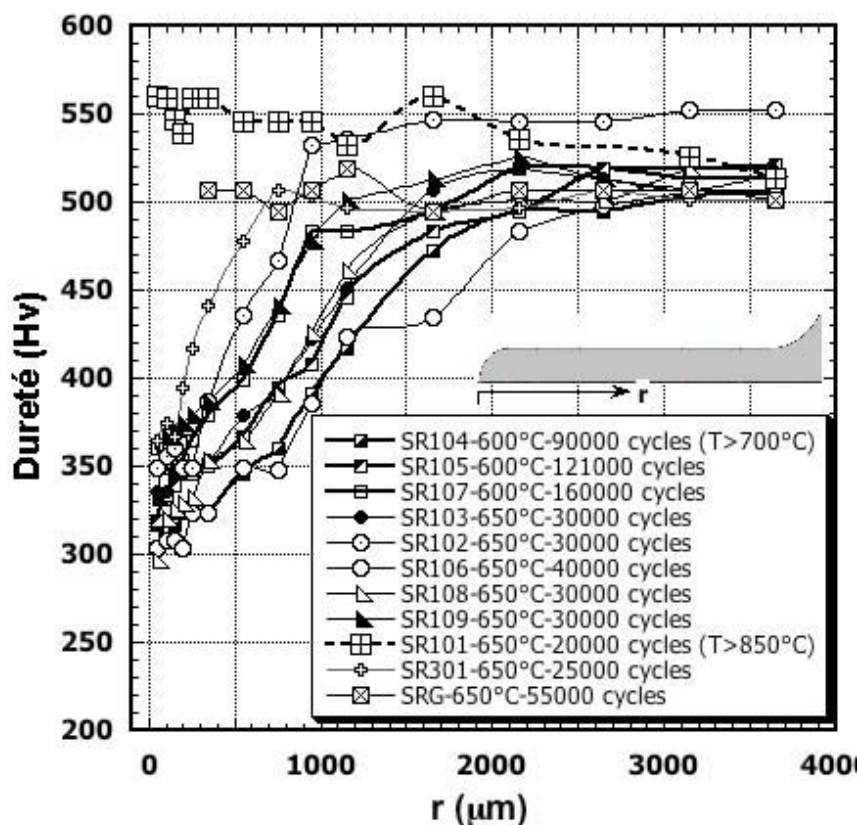


Figure IV.39 : Gradients de dureté dans les éprouvettes de FT testées sous différentes conditions

On constate donc une chute de dureté dans la partie supérieure du disque, témoignant de l'adoucissement de l'acier dans cette zone sollicitée à haute température. La profondeur de la partie affectée varie toutefois en fonction des conditions de l'essai. À cœur, la dureté égale celle de l'acier à l'état initial (avant l'essai de FT). On remarque que les éprouvettes « SR101 » et « SR102 », provenant d'un lot différent de celui des autres éprouvettes, présentent une dureté plus élevée.

Les éprouvettes sollicitées à 650 °C montrent des profils de dureté comparables, à l'exception de l'éprouvette surchauffée au-dessus de 850 °C (« SR101 ») qui présente plutôt un durcissement en surface et un léger adoucissement à cœur. L'éprouvette vierge testée à 650 °C sous azote pendant 40000 cycles (« SR106 ») présente le plus fort adoucissement relativement au reste des éprouvettes testées à 650 °C (« SR102 », « SR103 », « SR106 », « SR108 » et « SR109 ») ayant subi 30 000 cycles. L'éprouvette « SR301 » est moins adoucie car n'a été sollicitée que pour 27 000 cycles.

Le choc thermique provoqué à 600 °C (« SR104 » testée pendant 90 000 cycles) a fait baisser son niveau de dureté autant que pour les éprouvettes « SR105 » et « SR107 » testées à 600 °C, alors que les essais dans les derniers cas ont été conduits jusqu'à respectivement à 120 000 et 160 000 cycles.

En Figure IV.40 sont montrées les micrographies de la microstructure de l'acier à l'état initial et après le test de FT, observées respectivement en profondeur et en surface des éprouvettes de FT. La planche montre également la microstructure de l'acier à l'état recuit. Il est connu que les sollicitations thermiques, au-dessus de la température du deuxième revenu, ainsi que les contraintes thermomécaniques entraînent l'évolution de la taille et de la distribution des carbures, de par de leur coalescence. La Figure IV.40.b et c montre les traces des carbures allongés et globulaires, de taille micrométrique, qui étaient invisibles avant le test (47 HRC). Les carbures ont été déchaussés suite à un artéfact de l'attaque métallographique. Les lattes martensitiques apparaissent plus arrondies (moins allongées et plus épaisses). Cette microstructure est observée pour toutes les éprouvettes dont la dureté est diminuée en dessous de 350 Hv. L'éprouvette « SR101 » présente une microstructure mixte non référencée avec des grains très fins (cf. Figure IV.40.e et f). Certains de ces grains présentent la structure martensitique. Cette éprouvette est en effet surchauffée au-dessus d'AC1 (850 °C) dans le domaine ferrito-austénitique. Cela a conduit à la formation de grains austénitiques très fins qui n'ont pas eu le temps de croître. Le refroidissement brusque qui s'en est suivi a provoqué la transformation partielle en une structure martensitique, ce qui élève la dureté globale de cette microstructure. Les températures moins importantes à cœur (à cause du refroidissement interne) conduisent au contraire à l'adoucissement de la partie interne.

IV.3.3.1.2. Effet de l'environnement

L'effet d'environnement se résume à la formation d'une couche superficielle (couche d'oxydes ou d'intermétalliques) résultant de l'endommagement préalable de la surface par l'oxydation ou l'aluminisation. Les contraintes thermomécaniques générées en surface entraînent l'endommagement de cette couche par la formation de faïençage (partiel ou total). Les macro-fissures s'amorcent ensuite à partir des micro-fissures constituant le réseau de faïençage lorsque la contrainte atteint localement le seuil de fissuration du matériau. La chute des propriétés locales de l'acier (au voisinage des fissures de faïençage) provoquée par l'adoucissement cyclique conduit après un certain nombre de cycles à la fissuration du matériau et à la croissance en profondeur des micro-fissures. Les micro-fissures amorcées dans les joints de grains sont plus profondes et constituent par conséquent des sites de propagation favorisés.

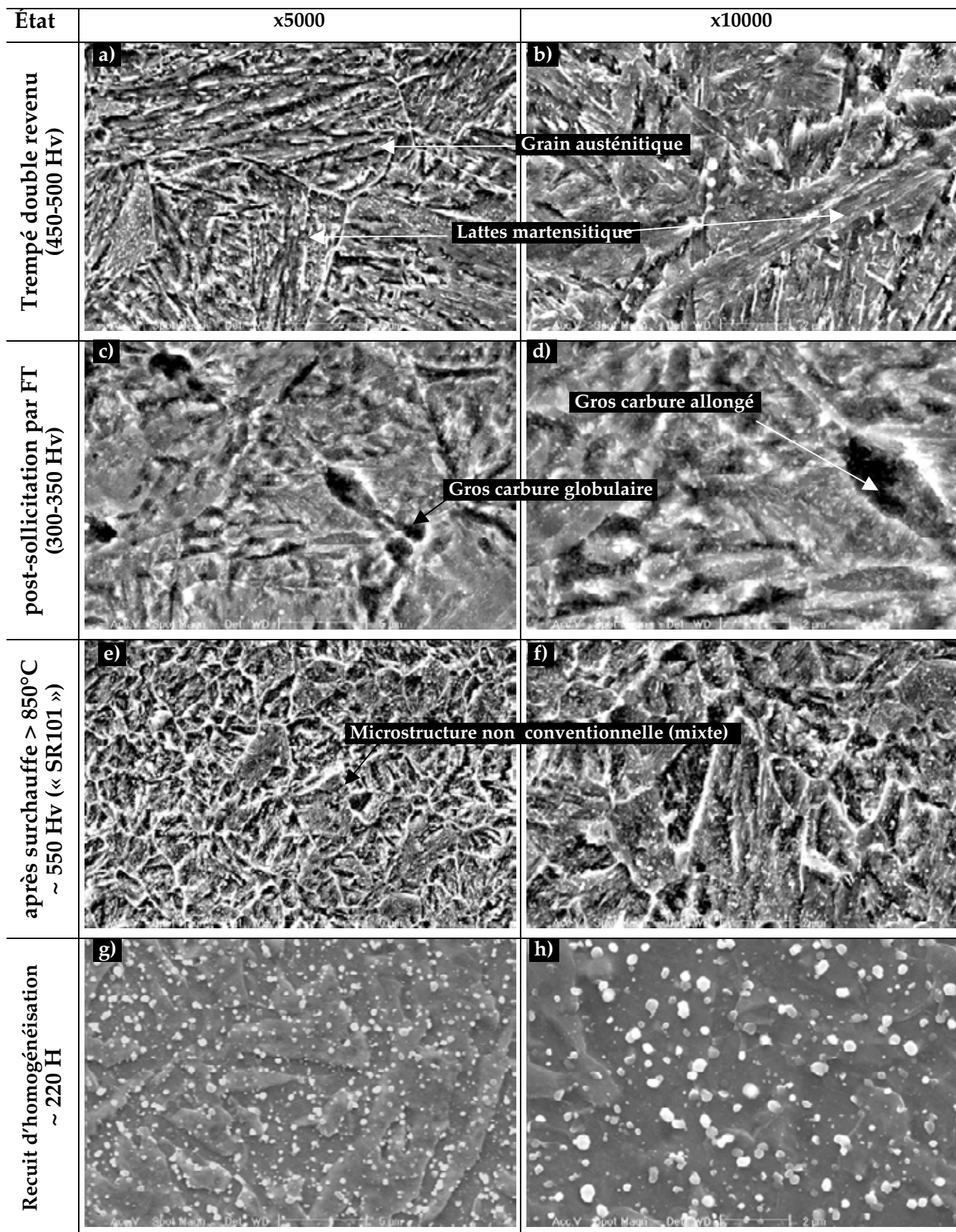


Figure IV.40 : Microstructure de l'X38CrMoV5 à l'état initial à l'issue de traitement thermique (a et b), à l'état après sollicitation en FT (c et d), après choc thermique produit sur l'éprouvette « SR101 » (e et f) et à l'état recuit (g et h)

L'état du champ de contraintes est modifié par la présence des défauts dans la couche d'oxyde. La redistribution des contraintes induit une concentration des lignes de forces sur les bords des défauts dans la couche d'oxyde. La contrainte est ainsi amplifiée localement, entraînant des déformations inélastiques, visibles en surface de l'acier (cf. Figure IV.41.a). Ce phénomène est fonction du comportement thermo-plastique de l'acier, qui évolue au cours des cycles (adoucissement cyclique), et de la dimension du défaut. La transformation morphologique de la surface d'acier due à la plasticité se manifeste par l'émergence de bandes de glissement croisées (cf. Figure IV.41.a). Ces dernières sont favorisées suivant des plans inclinés à environ 45° par rapport à l'axe de la contrainte circonférentielle « $\theta\theta$ ». Cela peut conduire à l'amorçage de fissures aussi bien en surface qu'en sous-couche du matériau, dans les zones fortement sollicitées (proche de la surface).

La Figure IV.41.b illustre la croissance d'une fissure interne suivant un plan perpendiculaire à l'axe de circonférentiel. Ce phénomène est observé uniquement dans le cas des éprouvettes testées sous atmosphères à basses pressions partielles d'oxygène (cf. Figure IV.27.e). Le modèle proposé par Tsujji sur l'endommagement sous vide (secondaire) de la même nuance sollicitée en FI « LCF » ($\Delta\epsilon_t = 1\%$ à $T = 600^\circ\text{C}$) stipule le même mécanisme d'amorçage avec d'éventuelles croissances de fissures internes [18]. Sous air, l'auteur ne fait état que d'une fissuration à partir de la surface. L'amorçage interne des fissures est donc spécifique à l'endommagement intrinsèque du matériau en FT.

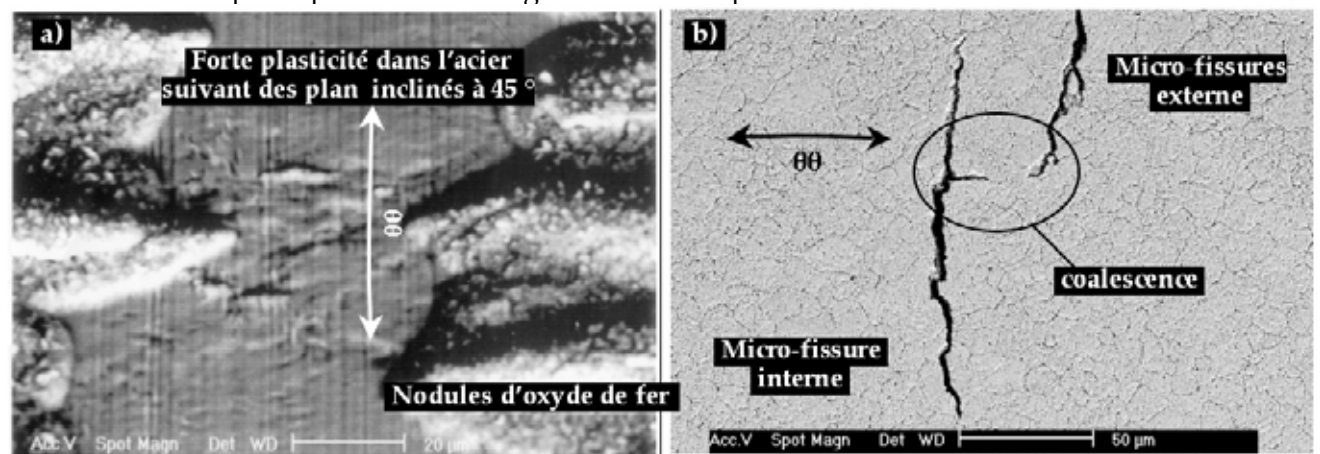


Figure IV.41 : a) Plasticité superficielle localisée en pointe des micro-fissures ;
 b) Croissance d'une fissure interne et propagation par coalescence
 (éprouvette nue testée à $T_{\max} = 650^\circ\text{C}$ sous argon)

L'aspect très poreux de la couche d'oxyde formée sous azote lui permet d'accommoder les contraintes plutôt par déformation que par fissuration empêchant ainsi la formation du faïençage. La fissuration de l'acier dans ce cas est liée exclusivement à l'adoucissement de l'acier sous l'effet conjugué de la contrainte thermomécanique et de la température. D'ailleurs, l'apparition des fissures macroscopiques est synchronisée pour les éprouvettes vierges testées sous azote, alors qu'elle est différée pour les éprouvettes présentant des couches superficielles (oxyde sous air ou intermétallique). Dans ces derniers cas, l'amorçage de la fissure principale est précoce, et se produit bien avant la multi-fissuration de l'acier (propagation de plusieurs fissures) notée en fin d'essai (cf. Figure IV.42.a et c).

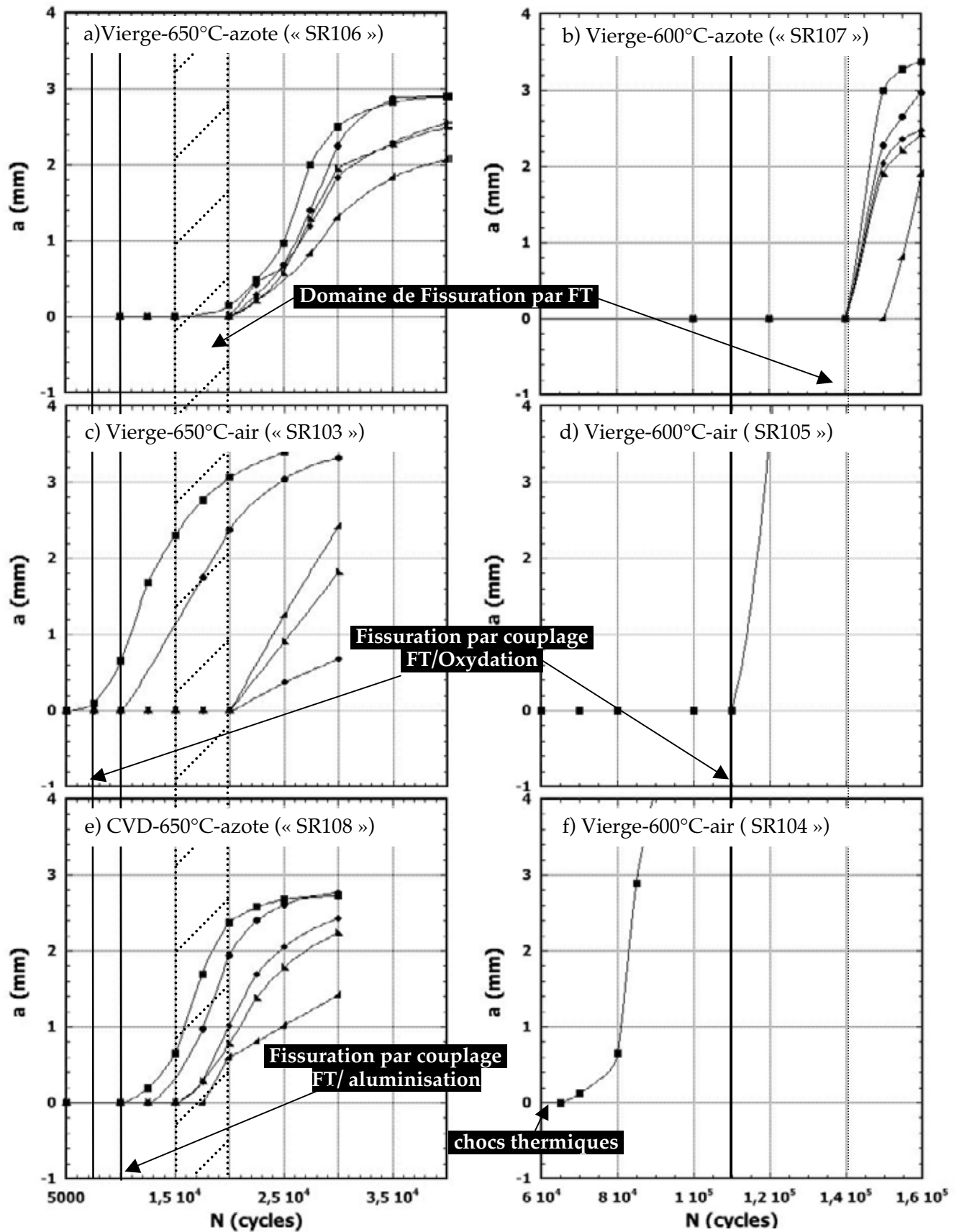


Figure IV.42 : Évolution des macro-fissures formées dans les différentes éprouvettes

a) « SR106 », b) « SR107 », c) « SR103 », d) « SR105 », e) « SR108 » et f) « SR104 »

[Lignes verticales discontinues (zone hachurée) : endommagement propre à la FT

Lignes continues : endommagement par couplage FT/environnement]

L'étape de la multi-fissuration marque en effet la période de l'essai où l'acier perd entièrement sa résistance à la fissuration, ayant atteint son niveau d'endommagement spécifique par FT (endommagement intrinsèque). L'acier se rompt par multi-fissuration entre 15 000 et 20 000 cycles lors des essais à $T_{\max} = 650\text{ }^{\circ}\text{C}$ alors que les fissures (macroscopiques) issues du couplage FT/oxydation (couche d'oxyde) se forment avant 7 500 cycles. À $T_{\max} = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$, la fissuration multiple se produit après 140 000 cycles sous azote (cf. Figure IV.42.b). Lorsque l'éprouvette présente une couche superficielle (oxyde sous air ou intermétallique), on dénombre au maximum, en début de fissuration (avant 15 000), deux fissures macroscopiques (diamétralement opposées). À $T_{\max} = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$, la structure ne comprend qu'une seule fissure (« SR104 » et « SR105 ») (cf. Figure IV.42.d et f). Les éprouvettes pré-aluminisées, de leur côté, présentent des durées de vies d'amorçage de fissures micro et macroscopiques plus grandes par rapport aux éprouvettes nues testées sous air (cf. Figure IV.42.e).

En résumé, on peut donc distinguer, selon l'état de la surface sous l'influence de l'environnement, les mécanismes d'endommagement suivants:

- L'endommagement par couplage FT/environnement (cas de surface en multi-couches),
- L'endommagement intrinsèque par FT (cas d'un mono-matériau).

Le premier mode, schématisé en Figure IV.43, comprend une étape de faïençage caractéristique de la fissuration par FT des couches superficielles (compacte est bien adhérente), suivie de la croissance de fissures macroscopique lorsque la résistance à la fissuration du substrat est localement dépassée. Cette deuxième étape est fonction de la taille des micro-fissures de surface et des propriétés de l'acier en sous-couche. Ce type d'endommagement concerne les surfaces composées de plusieurs matériaux (problème de multicouches) et est favorisé par l'amorçage intergranulaire (cf. Figure IV.37.b). Dans le deuxième cas d'endommagement, la fissuration se produit à l'issue d'une forte plasticité de l'acier dont la limite élastique est baissée par son adoucissement cyclique. Les fissures s'amorcent en surface et parfois à l'intérieur du matériau. Ce mode d'endommagement se manifeste par une fissuration macroscopique multiple (simultanée), dès lors que les propriétés mécaniques de l'acier sont considérablement dégradées par les transformations microstructurales dues aux contraintes et particulièrement à la température. Il constitue l'endommagement propre à la FT et au matériau (sans effets de l'atmosphère). Dans ce cas, l'amorçage de fissures fait suite à une forte plasticité de la surface de l'acier.

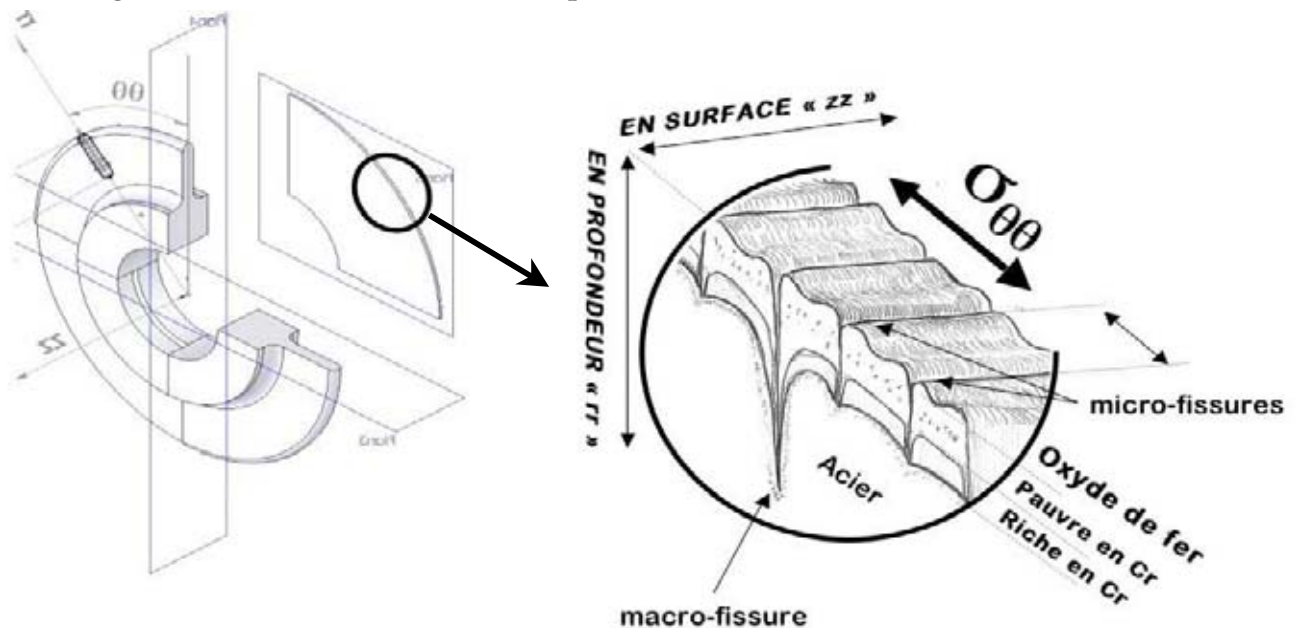


Figure IV.43 : Schéma représentatif de l'amorçage de la micro-fissuration (faïençage) et de la macro-fissuration dans le cas du couplage FT/environnement « problème de multi-couches » (cas de l'oxydation)

IV.3.4. Mécanisme de propagation des fissures et durée de vie

Pour les différentes conditions d'essais, les évolutions des fissures principales au cours des cycles sont récapitulées en Figure IV.44.a. Les fissures présentent une forme d'évolution comparable, caractérisée par une accélération de la fissure juste après l'amorçage et une stabilisation aux plus grandes profondeurs. Les fissures atteignent des profondeurs variables selon la géométrie et le nombre des fissures macroscopiques. En effet, les éprouvettes testées à 600 °C sous air ne présentent qu'une seule fissure dont la propagation dépasse les 4 mm de profondeur. Or, dans les autres éprouvettes présentant de la multi-fissuration, les fissures tendent à s'arrêter pour de plus faibles profondeurs (< 4 mm). La vitesse de propagation des fissures « longues » dépend par conséquent de la multi-fissuration de la structure. En dessous de 2 mm de profondeur, les vitesses de propagation sont très proches quelles que soient les conditions d'essais (cf. Figure IV.44.a). Le pic des vitesses de propagation est atteint à environ 1 mm de profondeur pour des valeurs maximales comprises entre $2,5$ et $4,0 \cdot 10^{-7} \text{ m.s}^{-1}$ (cf. Figure IV.44.b). Les ouvertures mesurées à froid de toutes les fissures macroscopiques (40 fissures environ) sont représentées en fonction des profondeurs correspondantes sur la Figure IV.44.c. La corrélation est remarquable entre les valeurs obtenues et la droite passant par l'origine et de pente $19,5 \cdot 10^{-3}$ environ (sans dimension). Il est à signaler tout de même que les fissures principales se referment légèrement (diminution de l'ouverture de fissure) lorsque d'autres fissures macroscopiques se propagent dans la même structure.

Si les évolutions de fissuration déterminées expérimentalement ne présentent pas de nettes différences, les mécanismes de propagation sont pour leur part très sensibles aux conditions atmosphériques et varient avec la vitesse de propagation (cf. Annexe C2). L'effet de l'oxydation dont le processus est thermiquement activé n'est observé que dans la partie supérieure du congé où les températures sont les plus élevées. La propagation des fissures courtes (dans le congé) est assistée par l'oxydation. Elle s'effectue principalement par un mécanisme trans-granulaire (cf. Figure IV.45.a). La propagation peut être parfois inter-granulaire (cf. Figure IV.45.b). La propagation se fait en Mode I dans un plan perpendiculaire à la contrainte circonférentielle (cf. Figure IV.5). Les fissures courtes sont rectilignes et présentent un émoussement en leur pointe à cause de l'oxydation (cf. Figure IV.7). L'atténuation de la contrainte ainsi que de l'oxydation dans les parties internes, où le niveau de température est relativement faible, modifie le mécanisme de propagation. La propagation devient alors cristallographique en formes de zigzag suivant des plans de cisaillement inclinés à 45° par rapport à l'axe de chargement (cf. Figure IV.18.b-d). L'évolution des fissures à l'échelle macroscopique reste cependant perpendiculaire à l'axe de la contrainte circonférentielle « $\theta\theta$ ». Ce mode de fissuration dépend de la température maximale du cycle, qui modifie les gradients thermiques suivant l'axe radial « rr ». Il est observé à de plus faibles profondeurs pour l'essai à 600 °C, indépendant de l'atmosphère (faible oxydation en profondeur). La propagation cristallographique (suivant des chemins inclinés) caractérise également les fissures courtes (congé) dans le cas d'essais sous atmosphère neutre. Ce mécanisme a été mis en évidence sur la surface externe des éprouvettes testées sous argon présentant des parties d'acier non oxydées (cf. Figure IV.25).

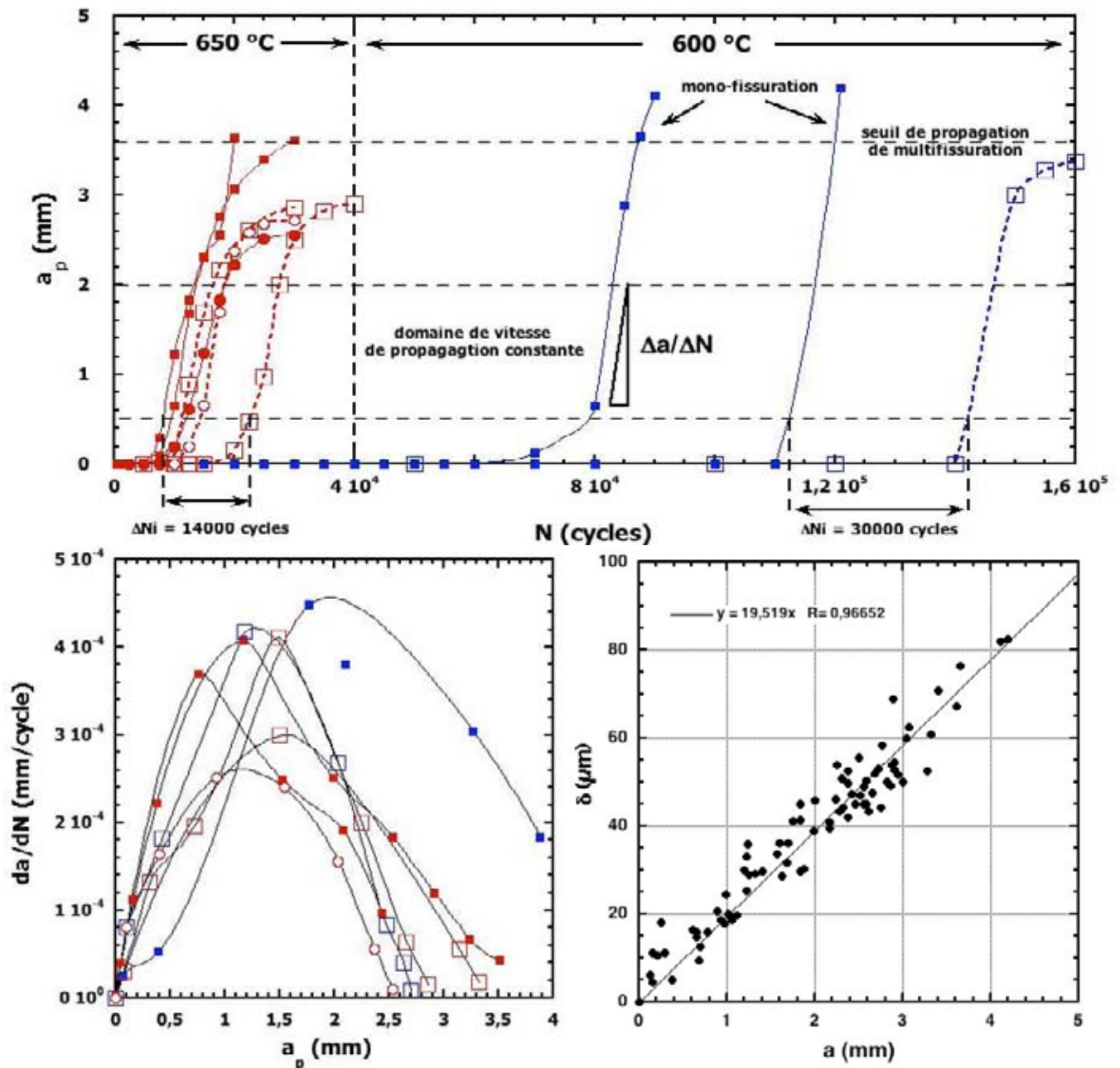


Figure IV.44 : a) Évolution de la profondeur des fissures principales.
 b) Variations des vitesses de fissuration en profondeur des différentes fissures.
 c) Évolution en profondeur des ouvertures mesurées à froid (20 °C) des différentes fissures principales

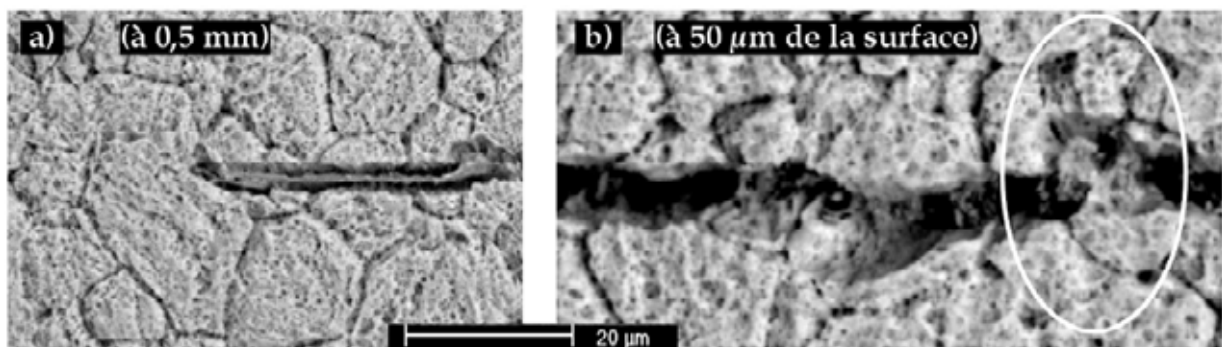


Figure IV.45 : Propagations trans-granulaire (a) et inter-granulaire (zone encadrée) (b)
 (fissure courte cas de l'éprouvette « SR102 » testée sous argon à $T_{\text{max}} = 650$ °C)

La propagation cristallographique est favorisée par la microstructure et apparaît dans notre cas dans des domaines où les fissures évoluent à faibles vitesses ($\Delta a / \Delta N$). Localement, la propagation se fait par pas à pas entre des plans symétriques par rapport à l'axe de chargement inclinés à 45° (cf. Figure IV.46). Le passage entre ces plans peut se produire à grande vitesse. Les fissures atteignent une vitesse de propagation maximale à la sortie du congé dans un intervalle de profondeur compris entre 0,5 et 2 mm. La propagation à ce stade se fait cycle à cycle, traduite par la formation des stries de fatigue observées sur le faciès de rupture non oxydé (sous azote).

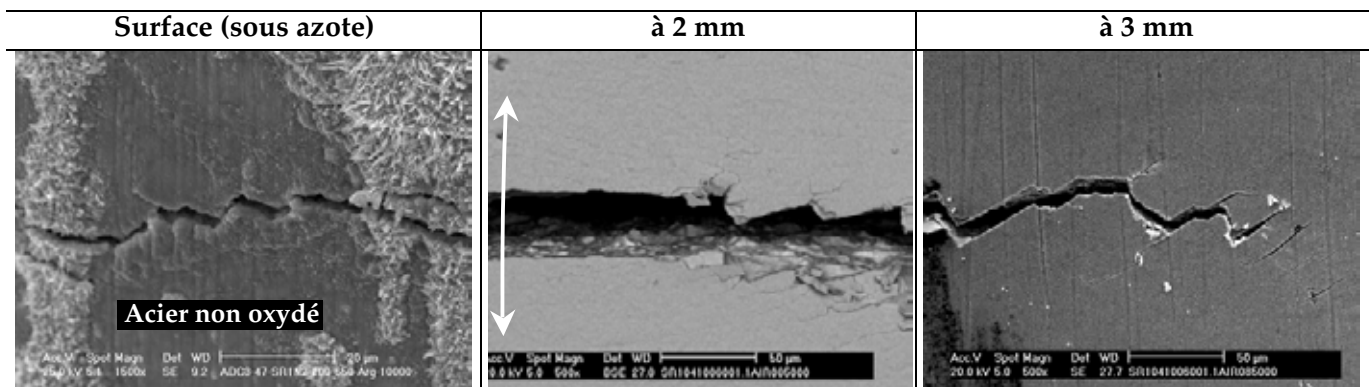


Figure IV.46 : Propagation cristallographique des fissures dans le domaine de faibles vitesses de propagation
a) fissure courte, dans le congé sur une surface d'acier non oxydé ;
b) transition de propagation rectiligne en propagation cristallographique (vue de profil) ;
c) fissure longue à 3 mm de profondeur (vue de profil sur la surface latérale du disque)

Petit définit trois régimes caractérisant le comportement intrinsèque des fissures de fatigue, à partir de diagrammes de fissuration où sont représentées les vitesses de propagation en fonction du Facteur d'Intensité de Contrainte (FIC) effectif « ΔK_{eff} » (après l'élimination des effets liés à la fermeture de fissure) [26]. Il distingue alors les régimes suivants :

- Stade I intrinsèque, caractérisé par une propagation rapide avec une évolution suivant un plan incliné à 45° par rapport à l'axe de chargement. Ce régime est actif dans les matériaux favorisant une localisation de la déformation d'origine microstructurale ou mécanique (plans de cisaillement) ;
- Stade II intrinsèque, régime conventionnel (domaine de Paris) décrivant les fissures « longues » de moyennes vitesses de propagation. À l'échelle macroscopique, la fissure se propage suivant un plan normal à l'axe de chargement ;
- Pseudo-stade I intrinsèque caractérisé par des vitesses de propagation lentes, à proximité du seuil. Il est promu par les polycristaux où la localisation de la déformation est favorisée par la microstructure. Ce régime est en effet un cas particulier du Stade I qu'il est possible d'appliquer à l'échelle locale pour caractériser la propagation de fissure dans le grain.

En se basant sur cette définition et sur les résultats de l'analyse fractographique, nous pouvons attribuer le régime des fissures lentes, qui évoluent d'une part dans le congé (courtes) sous atmosphère neutre et d'autre part à grande profondeur (très longues), dont le mécanisme de propagation est cristallographique au régime Pseudo-stade I intrinsèque. Par ailleurs, le régime de propagation des fissures évoluant entre 0,5 et 2 mm est identifié comme le Stade II intrinsèque.

IV.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons décrit les mécanismes d'endommagement et la durée de vie en FT ainsi que le rôle, considérable, joué par l'environnement. Ces résultats ont été rendus possibles par la conception et la mise au point d'un banc d'essai de FT sous atmosphère contrôlée permettant le découplage des effets de cet environnement.

Les mécanismes d'endommagement et les durées de vie en FT de l'X38CrMoV5 sont en effet sensibles aux conditions de sollicitation représentées par la géométrie de l'éprouvette, la température maximale du cycle et les conditions atmosphériques et d'environnement.

Les éprouvettes de section réduite favorisent un même mode d'endommagement observé sur les extrémités libres des éprouvettes cylindriques (CFT) et les singularités géométriques (dans le cas des moules de FSPAI). Cet endommagement se présente ainsi à :

- L'échelle microscopique, par la fissuration des couches superficielles ;
- L'échelle macroscopique, par une propagation de fissures en Mode I suivant des plans perpendiculaires à la contrainte circonférentielle « $\theta\theta$ ».

L'endommagement superficiel dépend de l'état de contraintes en surface, de l'oxydation et de l'environnement. Lorsque la contrainte superficielle de compression est élevée à cause de la courbure ou/et de l'anisotropie de la dilatation thermique entre l'oxyde et l'acier (en particulier à 550 °C), l'oxyde se rompt principalement par écaillage. Dans le cas contraire, l'endommagement superficiel se fait par la formation d'un faïençage microscopique dans les couches superficielles fortement adhérentes au substrat. Dans les zones libres de se déformer suivant deux axes principaux, le faïençage est de type « uniaxial », caractérisé par une fissuration périodique, perpendiculaire à la contrainte circonférentielle. Sur les surfaces planes où siège un état de contrainte multiaxial, le faïençage est de type « biaxial » (fissures interconnectées). La densité du faïençage varie en fonction de l'oxydation et de l'épaisseur et des propriétés de la couche superficielle. Elle est toutefois indépendante de la température maximale du cycle thermique (entre 550 et 685 °C). En l'absence de couches superficielles (atmosphère inerte), toutefois, l'endommagement de la surface se fait indépendamment de l'état de contrainte (uniaxial ou multiaxial), par une micro-fissuration orientée suivant des plans cristallographiques inclinés par rapport à la contrainte principale. L'amorçage de fissures fait alors suite à une forte déformation plastique (cyclique) de la surface de l'acier.

La durée de vie jusqu'à croissance de fissures macroscopiques est étroitement liée à la température maximale du cycle thermique, à l'environnement et à l'oxydation. La diminution de la température maximale de 650 °C à 600 °C a fait augmenter le nombre de cycles nécessaires pour la croissance d'une fissure de 0,5 mm de profondeur d'un facteur 6 sous azote, et 10 sous air. À $T_{\max} = 550$ °C, la fissuration macroscopique ne se produit pas même après 400 000 cycles. Cet écart de durées de vie est lié, dans ces cas, à l'adoucissement de l'acier, qui est d'autant plus important que le niveau de la sollicitation thermique est supérieur à la température au deuxième revenu (600 °C). On constate également qu'une surchauffe (> 700 °C) induit la croissance précoce de fissures macroscopiques (cas de l'éprouvette « SR104 ») et l'accélération de la vitesse de propagation (cas de l'éprouvette « SR101 »).

L'effet de l'environnement intervient d'une part dans le mécanisme de croissance des fissures dans l'acier, qui se fait à partir du faïençage dans le cas de la présence des couches superficielles issues de l'oxydation ou d'aluminisation. D'autre part, la fissuration à chaud sous air est assistée par l'oxydation, qui modifie ainsi le mécanisme et probablement la vitesse de propagation (dans le congé). La réduction de la pression partielle d'oxygène entraîne en effet l'augmentation systématique de la durée de vie avant croissance de fissures macroscopiques (600 et 650 °C, éprouvettes vierges ou pré-aluminisées). De plus, d'éventuelles fissurations internes peuvent être observées sous atmosphère inerte. L'effet de l'oxydation est d'autant plus remarqué dans les parties les plus chaudes de l'éprouvette où la caractérisation des fissures est hélas très complexe. Le rôle de l'oxydation sur la propagation a été donc établi uniquement sur un plan phénoménologique (mécanisme).

L'effet de l'environnement sur le comportement à la fissuration peut être révélé à partir des lois de propagation, qui nécessitent tout de même la détermination des niveaux de chargement thermomécaniques appliqués à l'éprouvette, notamment en présence de fissures. Dans cette optique, le chapitre suivant ambitionne donc de caractériser les sollicitations thermiques et thermomécaniques induites lors des essais de FT sur l'éprouvette « SR1 ».

IV.5. Références Bibliographiques

1. Medjedoub, F., *Détermination des paramètres influant sur le phénomène d'endommagement par fatigue thermique des moules en fonderie sous pression d'aluminium*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines de Paris, 2004.
2. Daffos, C., *Endommagement des outillages de forgeage traités par nitruration : étude et modélisation*. Thèse de Doctorat à l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 2004.
3. Schütze, M., *Protective oxide scales and their breakdown*. Wiley, New York, 1997.
4. Sundqvist, M., *Tribological aspects of hot-work tool steels in contact with aluminium*. Materials Engineering Program, Cullen College of Engineering, University of Houston, 1994.
5. Oudin, A., *Thermo-mechanical fatigue of hot-work tool steels*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines de Paris, 2001.
6. Bruckel, P., *Oxydation de l'Acier à Outils X38CrMoV5 à 600-700°C et en présence de vapeur d'eau*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines de Paris, 2003.
7. Jean, S., *Méthodologie d'exploitation mécanique et microstructurale d'un essai de fatigue thermique: application de l'étude de faïençage d'un acier pour outils de forge à chaud*. Thèse de Doctorat à l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 1999.
8. Vernault, C., *Interaction couches d'oxyde et résistance à la fatigue de l'acier inoxydable 316L*. Thèse de Doctorat à l'École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique de Poitiers, 1998.
9. Barrau, O., *Étude du frottement et de l'usure d'acier 'outils pour travail à chaud*. Thèse de Doctorat à l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 2004.
10. Vernault, C. et J. Mendez. *Influence des couches d'oxyde sur l'endommagement par fatigue d'un acier inoxydable de type 316 L*. Annales de Chimie et Sciences des Matériaux, Lavoisier, 1999, p. 351-362.
11. Azari, Z., M. Lebienvu, et G. Pluvinaige. *Influence de l'oxydation sur la tenue en fatigue oligocyclique de l'acier 30CD4*. Journées Internationales de Printemps sur la Fatigue à Haute Température, Paris, Juin 1986.
12. Neu, R. et H. Sehitoglu, *Thermomechanical Fatigue, Oxidation, and Creep: Part II. Life Prediction*. Metallurgical and Materials Transactions A, 1989. **20**(9): p. 1769-1783.
13. Neu, R. et H. Sehitoglu, *Thermomechanical Fatigue, Oxidation, and Creep: Part I. Damage Mechanisms*. Metallurgical and Materials Transactions A, 1989. **20**(9): p. 1755-1767.
14. Pérez, F., et al., *Effect of thermal cycling on the high-temperature oxidation resistance of austenitic AISI 309S stainless steel*. Materials and Corrosion, 2002. **53**(4): p. p. 231-238.
15. Reger, M. et L. Remy. *Influence de l'Oxydation sur le Comportement en Fatigue à Haute Température d'un Superalloy à Base de Nickel, L'IN 100*. Journées Internationales de Printemps sur la Fatigue à Haute Température, Paris, Juin 1986.
16. Engler Pinto, C., *Étude de l'Endommagement en Fatigue Thermo-Mécanique de Superalloys à Base de Nickel*. Thèse de Doctorat à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 1996.
17. Beranger, G., *Oxydation des Métaux et Alliages à Haute Température*. MS06-Oxydation et Corrosion à Haute Température : Mécanismes, Etude de Cas et Prévention. Centre d'Actualisation des Connaissances et de l'Étude des Matériaux Industriels (CACEMI)-Conservatoire National des Arts et Métiers (CNAM).
18. Tsujii, N., et al., *Effect of testing atmosphere on low cycle fatigue of hot work tool steel at elevated temperature*. ISIJ international, 1995. **35**(7): p. 920-926.
19. Moulin, G., *Propriétés Mécaniques des Couches d'Oxyde*. MS06-Oxydation et Corrosion à Haute Température : Mécanismes, Étude de Cas et Prévention. Centre d'Actualisation des Connaissances et de l'Étude des Matériaux Industriels (CACEMI)-Conservatoire National des Arts et Métiers (CNAM).
20. Evans, H., *Stress effects in high-temperature oxidation of metals*. International materials reviews, 1995. **40**(1): p. 1-40.
21. Béranger, G. et C. Coddet, *Oxydation des Métaux à Haute Température : Rôle des Contraintes Internes*. J. Microsc. Spectrosc. Electron., 1980. **5**: p. p. 793-814.
22. Bedyk, J., D. Moracz, et J. Wallace, *Thermal Fatigue Behavior of Die Materials for Aluminum Die Casting*. Transactions of the 6th SDCE International Die Casting Congress, Cleveland, 1970, p. 1-20.
23. Junyi, F., B. Mengxin, et D. Zijou, *Thermal fatigue under multiaxial stresses*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 1990. **13**(5): p. 525-534.
24. Delagnes, D., *Comportement et tenue en fatigue isotherme de l'acier à outils Z38CDV5 autour de la transition oligocyclique-endurance*. Thèse de Doctorat à l'Ecole des Mines de Paris, 1998.
25. Mebarki, N., *Relation Microstructures – Propriétés Mécaniques d'Aciers Martensitiques Revenus Destinés aux Outillages de Mise en Forme d'Alliages Légers*. Thèse de Doctorat à l'Ecole des Mines de Paris, 2001.
26. Petit, J., G. Henaff, et C. Sarrazin-Baudoux, *Fissuration par fatigue et environnement atmosphérique*. Journal de Physique 4, 2000. **10**(4): p. 203-212.

Chapitre V : Analyse thermomécanique - Application aux calculs de durée de vie

Chapitre V : Analyse thermomécanique - Application aux calculs de durée de vie	181
V.1. Introduction	182
V.2. Caractérisation des effets thermomécaniques de l'essai de FT	182
V.2.1. Simulation numérique des sollicitations thermiques et mécaniques (ou thermomécaniques)	183
V.2.2. Résultats des calculs	196
V.3. Analyse de la fissuration en FT	210
V.3.1. Démarche entreprise	210
V.3.2. Méthodes de calcul de FIC	212
V.3.3. Résultats des calculs de FIC	215
V.3.4. Lois de propagation de fissures de FT - Résultats et discussions	223
V.4. Conclusion	228
V.5. Références bibliographiques	229

V.1. Introduction

Ce chapitre porte sur l'analyse des sollicitations thermomécaniques subies par un échantillon lors des essais de FT en vue de prédire sa durée de vie en FT, notamment sous l'angle de la propagation de fissure. Ceci constitue en effet un complément indispensable aux analyses métallurgiques qui ont été présentées dans le chapitre précédent pour l'étude de l'endommagement de l'acier par la FT.

Dans ce chapitre, nous présentons la méthodologie poursuivie pour les calculs analytiques et numériques. La démarche a consisté tout d'abord à déterminer les sollicitations thermiques, puis mécaniques, via des calculs de structure par éléments finis. Les résultats de la simulation numérique ont ensuite été exploités dans une analyse basée sur la mécanique de la rupture afin d'étudier les cinétiques de fissuration sous chargements thermiques transitoires.

V.2. Caractérisation des effets thermomécaniques de l'essai de FT

L'évolution de deux types de paramètres est recherchée dans un essai de FT : les paramètres de l'endommagement et les paramètres des sollicitations thermomécaniques. Si la mesure, en continue ou interrompue, de l'évolution de fissure (comme l'un des critères d'endommagement) est devenue possible, notamment grâce à l'émergence des techniques non-destructives [1, 2], la mesure directe des contraintes thermiques demeure en revanche impossible. Seuls la température et éventuellement le déplacement (déformation totale) pourraient être mesurés directement [3], bien que la mise en oeuvre de ces mesures demeure très délicate. En effet, l'instrumentation par des thermocouples d'une structure (éprouvette) soumise à FT, qu'elle soit en mouvement ou non, pose des difficultés. Les techniques de mesure à distance (sans contact) présentent heureusement un grand intérêt. L'avancée en matière de métrologie optique a en effet permis le développement d'outils de mesures sans contact comme le pyromètre et les caméras thermiques infrarouges et l'interférométrie de Speckle pour la mesure des déformations. Les travaux de thèse respectifs de Rotrou et al. [4] et de Maury et al. [5], à l'EMAC, ont montré la possibilité de réaliser des mesures de champs de température et de déformation en régime dynamique, avec des résultats assez réalistes. Toutefois, les expérimentateurs en FT font souvent usage des moyens plus classiques (ponctuels), comme les capteurs analogiques (extensomètre, thermocouple), qui sont bon marché et dont on contrôle les erreurs.

La mesure de la déformation dans l'essai de FT est importante mais reste de moindre importance, relativement, par rapport à la mesure thermique. Elle peut servir comme condition limite pour valider le calcul de structure, permettant ainsi de déduire les autres paramètres thermomécaniques (les déformations élastiques et inélastiques et les contraintes correspondantes). Le calcul de structure est un outil de simulation qui permet d'évaluer les contraintes et déformation thermomécaniques internes dans le cas des pièces ou d'éprouvettes sollicitées en FT. Il nécessite évidemment la connaissance des niveaux des sollicitations thermiques et de la loi de comportement du matériau.

Il consiste à résoudre le problème thermique puis le problème mécanique. La première étape consiste à résoudre, analytiquement ou numériquement, les équations de diffusion de la chaleur. Elle requiert la connaissance de la géométrie de la structure, des propriétés thermophysiques (diffusivité thermique) du matériau constituant la pièce, et des conditions initiales et aux limites définies par le mode opératoire. Les conditions aux limites sont données soit par les températures des milieux environnant la pièce, complétées par les coefficients de transfert thermique aux interfaces, soit par les températures mesurées sur la surface d'échange de la pièces (structure).

Dans la présente étude, les effets thermomécaniques des essais de FT utilisant la géométrie « SR1 » ont été analysés en se basant d'une part sur la détermination expérimentale des champs de températures et des conditions de la sollicitation thermique. Ces effets sont d'autre part analysés sur la base de modèles de comportement déjà connus, décrits par des lois identifiées et validées par l'expérience.

V.2.1. Simulation numérique des sollicitations thermiques et mécaniques (ou thermomécaniques)

La variation des champs de Température, de Contraintes et de Déformations en fonction du temps (TCDt) dans le cas de l'éprouvette réduite « SR1 » (1 mm d'épaisseur) a été calculée numériquement pour les différentes conditions d'essais étudiées. La simulation numérique est réalisée par la Méthode des Éléments Finis (MEF) sous ABAQUS™ en résolution implicite, en utilisant les lois de comportement Thermo-Élasto-Plastique et Thermo-Élasto-Visco-Plastique, désignées respectivement par EP et EVP. L'axisymétrie de l'éprouvette (géométrie de révolution) et des sollicitations thermiques permet de traiter le problème en deux dimensions. Le calcul est donc effectué sur un quart de la section méridienne de l'éprouvette de FT.

V.2.1.1. Maillage de l'éprouvette

Le maillage est réalisé sous IDEAS™ puis exporté sur ABAQUS™. Il est composé d'éléments axisymétriques quadratiques (rectangulaire) à 8 nœuds de type :

- ✓ « DCAX8 » (Diffusive Heat Transfer Elements) avec interpolation linéaire, pour le calcul thermique,
- ✓ « CAX8 » (Strain Displacement Elements) avec interpolation bilinéaire, pour le calcul mécanique.

Le maillage est affiné au niveau de la section de la partie utile, où la taille moyenne des éléments varie entre 20 microns (dans le congé) et 50 microns en profondeur (cf. Figure V.1). Dans le reste de la structure, les mailles mesurent 400 microns. Le maillage comprend 8000 éléments avec 25000 nœuds.

V.2.1.2. Détermination des évolutions thermiques

Les cartes thermiques sont calculées par une simulation numérique adossée aux données expérimentales. Le calcul thermique consiste à résoudre l'équation de la chaleur qui s'écrit, en combinant le premier et le deuxième principe de la thermodynamique, sous la forme suivante :

$$\operatorname{div}\left(\lambda \vec{\operatorname{grad}} T\right)-C_p \rho \frac{\partial T}{\partial t}=-P \quad (\text{V.1})$$

où : λ , ρ et C_p sont respectivement la conductivité thermique, la densité et la chaleur massique (capacité calorifique) du milieu, T est la température, t est le temps et P est une puissance (terme de source).

Si on considère que le milieu est sans source volumique et qu'il est homogène et isotrope à caractéristiques thermo-physiques dépendant de la température, l'équation de la chaleur se réduit alors en [6] :

$$\rho(T) C_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div} \left(\lambda(T) \vec{\text{grad}} T \right) \quad (\text{V.2})$$

Cette équation stipule qu'on peut déterminer la température instantanée en chaque point du solide en connaissant les gradients thermiques induits dans la structure à l'instant considéré ainsi que les propriétés thermophysiques du milieu (matériau) à cette température.

La structure, siège de transferts thermiques par conduction, échange de la chaleur avec son environnement externe. La détermination des gradients thermiques dans la structure (éprouvette) requiert donc la définition des conditions aux limites des éventuels échanges thermiques à chaque interface. La modélisation des transferts de chaleur entre la pièce et son milieu nécessite également une connaissance assez précise de la température des milieux externes ainsi que des coefficients de transferts thermiques correspondants. Enfin, les gradients thermiques au sein de la structure peuvent être déterminés directement par des mesures de champ thermiques à l'aide de mesures ponctuelles sur les surfaces externes et/ou à l'intérieur de la pièce.

V.2.1.2.1. Mesures thermiques

Une campagne de mesures thermiques a été menée afin de déterminer les évolutions thermiques dans la partie utile de l'éprouvette « SR1 ». Ces mesures ont servi pour la validation du calcul thermique et pour l'authentification des hypothèses définies par les conditions aux limites.

Une éprouvette témoin a été instrumentée par 9 thermocouples soudés sur la surface externe du disque (partie utile de l'éprouvette) à différentes profondeurs suivant le rayon « rr ». Les positions des thermocouples sont délimitées par des rayures mécaniques suivant des cercles concentriques (coaxiaux avec l'éprouvette) dont les rayons varient entre 10 et 15 mm.

Les emplacements des thermocouples sont illustrés en Figure V.2 et énumérés dans le Tableau V.1. L'erreur moyenne de positionnement est d'environ ± 0.15 mm, du fait que la largeur de la rayure et de l'empreinte de la soudure qui est de l'ordre de 300 μm .

Les relevés de température par les thermocouples au cours des différents cycles étudiés sont présentés sur la Figure V.3.

N° Thermocouple (TC)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Nœud Surface (NS)	981	1932	4738	4684	4605	4563	4518	4478	3962
Nœud Profondeur (NP)	981	2028	3980	4032	4134	4218	4308	4365	4378
Position ou rayon (mm)	0,0	0,25	0,50	0,75	1,00	1,75	3,7	4,50	4,75

Tableau V.1 : Position des thermocouples de mesure et numéro des noeuds correspondant en surface et en profondeur

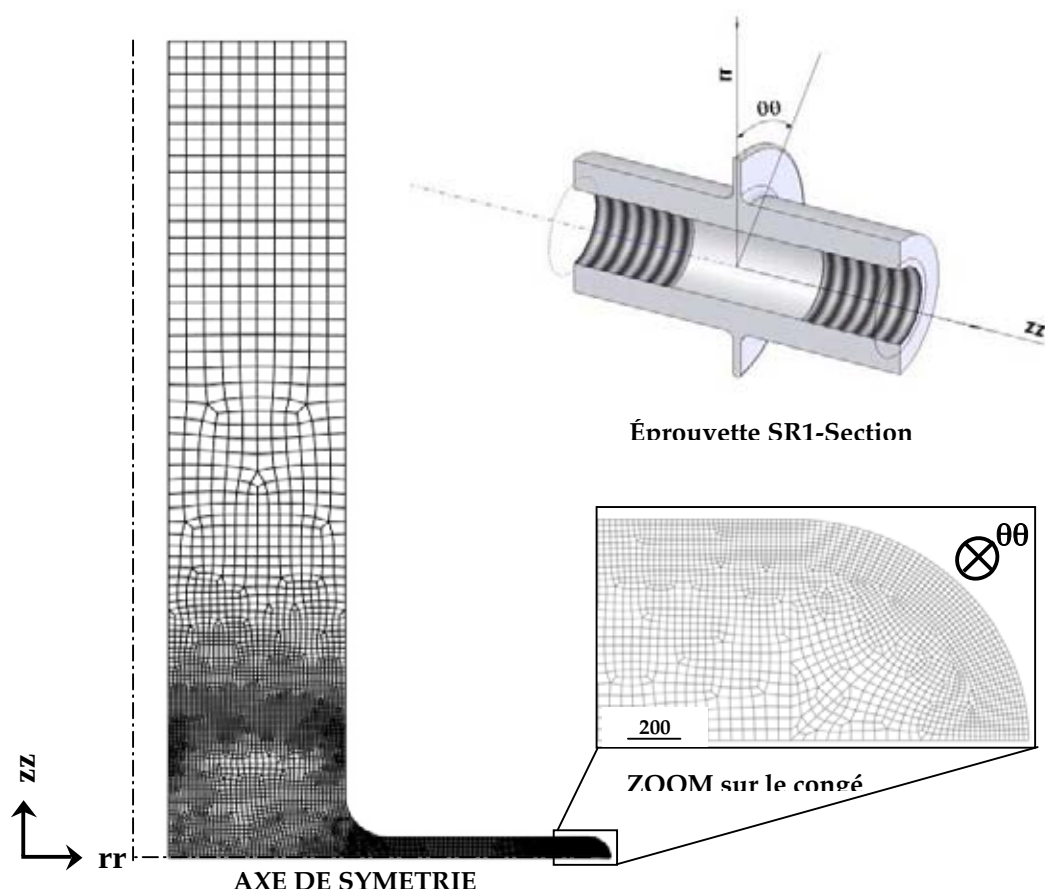


Figure V.1 : Maillage du quart de la section transversale de l'éprouvette "SR1" (IDEAS™)

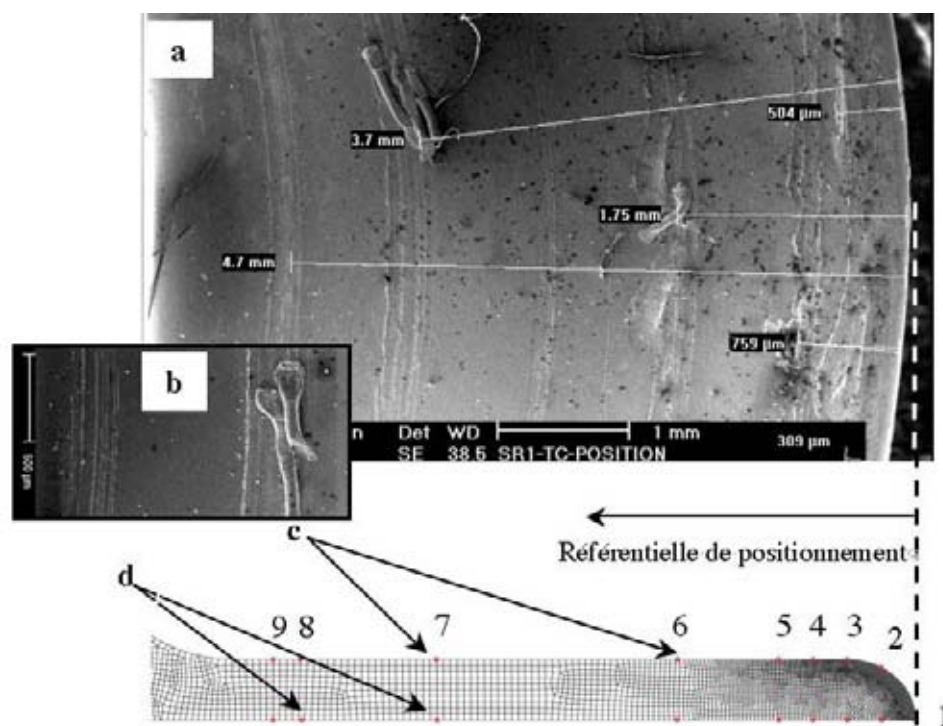
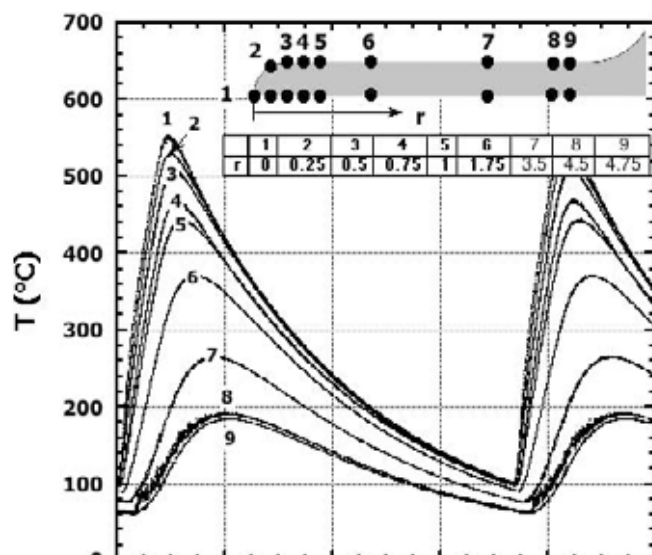
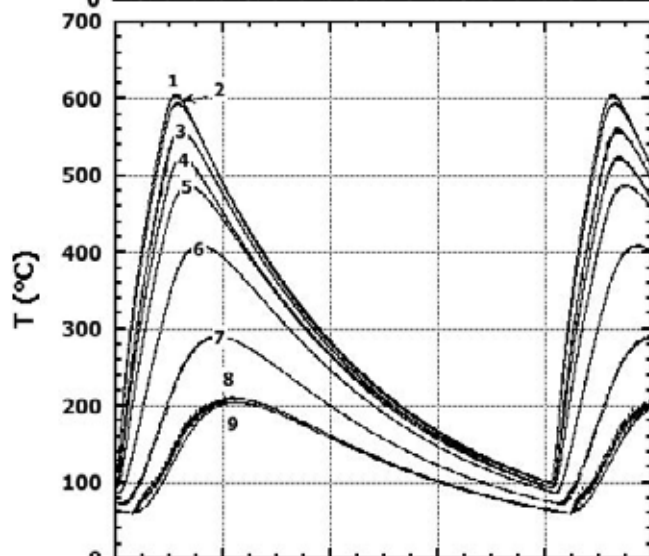


Figure V.2 : Emplacements des thermocouples utilisés dans les mesures des champs de températures
a) Vue latérale de la partie disque de l'éprouvette instrumentée (traces des rayures de positionnement),
b) Soudure de thermocouple dans un couloir d'emplacement, c) et d) respectivement, les noeuds en surface et à cœur de l'éprouvette correspondant aux implantations des thermocouples de mesure

a)



b)



c)

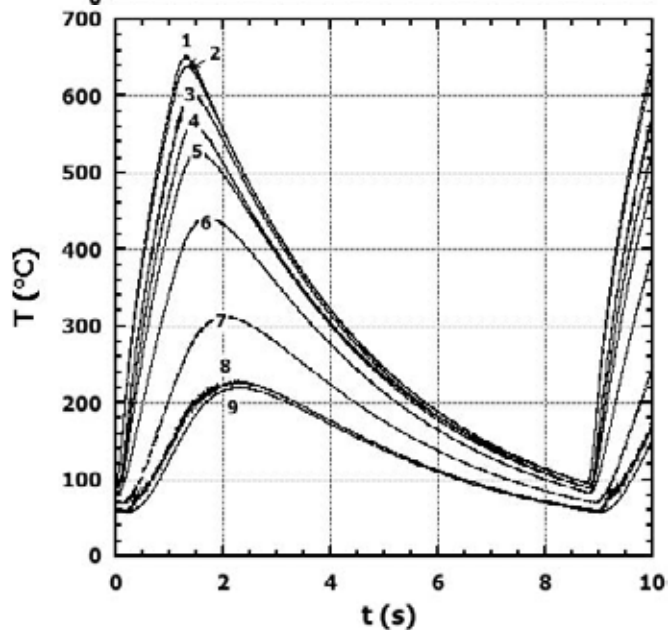


Figure V.3 : Évolutions thermiques mesurées à différentes profondeurs au cours du cycle de FT
a), b) et c) respectivement à $T_{\max} = 550, 600$ et 650 °C

V.2.1.2.2. Conditions thermiques initiales et aux limites

Les conditions aux limites sont déterminées par un flux de chaleur surfacique (chauffage pelliculaire) (Φ_{ch}) appliqué sur la surface du congé ($\partial\Omega_{ch}$) (flux thermique de chauffage), et des flux de refroidissement par convection air libre (Φ_{cl}) et eau forcée (Φ_{cf}), ainsi que par radiation (Φ_r). La Figure V.4 illustre les domaines d'application de chaque échange thermique. Les flux de refroidissement par convection à l'air et par rayonnement s'effectuent à travers la frontière externe ($\partial\Omega_{ext}$), et celui par convection forcée se fait sur la paroi interne ($\partial\Omega_{int}$). Le vecteur de densité de flux de chaleur est donné par la loi de Fourier [6] :

$$\vec{j} = -\lambda (T) \vec{grad} T \quad (V.3)$$

La densité de flux de chaleur (en $W.m^{-2}$) suivant une direction caractérisée par le vecteur $\vec{n}$ normal à la surface (S) traversée par le flux, devient alors [6] :

$$\varphi = \vec{j} \cdot \vec{n} = -\lambda (T) \vec{grad} T \cdot \vec{n} \quad (V.4)$$

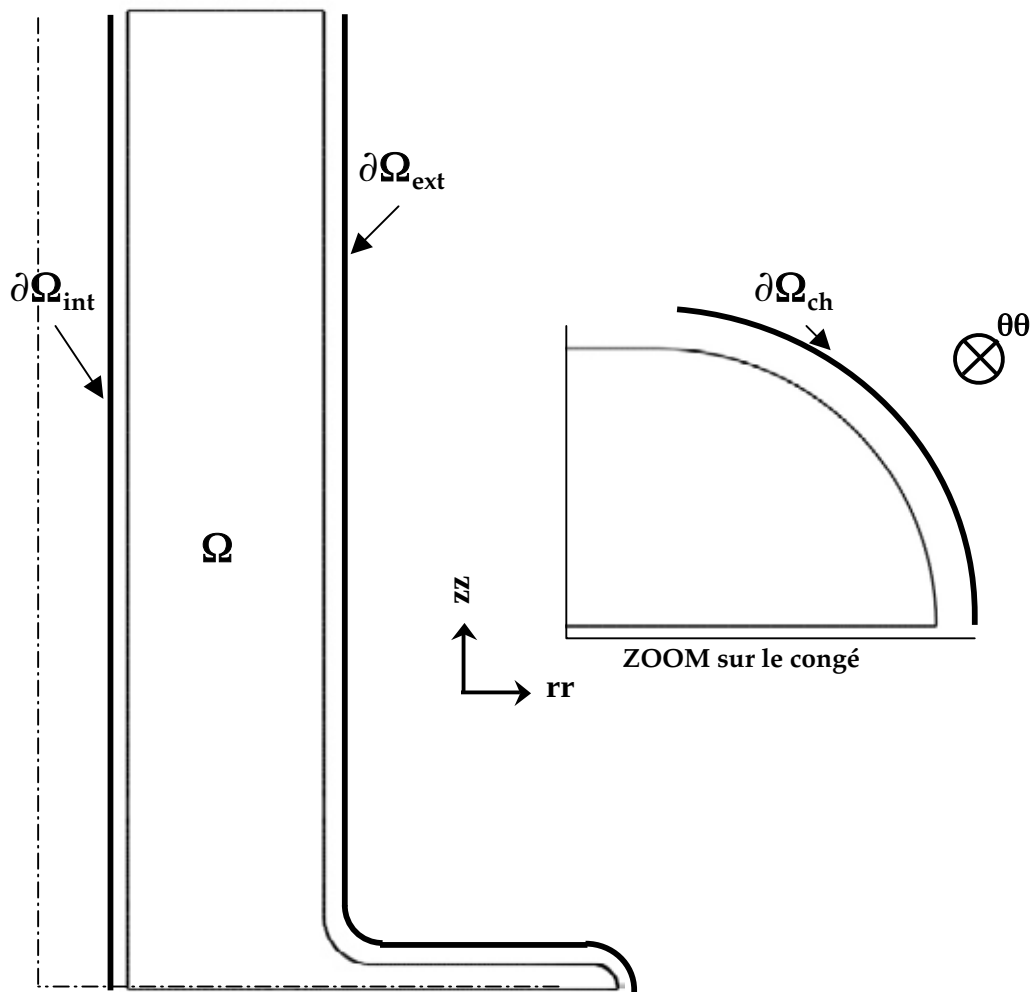


Figure V.4 : Frontières d'application des flux d'échange thermique.

a. Détermination du flux thermique de chauffage

Le flux thermique de chauffage simule l'effet du chauffage par induction. Comme cela été indiqué dans le Chapitre II, le chauffage est réalisé en peau de l'éprouvette sur une surface indéfinie. La modélisation du flux résultant des lois de l'électromagnétisme n'a pas été réalisée. En revanche, la détermination du flux thermique équivalent peut se faire aisément dans le cas d'une plaque ou d'un cylindre, où les profils thermiques sont préalablement déterminés, en utilisant une approche adimensionnelle développée au sein de notre laboratoire [7]. La méthode consiste à normaliser et à réduire un certain nombre de variables thermique et mécanique dans une analyse thermo-élastique. La densité de flux thermique est ainsi exprimée en fonction de variables réduites dont le choix dépend de l'objectif recherché. Cette approche avait déjà été utilisée dans les travaux de thèse de Medjedoub [8] pour la détermination des densités de flux de chaleur imposées par tranche dans le cas d'un cylindre tubulaire en X38CrMoV5 sollicité dans des conditions similaires à nos essais. Pour des vitesses de chauffage de l'ordre de ~ 460 °C/s, l'amplitude de la densité de flux thermique requise est égale à $\varphi_{\text{cylindre}} = 4,9 \text{ MW.m}^{-2}$ [7]. Le flux ou puissance thermique correspondant est égal à :

$$\Phi_{\text{cylindre}} = 2\pi RZ\varphi_{\text{cylindre}} \quad (\text{V.5})$$

où R et Z sont respectivement le rayon externe du cylindre (15 mm) et la largeur de tranche (0.5 mm). Si on considère avoir utilisé les mêmes puissances de chauffage appliquées sur la surface du congé des éprouvettes disques, nous déduisons l'amplitude maximale de la densité de flux de chauffage utilisée dans nos tests, soit :

$$\varphi_{\text{disque}} = \Phi_{\text{cylindre}} / S_{\text{congé}} \text{ et } S_{\text{congé}} = (\pi/2)r.2\pi(R-r) \quad (\text{V.6})$$

Ici, R et r sont les rayons respectifs de l'éprouvette (rayon du disque) et du congé.

On a alors $\varphi_{\text{disque}} = 3,22 \text{ MW.m}^{-2}$ pour $R = 15 \text{ mm}$ et $r = 0,5 \text{ mm}$. Toutefois la régulation en PID du chauffage n'induit guère une évolution du flux de chaleur $\varphi_{\text{ch}}(t)$ en escalier. D'ailleurs on peut distinguer deux types d'évolutions du flux pour le chauffage, dont l'une spécifique à la période de préchauffage, et une correspondante à la phase de sollicitation cyclique.

Le chauffage préliminaire consiste à l'instauration d'un régime thermique stationnaire proche de l'état thermique aux bords du cycle de la FT, dont la température minimale dans le point extrême du congé est fixée à 100 °C. Il s'agit donc d'élever lentement la température de l'extrémité des éprouvettes (initialement à 20 °C) jusqu'à 100 °C, puis de maintenir cet état pendant 6 s (cf. Figure V.5). Le flux thermique correspondant présente une amplitude très faible avec une variation linéaire pendant 4 s environ, suivie d'une partie constante de 6 s de durée.

À l'issue de cette étape de préchauffage s'enchaîne la phase de la sollicitation cyclique (FT) pendant laquelle un cycle de flux de chauffage est appliqué périodiquement. La forme du signal $\varphi(t)$ appliqué dépend des paramètres du cycle thermique envisagé. Cependant, les mêmes amplitudes de flux de chaleur sont appliquées pendant les périodes de chauffage des différents cycles thermiques étudiés. En effet, les puissances électriques fournies par le générateur sont très proches (48-55%) pour les trois niveaux de température.

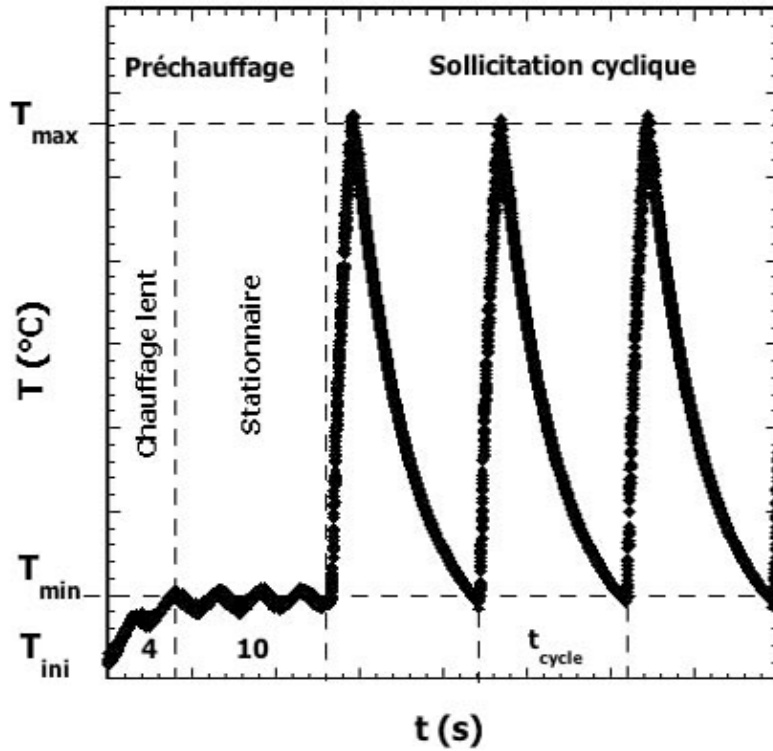


Figure V.5 : Évolution typique de la température mesurée par le thermocouple TC1 pendant les différentes phases de l'essai de FT ($T_{ini} = 20\text{ °C}$, $T_{min} = 100\text{ °C}$ et $T_{max} = 550, 600\text{ ou }650\text{ °C}$)

Les variations des densités de flux de chaleur relatives à chaque T_{max} ont été déterminées en utilisant une méthode semi expérimentale développée au cours de cette étude (Annexe D1).

b. Détermination des flux thermiques de refroidissement

En parallèle du chauffage, les échanges thermiques par refroidissement subsistent tout le long de l'essai. Les densités des flux de chaleur correspondants $\varphi(t)$ peuvent être modélisées par une loi linéarisée de type :

$$\varphi(t) = h [T(M, t) - T_{ext-c}] \quad (V.7)$$

où $T(M, t)$ est la température d'un point de la frontière considérée à un temps donné, φ est la densité du flux thermique, h est le coefficient d'échange thermique avec la source externe et T_{ext-c} est une température caractéristique du milieu externe.

On écrit alors :

$$\varphi_r = h_r (T_M - T_{ext-c}) = B (T_M^4 - T_{air}^4) \quad \text{avec} \quad B = \sigma \varepsilon_M F_M \quad (V.8)$$

$$\varphi_{cl} = h_{air} (T_M - T_{air}) \quad (V.9)$$

$$\varphi_{cf} = h_{eau} (T_M - T_{film}) \quad (V.10)$$

où σ est la constante de Stefan-Boltzmann, ε_M est l'émissivité de l'acier, F_M est un facteur de forme, T_M est la température d'un point M de la surface d'échange, T_{air} est la température de l'air, T_{film} est la température du film visqueux où se fait l'échange entre la paroi interne et l'eau et h_r , h_{air} et h_{eau} sont respectivement les coefficients d'échanges thermiques par radiation, convection air libre et convection forcée à l'eau. Le coefficient d'échange thermique par la convection forcée entre la paroi interne de l'éprouvette et l'eau de refroidissement a été calculé analytiquement (Annexe D1).

V.2.1.2.3. Calcul thermique

Dans les conditions axisymétriques, le régime thermique régi par l'Équation V.2 s'écrit en coordonnées cylindriques comme suit :

$$\rho(T) C_p(T) \frac{\partial T(r,z,t)}{\partial t} = \lambda(T) \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T(r,z,t)}{\partial r} \right) + \left(\frac{\partial^2 T(r,z,t)}{\partial z^2} \right) \right] \quad (\text{V.11})$$

L'Equation V.11 est résolue numériquement par la MEF à partir des conditions initiales et aux limites résumées comme suit :

- Initialement la structure est à 20 °C

$$\text{à } t=0 \quad \forall M \in \Omega \quad T(r,z,0) = T_0 = 20^\circ\text{C} \quad (\text{V.12})$$

- Flux thermique de chauffage (conditions de Neumann) :

$$\text{pour } M \in \partial\Omega_{ch} : r \in [14.5, 15], z \in [0, 0.5] ; -\lambda(T) \left[\frac{\partial T(r,z,t)}{\partial r} + \frac{\partial T(r,z,t)}{\partial z} \right] = \varphi(t) \quad (\text{V.13})$$

- Flux thermiques de refroidissement :

$$\text{pour } M \in \partial\Omega_{ext} : r \in [9, 15], z \in [0, 20]$$

$$-\lambda(T) \left[\frac{\partial T(r,z,t)}{\partial r} + \frac{\partial T(r,z,t)}{\partial z} \right] = B(T^4(r,z,t) - T_{air}^4) + h_{air}(T(r,z,t) - T_{air}) \quad (\text{V.14})$$

$$\text{et pour } M \in \partial\Omega_{int} : r = 5, z \in [0, 20] ; -\lambda(T) \left[\frac{\partial T(r,z,t)}{\partial r} \right] = h_{eau}(T(r,z,t) - T_{film}) \quad (\text{V.15})$$

Les résultats du calcul ont été calés à l'aide des mesures thermiques en réajustant les paramètres associés aux conditions aux limites introduits dans le calcul par éléments finis.

La forme du signal $\varphi_{ch}(t)$ a été adaptée pour que le profil thermique calculé s'approche le plus fidèlement possible de la température mesurée. L'optimisation du calcul passe par la décomposition de la variation de la densité de flux de chaleur appliquée en segments linéaires, en suivant l'évolution du champ électromagnétique déterminée expérimentalement (mesure de champs). Les évolutions temporelles de la densité de flux thermique corrigée sont illustrées dans la Figure V.6.

Les paramètres liés aux échanges thermiques utilisés dans le calcul sont présentés dans le Tableau V.2. Le coefficient d'échange thermique par la convection air libre et l'émissivité de l'acier ont été extraits des références [8, 9].

Le calcul thermique comprend une série de 5 cycles précédés par la phase de préchauffage. Pendant chaque cycle et pour chaque niveau de température étudié, les mêmes conditions de chauffage et de refroidissement ont été appliquées.

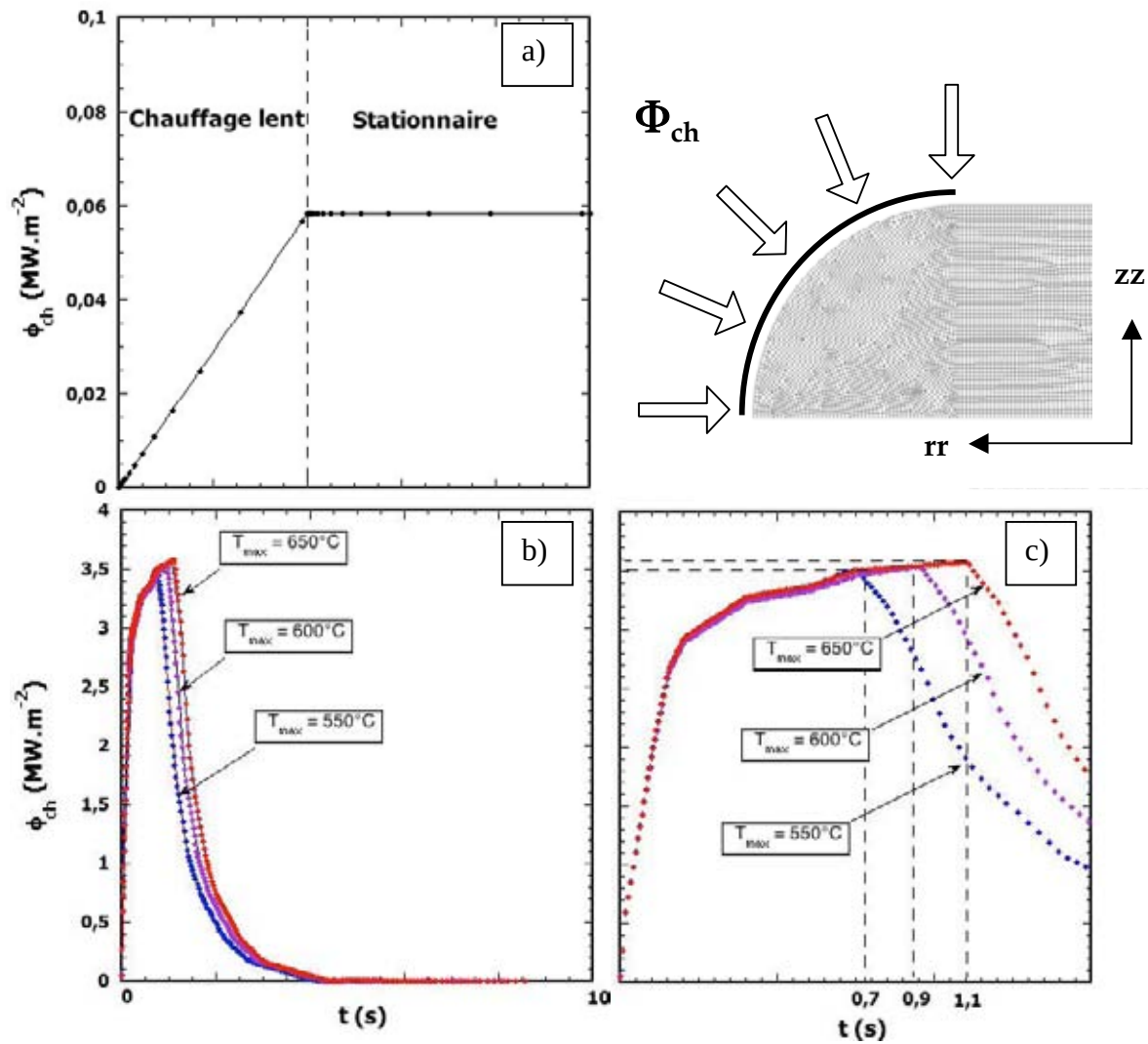


Figure V.6 : Évolutions des densités de flux de chaleur utilisées dans le calcul
a) préchauffage, b) et c) sollicitation cyclique

σ ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$)	ϵ_M	T_{air} (K)	T_{eau} (K)	T_{film} (K)	h_{air} ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$)	h_{eau} ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$)
$5,67 \cdot 10^{-8}$	0,88	293	293		20	7000

Tableau V.2 : Données utilisées dans le calcul thermique

V.2.1.3. Simulation numérique des effets thermomécaniques

Une fois les cartes thermiques temporelles et spatiales déterminées, les chargements thermomécaniques correspondants sont calculés à partir des résultats du calcul thermique et les propriétés thermomécaniques du matériau.

La résolution du problème thermomécanique s'appuie sur les équations d'équilibre relatives aux conditions mécaniques aux limites ainsi que sur la loi de comportement.

Les conditions mécaniques aux limites se résument à un déplacement nul des nœuds situés sur le plan de symétrie « $z = 0$ », dans la direction de l'axe du cylindre « zz » (cf. Figure V.7). En l'absence de forces externes (la pièce en contact avec l'air, l'eau et le joint d'étanchéité est libre de se déformer) et en négligeant les forces volumiques (inertie, gravité), l'équation d'équilibre et les conditions aux limites s'écrivent comme suit :

$$\begin{aligned} \forall M \in \Omega \quad \overrightarrow{\text{div}}(\vec{\sigma}) &= \vec{0}, \\ \text{avec : } \vec{U} \cdot \vec{e}_{zz} &= 0 \quad \text{pour } M \in \partial\Omega_{\text{sym}} : r \in [5,15], z = 0 \end{aligned} \quad (\text{V.16})$$

où $\vec{\sigma}$ est le tenseur des contraintes de Cauchy.

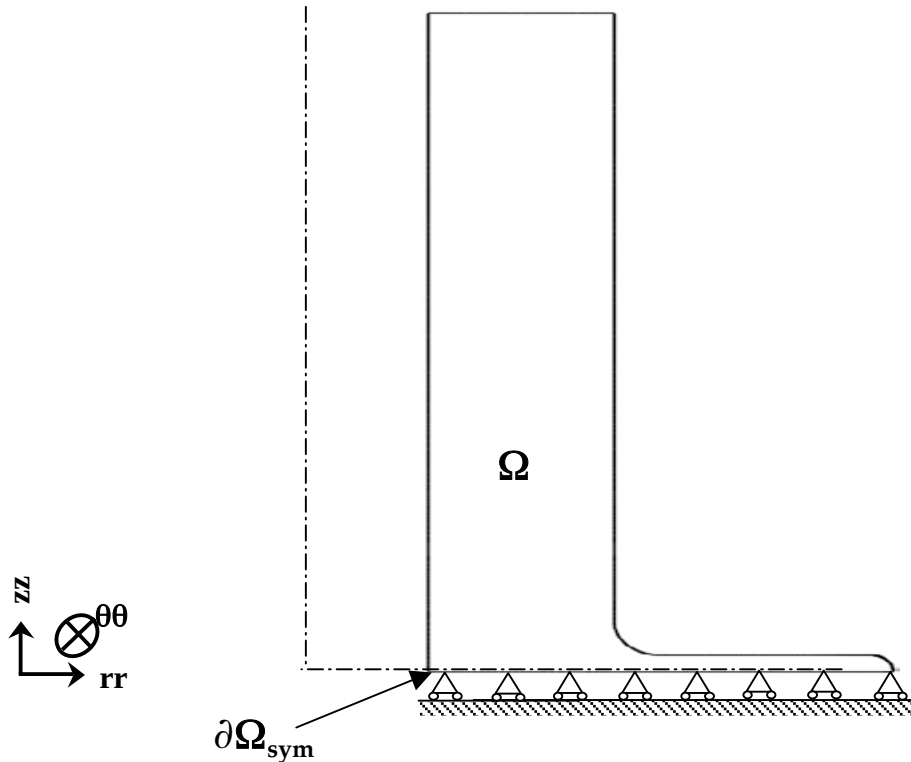


Figure V.7 : Conditions mécaniques aux limites

V.2.1.3.1. Modèle de comportement Élasto-Plastique (EP)

Dans ce cas, le comportement du matériau est supposé élasto-plastique et l'écrouissage est isotrope. Les paramètres du modèle ont été déterminés à partir d'essais de traction isotherme conduits sur la nuance SMV3 traitée 47 HRC [9, 10]. Les essais ont été réalisés à une vitesse de contrainte égale à 6 MPa.s^{-1} dans une plage de température comprise entre 20°C et 650°C . Ceci correspond à des vitesses de déformation de l'ordre de $\dot{\varepsilon} = 3 \text{ à } 4.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ pour des modules de Young variant entre 200 et 150 GPa. Les courbes d'écrouissage ont été identifiées pour la partie plastique des courbes de traction (σ - ε_{in}) par régression linéaire en repère logarithmique. Ainsi, le comportement EP à différentes températures a été défini par une loi de type Ramberg-Osgood décrit par les relations suivantes :

$$\varepsilon(\sigma, T) = \frac{\sigma}{E(T)} + \left(\frac{\sigma}{K(T)} \right)^{M(T)} \quad (\text{V.17})$$

$$\text{avec } \varepsilon_{tot}(T) = \varepsilon_{el}(T) + \varepsilon_{in}(T) \quad \text{et} \quad \varepsilon_{el}(\sigma, T) = \frac{\sigma}{E(T)}$$

où ε_{tot} , ε_{in} et ε_{el} sont respectivement les déformations vraies totales, inélastique (plastique) et élastique, σ est la contrainte vraie et E , K et M sont des paramètres du matériau dépendant de la température.

Les courbes d'écrouissage obtenues (cf. Figure V.8) sont implantées dans ABAQUS en couples de données numériques (discrets) pour chaque température. La variation du module de Young (E) et de la limite élastique en fonction de la température ont été également extraits à partir de ces courbes de traction, aux intersections des parties linéaires représentant le domaine élastique, et les courbes décrites par la loi de Romberg-Osgood.

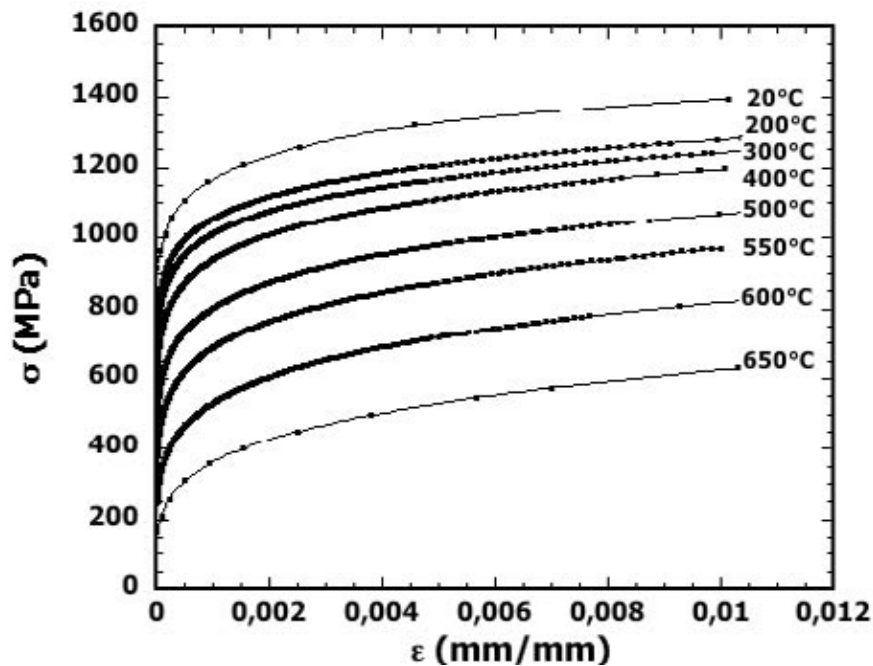


Figure V.8 : Évolutions de la déformation inélastique avec la contrainte à différentes températures décrites par la loi Romberg-Osgood à partir des essais de traction simple

V.2.1.3.2. Modèle de comportement Élasto-Visco-Plastique (EVP)

Développé à l'ONERA par le groupe de J.L.Chaboche et al., le modèle est décrit par la loi constitutive de la viscoplasticité [11]. Cette dernière permet de considérer le comportement plastique d'un chargement cyclique en prenant compte de l'effet de Bushinger et de la viscosité. Le modèle repose sur une approche macroscopique unifiée considérant un domaine élastique décrit par un critère de Von Mises (matériau isotrope), un ensemble de variables d'écrouissage cinématique définissant les évolutions rapides au cours de chaque transitoire inélastique, et un ensemble de variables isotropes représentant des évolutions de comportement plus lentes se caractérisant par un adoucissement ou un durcissement cyclique [10].

Le modèle a été adapté pour l'étude du comportement cyclique et de la durée de vie des aciers à outils dans différentes thèses [10, 12]. Le formalisme du modèle est fondé sur les phénomènes irréversibles de la thermodynamique. Une analyse théorique du modèle est détaillée dans la thèse de Velay [10]. Nous reportons à présent la forme simplifiée du modèle en 1D (unidimensionnelle). L'expression du modèle selon la composante isotrope et cinématique est donnée au Tableau V.3.

	Composante Cinématique	Composante isotrope
Surface de charge	$f = \left \sigma - \sum_{i=1}^2 X_i \right - R^s$	$f = \left \sigma - \sum_{i=1}^2 X_i \right - \sum_{i=1}^2 R_i - R_0$
Lois d'état : pour $i = 1, 2$	$X_i = C_i \alpha_i$	$\sigma = E \varepsilon_{el}; X_i = C_i \alpha_i \text{ et } R_i = b_i Q_i r_i$
	avec : $\varepsilon = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{vp}$	
Lois d'évolution : pour $i = 1, 2$	$\dot{\alpha}_i = \dot{\varepsilon}_{vp} - D_i \dot{p} \alpha_i$	$\dot{\alpha}_i = \dot{\varepsilon}_{vp} - D_i \dot{p} \alpha_i \text{ et } \dot{r}_i = \dot{p}(1 - b_i r_i)$
Loi d'écoulement viscoplastique (loi de Norton) :	$ \dot{\varepsilon}_{vp} = \dot{p}; \quad \dot{p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n$	

où, r_i et α_i sont des variables internes de la composante isotrope et cinématique, X_i et R_{1-2} sont des variables respectives de l'écrouissage cinématique et isotrope, R_0 et R^s sont respectivement la limite élastique vraie initiale et du cycle stabilisé, p est la déformation plastique cumulée, ε_{vp} est la déformation viscoplastique et C_i, D_i, Q_i et b_i : sont des paramètres du matériau, dépendant de la température.

Tableau V.3 : Description unidimensionnelle du modèle EVP [10]

L'écriture unidimensionnelle a permis en outre l'identification des paramètres du modèle à l'aide du logiciel SiDoLo® à partir d'essais de FI (conditions uniaxiales) réalisés pour des températures allant de 20 à 650 °C [10].

Les composantes du modèle sont identifiées à différents stades de la courbe de déconsolidation représentée par le diagramme demi-amplitude contrainte-déformation plastique cumulée (composante isotrope identifiée durant la forte déconsolidation, composante cinématique au cycle stabilisé) [10].

En premier lieu, les coefficients de la loi cinématique sont identifiés lors de la phase pseudo-stabilisée à partir d'essais réalisés à différentes vitesses de déformation ($\dot{\epsilon} = 10^{-4}, 10^{-3}$ et 10^{-2} s^{-1}) [10]. Dans un deuxième temps, les coefficients de la loi isotrope sont identifiés pour une fréquence d'essai donnée, en fixant les paramètres de la composante cinématique précédemment déterminés [10].

Une fois établi, le modèle a été validé pour différentes conditions de sollicitation (isotherme et anisotherme) et jusqu'à 600 °C. Au-delà de cette température, correspondant à la température du deuxième revenu, le modèle a montré ses limites, où la chute des caractéristiques thermomécaniques, liée probablement à des transformations métallurgiques, est moins bien reproduite.

Les travaux de thèse d'Ahmer (CROMeP) ont été engagés afin d'améliorer le modèle à ces niveaux thermiques en explorant les effets du vieillissement, qui seraient à l'origine de ces changements, avec analogie à d'autres travaux sur différents aciers [13]. À l'état actuel, le modèle ne rend pas compte de ces effets, mais permet toutefois une description réaliste du comportement du X38CrMoV5 47 HRC au-delà de 600 °C. Dans le cadre de cette étude, nous utilisons la version du modèle mise à jour dans les travaux de thèse d'Ahmer, identifié jusqu'à 650 °C [12]. Le Tableau V.4 indique les valeurs retenues pour les différentes températures, pour chacun des douze paramètres du modèle. Les sollicitations thermomécaniques sont calculées en implantant ces coefficients en 3D (formalisme multiaxial) dans ABAQUS™, via la librairie externe Zmat [10].

Composante du modèle EVP		T (°C)						
		20	200	300	400	500	600	650
Isotrope	E (Gpa)	204	195	187	179	165	147	127
	R ₀ (MPa)	715	685	610	562	525	505	390
	Q ₁	-78,5	-90	-95	-100	-160	-210	-173
	b ₁	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,5
	Q ₂	-205	-183,5	-79,5	-53	-91	-150	-143
	b ₂	15	9,7	5,6	5	4,9	4	5,5
Cinématique	K	100	110	120	200	350	455	448
	n	18,5	16,5	13,5	10,5	8,0	6,0	7,99
	C ₁	830000	805560	771420	730000	690000	599600	454000
	D ₁	5000	5000	5000	5000	5000	5000	19697
	C ₂	300110	271650	232310	190740	150630	55320	61911
	D ₂	500	500	500	500	500	500	816

E R ₀	Module de Young et limite élastique vraie initiale
K n	Coefficients de viscosité
C ₁ C ₂	Termes de la loi cinématique
D ₁ D ₂	Termes de recouvrance dynamique
Q ₁ Q ₂ b ₁ b ₂	Termes de la loi isotrope

Tableau V.4 : Coefficients du modèle EVP identifié pour le X38CrMoV5 47 HRC [10, 12]

V.2.2. Résultats des calculs

V.2.2.1. Calculs thermiques

Sur la Figure V.9 sont illustrées les variations des $T_{\min}$ et $T_{\max}$ calculées au nœud situé en position « 1 », durant les cinq premiers cycles de la simulation numérique. On remarque une stabilisation du cycle thermique dès le premier cycle conformément à la mesure, représentée en Figure V.5.

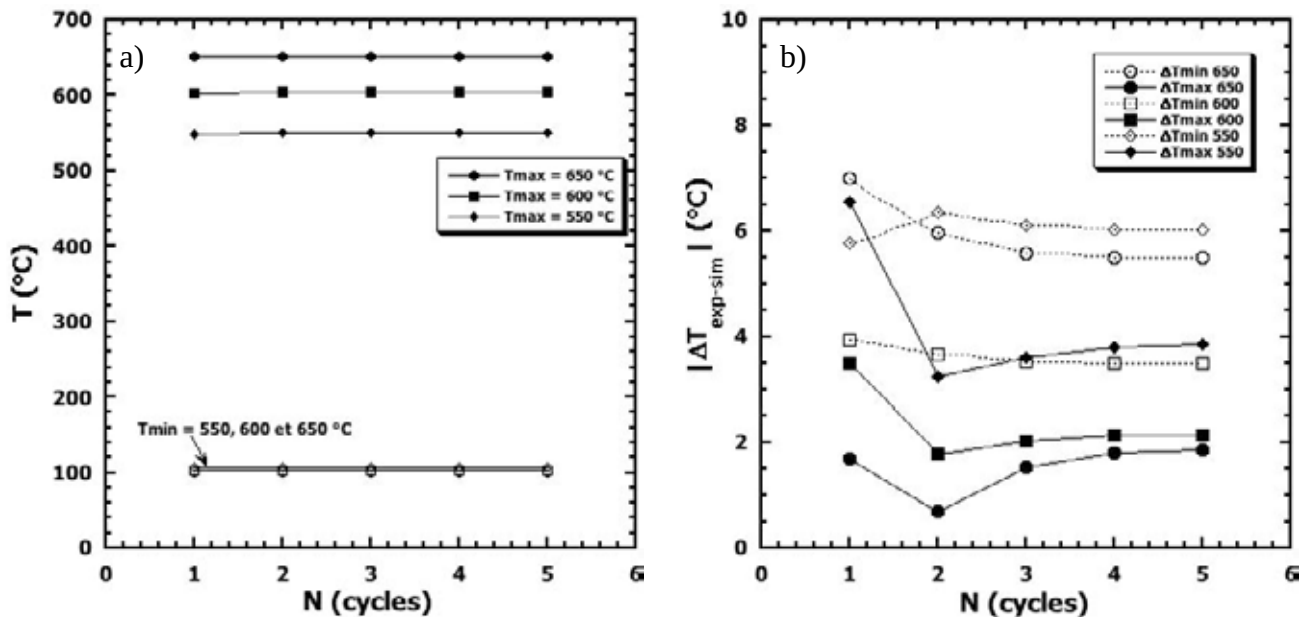


Figure V.9 : Évolution des $T_{\max}$ et $T_{\min}$ au cours de 5 cycles de simulation numérique
a) Évolution des $T_{\min}$ et $T_{\max}$ b) Variation des écarts thermiques, en valeur absolue, entre la simulation numérique et l'expérience

L'absence d'un régime de transition précédant la stabilisation des cycles thermiques peut être expliquée par l'application d'un préchauffage et par les dimensions réduites de l'éprouvette. En effet, le chauffage préalable permet d'établir un gradient thermique en régime stationnaire égalant celui du début du cycle de FT. La prise en compte de préchauffage permet une meilleure définition des conditions thermiques initiales dans la simulation numérique.

On constate également que la variation de l'écart, entre la mesure et le calcul des $T_{\min}$ et $T_{\max}$, se stabilise à partir du troisième cycle (cf. Figure V.9.b).

Le cinquième cycle simulé correspond le mieux à la mesure expérimentale. La corrélation entre les températures calculées et mesurées est aussi probante en profondeur, bien qu'une légère différence soit observée en fin de refroidissement (cf. Figure V.10.a,c et e).

Dans la suite des travaux de la modélisation, les résultats obtenus au cinquième cycle seront utilisés dans la détermination des profils thermiques.

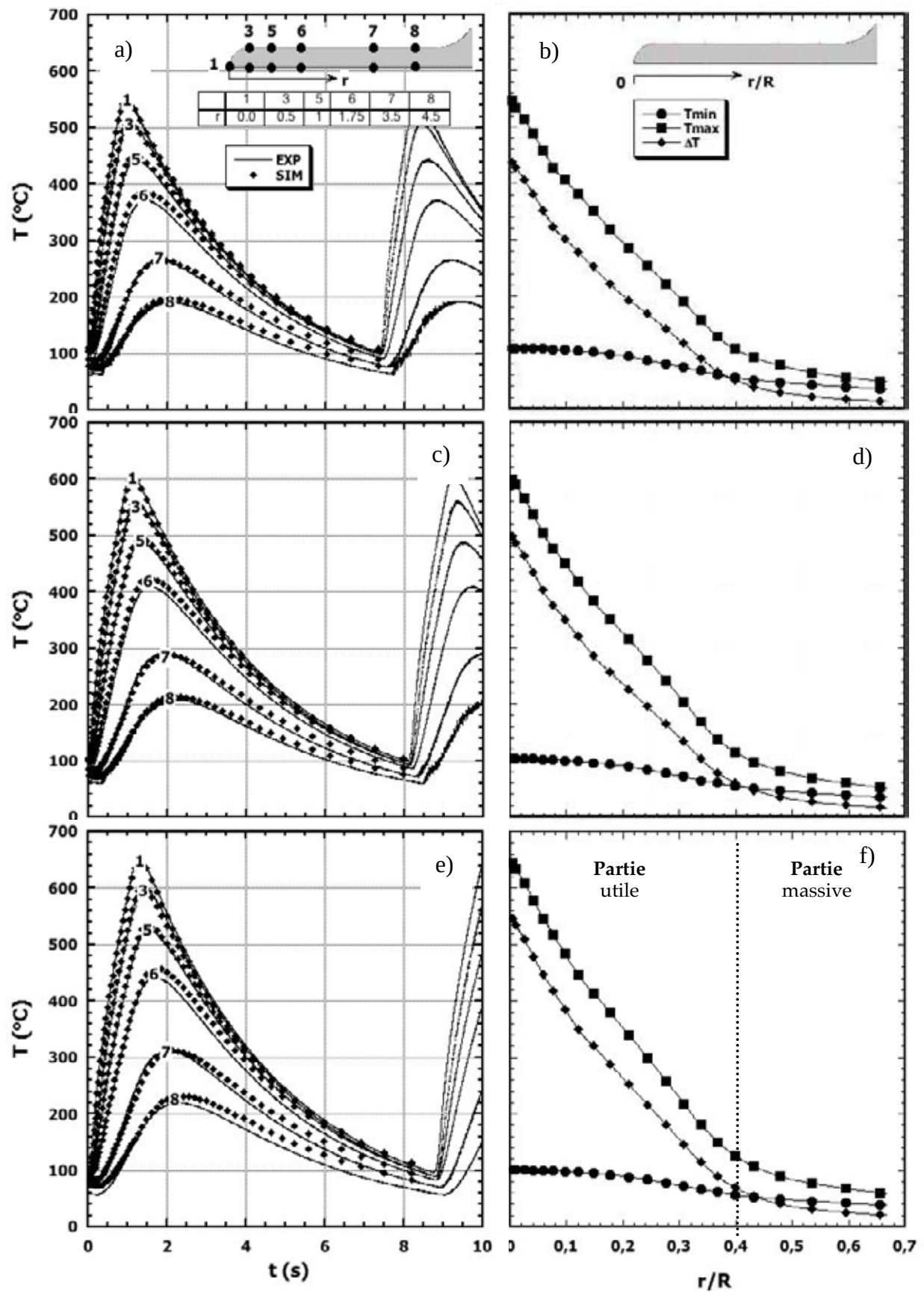


Figure V.10 : Cartes thermiques (à gauche : les évolutions temporelles de la température en différentes profondeurs ; à droite : les profils de gradient thermique et de minima et maxima des températures)
a,b) $T_{\max} = 550$ °C, c,b) $T_{\max} = 600$ °C et e,f) $T_{\max} = 650$ °C

La Figure V.11 illustre la variation, au cours d'un cycle, des écarts thermiques entre des nœuds situés à même profondeur suivant l'axe « rr » (à partir de la surface extrême $r = 0,5, 1, 3,$ et 5 mm) sur la surface externe du disque et sur le plan de symétrie (« $z=0$ »). Un écart de température maximal d'environ 12°C est noté au niveau de l'interface congé/disque, ce point marquant en effet la limite de la frontière d'application du flux thermique. Cet écart peut être négligé par rapport aux températures maximales du test.

En revanche, la distribution, suivant l'épaisseur « zz », des températures dans le disque (à la sortie du congé vers la profondeur) est homogène. L'analyse bidimensionnelle des cartes thermiques simulées montre que le front de l'onde thermique oscille perpendiculairement à l'axe « rr » (mouvement aller/retour). En effet, la chaleur se propage suivant l'axe « rr » avec une vitesse identique en surface ou en profondeur du disque. On peut conclure donc que la diffusion de la chaleur, dans cette partie de l'éprouvette, est exclusivement régie par la conduction et que la distribution des températures dans l'épaisseur de l'éprouvette (à r identique) est homogène. Nous considérons dès lors que le front de fissure supposé rectiligne est sollicité à une température constante suivant l'axe « zz ». Ainsi, nous ne considérons que les résultats calculés aux nœuds situés sur l'axe radial du plan de symétrie, les jugeant représentatifs de tous les plans parallèles variant entre $z = -0,5$ et $0,5 \text{ mm}$ (épaisseur).

Les répartitions en profondeur des $T_{\min}$ et $T_{\max}$ ainsi que les gradients thermiques entraînés lors des différents cycles thermiques sont présentés en Figure V.10.b, d et f.

On constate que seule la partie utile est le sujet de forts gradients thermiques lesquels s'atténuent à 2-3 mm vers la partie massive de l'éprouvette (partie interne).

L'évolution au cours du temps des gradients thermiques induits au cours des essais de FT est reportée en Annexe D2.

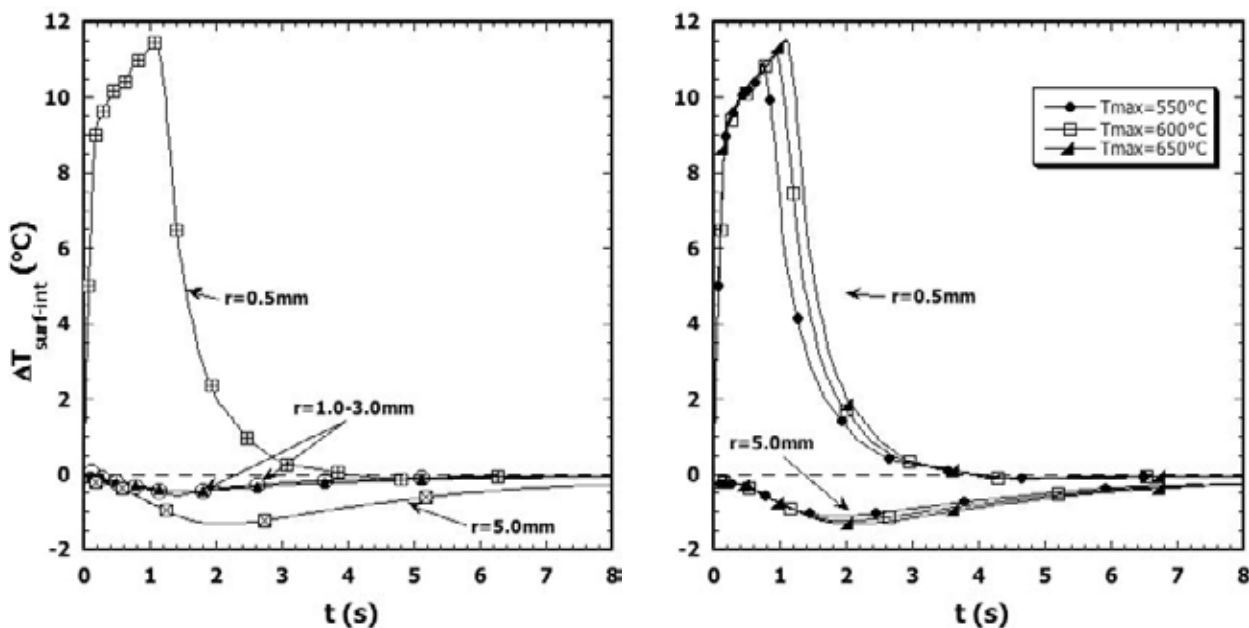


Figure V.11 : Variation de l'écart de température entre le coeur et la surface du disque
a) $T_{\max} = 650^\circ\text{C}$ pour $r = 0.5 - 5.0 \text{ mm}$, b) $T_{\max} = 550-650^\circ\text{C}$ pour $r = 0.5$ et 5.0 mm

V.2.2.2. Calculs mécaniques

Le calcul thermomécanique, pour chaque $T_{\max}$ et loi de comportement utilisée, a été conduit sur cinq cycles thermiques en plus de la partie du préchauffage. Le calcul est effectué en appliquant les cycles thermiques consécutifs obtenus par la simulation numérique.

Pour suivre l'évolution des contraintes et déformations en considérant le comportement EVP, le calcul a été prolongé, dans le cas de $T_{\max} = 650\text{ °C}$ à 40 cycles, en réitérant le dernier cycle thermique (n° 5) 35 fois en plus du résultat du premier calcul. Le calcul EVP à 600 °C , a été réitéré jusqu'au 140^{ème} cycle.

Les paramètres thermomécaniques sont donnés suivant l'axe orthoradial, ou circonférentiel « $\theta\theta$ », par interpolation aux nœuds situés sur l'axe de symétrie ou sur le périmètre de la surface externe de l'éprouvette. Les résultats du calcul sont présentés soit selon une séquence de la répartition des contraintes et des déformations correspondantes en fonction du temps, d'espace ou de température, soit en forme de boucles d'hystérésis.

Les grandeurs thermomécaniques recherchées sont listées dans le Tableau V.5.

Contrainte (MPa)	Déformation en (mm/mm)				
	Totale	Thermique	Mécanique	Élastique	Inélastique
σ	ϵ_{tot}	ϵ_{th}	ϵ_{mec}	ϵ_{el}	ϵ_{in}

Tableau V.5 : Notation des grandeurs mécaniques extraites des calculs

La déformation totale $\epsilon_{\text{tot}}(T)$, est la somme de la déformation thermique, $\epsilon_{\text{th}}(T)$, et de la déformation mécanique, $\epsilon_{\text{mec}}(T)$:

$$\epsilon_{\text{tot}}(T) = \epsilon_{\text{mec}}(T) + \epsilon_{\text{th}}(T) \quad (\text{V.18})$$

La déformation thermique résulte de la dilatation ou contraction due à l'élévation ou la diminution de la température de l'élément. Elle est déterminée par la relation suivante :

$$\epsilon_{\text{th}}(T) = \alpha(T)(T - T_{\text{ref}}) \quad (\text{V.19})$$

$\alpha(T)$ est le coefficient de dilatation thermique (coefficient d'expansion) et T_{ref} est la température de référence correspondant à la température initiale (20 °C).

Les valeurs du coefficient d'expansion utilisées dans le calcul sont reportées dans le Chapitre II.

La déformation mécanique comprend une composante élastique (ϵ_{el}) et une inélastique (ϵ_{in}) selon l'Équation V.20.

$$\epsilon_{\text{mec}}(T) = \epsilon_{\text{el}}(T) + \epsilon_{\text{in}}(T) \quad (\text{V.20})$$

La déformation élastique est donnée en élasticité linéaire par la loi de Hooke, soit :

$$\epsilon_{\text{el}}(T) = \frac{\sigma}{E(T)} \quad (\text{V.21})$$

V.2.2.2.1. Évolution des déformations thermique, totale et mécanique

Les déformations sont en effet plus importantes dans la partie la plus chaude de l'éprouvette, où siègent les gradients thermiques les plus élevés. Ainsi, l'analyse des résultats se fait préalablement pour la partie extrême de l'éprouvette (Point 1).

Les variations des déformations ε_{th} , ε_{mec} et ε_{tot} en fonction de la température sont représentées dans la colonne gauche de la Figure V.12, celles de droite représentant les évolutions au cours du temps (nombre de cycles). Les déformations thermiques données par les calculs utilisant les lois EP et EVP sont identiques, car les mêmes coefficients d'expansion thermique sont utilisés dans les deux cas. Les essais de FT sont donc effectués à déformation mécanique imposée, définie comme la différence entre les déformations totale et thermique. On constate également que les cycles mécaniques, à l'instar de la sollicitation thermique, se stabilisent dès le premier cycle, ce qui se traduit par la superposition des boucles successives. La Figure V.12.a montre que l'évolution de déformation thermique suit une courbe unique quelle que soit T_{max} , alors que l'amplitude de dilatation thermique dépend du niveau maximal de la température. L'asymétrie du cycle thermique (inégalité des temps de chauffage et de refroidissement) entraîne un décalage entre les courbes d'évolution de la déformation totale et mécanique pendant l'augmentation et la diminution de la température (cf. Figure V.12.c et e). Les boucles hystérésis se rejoignent néanmoins au cours du chauffage et en fin de refroidissement, où les variations temporelles des températures sont identiques. Les déformations thermiques, totales et mécaniques imposées à l'extrémité de l'éprouvette au cours du cinquième cycle sont données dans le Tableau V.6. Les valeurs seuils des déformations thermiques et mécaniques sont atteintes aux minima et maxima des températures du cycle. Pour la déformation totale, seule la valeur minimale ($\varepsilon_{tot,min}$) coïncide avec celle du cycle thermique (T_{min}). L'écart entre les valeurs des déformations aux températures minimales, pour les trois niveaux thermiques, provient du fait que pour le cycle thermique 100-550°C, T_{min} est légèrement plus élevée (107 °C).

Les boucles de déformations, totale et mécanique, en différentes profondeurs du disque sont représentées en Figure V.13. Ces résultats sont issus du calcul EP au cycle stabilisé pour $T_{max} = 650$ °C. En progressant en profondeur, l'amplitude de la déformation totale diminue avec les niveaux de température. La déformation mécanique demeure négative (compression) dans le disque mais avec des amplitudes décroissantes en profondeur. En effet, la partie centrale de l'éprouvette est moins chaude que le disque, qui est assujéti à des déformations de compression dues à l'empêchement de sa dilatation par rapport au fût de l'éprouvette.

Tmax (°C)	$\varepsilon_{th,min}$	$\varepsilon_{th,max}$	$\Delta\varepsilon_{th}$	$\varepsilon_{tot,min}$	$\varepsilon_{tot,max}$	$\Delta\varepsilon_{tot}$	$\varepsilon_{mec,min}$	$\varepsilon_{mec,max}$	$ \Delta\varepsilon_{mec} $
550	10,5e-04	7,69e-03	6,63e-03	6,1e-04	2,39e-03	1,77e-03	-5,60e-03	-4,4e-04	5,16e-03
600	9,9e-04	8,60e-03	7,60e-03	5,7e-04	2,65e-03	2,07e-03	-6,24e-03	-4,1e-04	5,82e-03
650	9,6e-04	9,43e-03	8,47e-03	5,7e-04	2,91e-03	2,33e-03	-6,80e-03	-3,9e-04	6,41e-03

Tableau V.6 : Déformations thermique, totale et mécanique calculées, en extrémité de l'éprouvette, pour différentes T_{max}

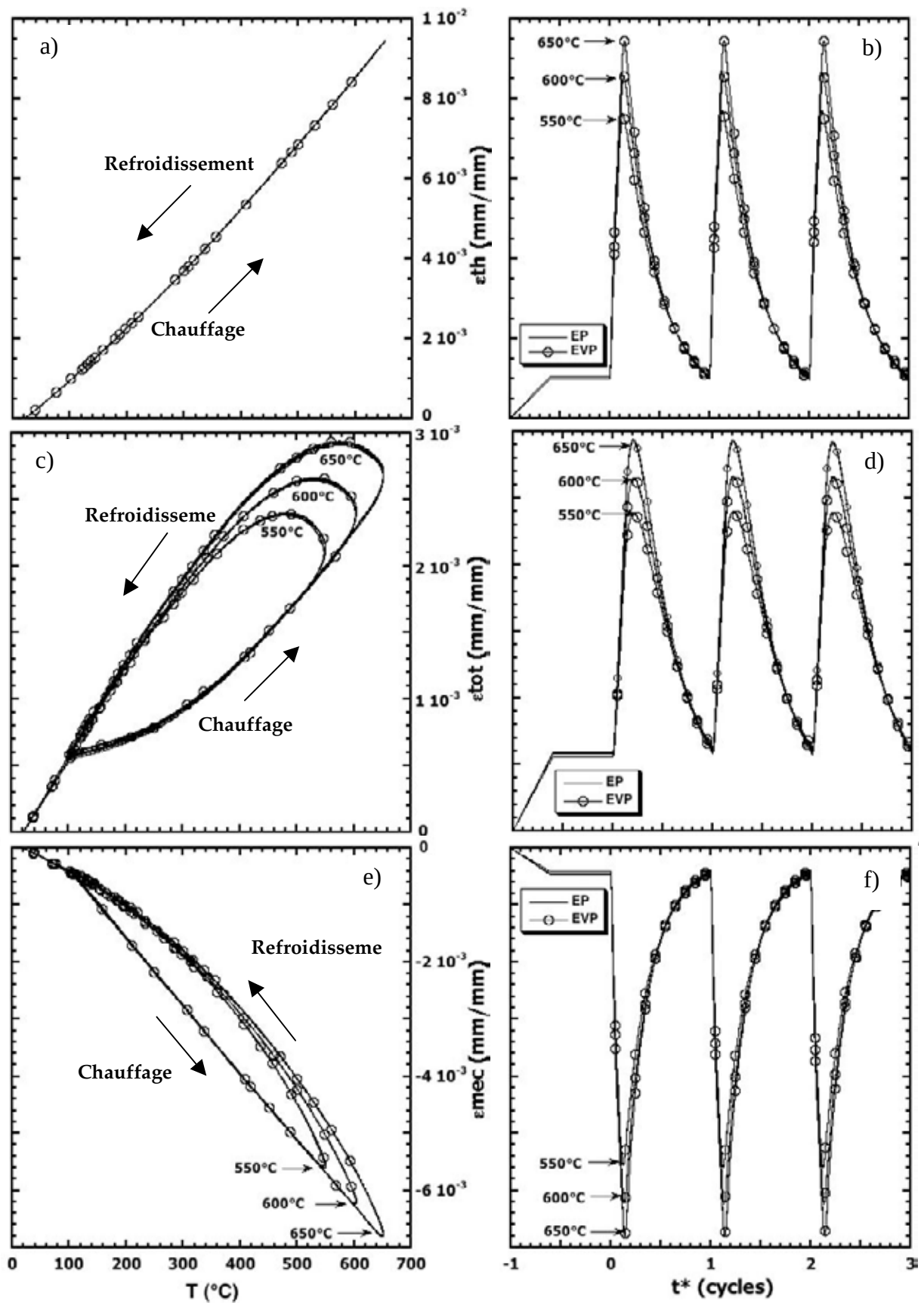


Figure V.12 : Évolutions en fonction de la température (à gauche) et du temps (à droite) calculées au point 1 du disque pour les différentes $T_{\max}$:

Dilatation thermique (a et b), Déformation totale (c et d) Déformation mécanique (e et f)

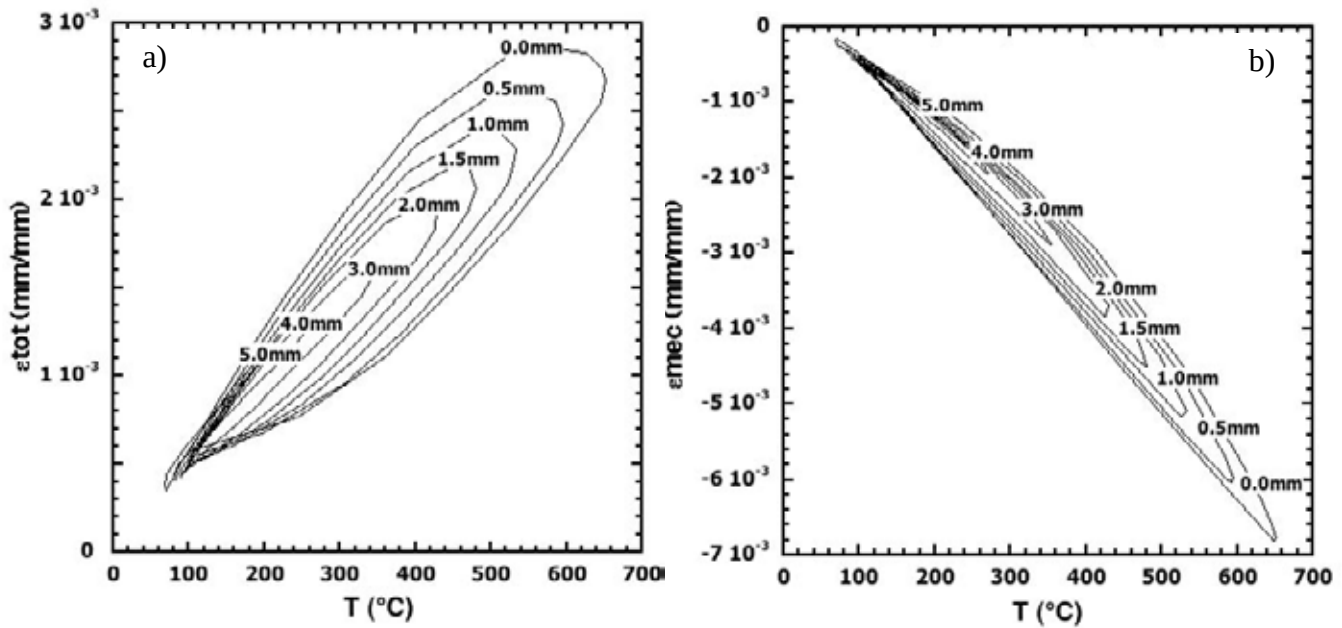


Figure V.13 : Évolution au cours du cycle stabilisé pour $T_{max} = 650$ °C de la déformation totale (a) et de la déformation mécanique (b) en fonction de la température à différentes profondeurs du disque

V.2.2.2.2. Évolution de la contrainte

Les déformations mécaniques induites lors des essais génèrent dans le matériau des contraintes thermomécaniques dépendant de la température. Un exemple de l'évolution de la contrainte calculée avec le modèle EP est illustré en Figure V.14.a et b.

La boucle d'hystérésis contrainte-déformation mécanique ressemble à elle établie par Malm et Norström [14] pour analyser la sollicitation thermomécanique due à la FT. Les lettres A, B, C, D et E marquent les événements particuliers au cours de l'essai de FT. Au point de départ A (repos), la contrainte (d'origine thermique) et les déformations correspondantes sont nuls. Le gradient thermique issu du préchauffage entraîne la surface maintenue à 100 °C en compression élastique (B). Lors du premier chauffage (BD), la contrainte évolue en compression en thermoélasticité jusqu'au point C, où le pic de la contrainte minimale est enregistré aux environs de 500 °C pour une déformation mécanique de l'ordre de $\epsilon_{mec} = -4.0 \times 10^{-3}$ mm/mm. Au-dessus de ce point, une déformation inélastique est amorcée. En effet, les propriétés mécaniques de l'acier, notamment sa limite élastique, baissent considérablement au-delà de cette température entraînant ainsi une chute (en valeur absolue) de la contrainte de compression accompagnée de l'augmentation de l'amplitude de la déformation plastique (CD). Cela explique le déphasage entre la température maximale et le pic de la contrainte maximale pendant le premier cycle de FT, qui est une conséquence directe du choix de la position du point de départ (A). En refroidissement (DE), la contrainte est déchargée thermo-élastiquement en suivant un chemin parallèle à (AC). En fin de refroidissement, l'extrémité de l'éprouvette est sous tension du fait du déchargement de la contrainte négative développée pendant le chauffage. La température minimale et la contrainte de traction maximale coïncident au point E, avec une déformation mécanique résiduelle non nulle (déformation de préchauffage).

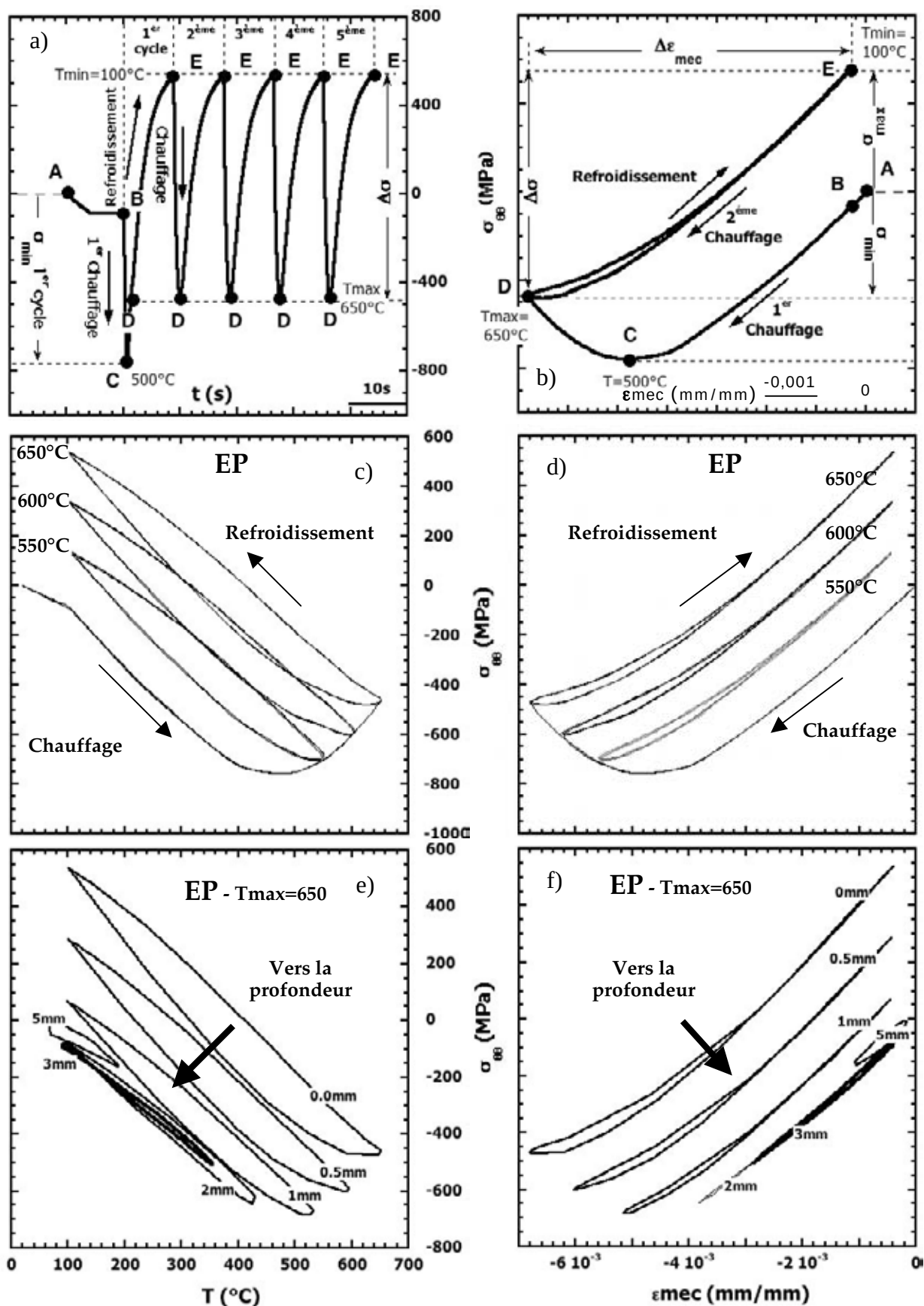


Figure V.14 : Evolution de la contrainte en fonction de la température (ou du temps) et de la déformation mécanique, calculée avec le modèle EP pour les différentes T_{max} a-d) à l'extrémité de l'éprouvette, e) et f) en profondeur du disque

Durant le cycle suivant, la contrainte parcourt, en aller-retour dans le cas du calcul EP, le chemin ED. Pendant le chauffage, la contrainte diminue afin de décharger la tension développée en fin du refroidissement précédent, puis continue à évoluer en compression pour atteindre son seuil à $T_{\max}$.

Dans la Figure V.14.c et d sont représentées les évolutions de la contrainte en fonction de la température et de la déformation mécanique pour les trois $T_{\max}$ étudiés. La variation de la contrainte est analogue à celle de la déformation pour les trois $T_{\max}$, lesquelles se différencient par les niveaux des contraintes minimales et ainsi par la contrainte de traction. Cette dernière augmente avec l'élévation de la température maximale tout comme la contrainte moyenne ($\sigma_{\text{moy}} = 0,5(\sigma_{\max} + \sigma_{\min})$) ainsi que l'amplitude de contrainte ($\Delta\sigma = (\sigma_{\max} - \sigma_{\min})$). En effet, au cours du premier chauffage, la contrainte dépasse la limite d'écoulement du matériau à partir du point C (500 °C). Au-dessus de cette température, la contrainte diminue car les propriétés mécaniques de l'acier chutent conformément aux courbes de traction isothermes illustrées en Figure V.8. Toutefois, c'est aux températures d'essai les moins élevées que sont enregistrées les contraintes de compressions les plus importantes (tronçon CD). Le même phénomène est observé au sein de l'éprouvette testée pour le même $T_{\max}$ (la diminution de la température en profondeur est accompagnée par une élévation de la contrainte de compression dans le congé). Les Figure V.14.e et f montrent à titre d'exemple l'évolution des boucles d'hystérésis mécanique (contrainte-température et contrainte-déformation) en profondeur pour le calcul EP à $T_{\max} = 650$ °C. Comme nous pouvons le constater, les niveaux des contraintes de compression augmentent dans le premier millimètre puis diminuent pour s'annuler vers le sixième millimètre. La tension qui est une conséquence du déchargement thermo-élastique diminue à cet effet, conduisant au déplacement des boucles en profondeur. Les résultats des calculs (EP et EVP) de la contrainte à l'extrémité de l'éprouvette au cinquième cycle et pour les trois $T_{\max}$ sont regroupés dans le Tableau V.7. La surface extrême de l'éprouvette se trouve par conséquent sollicitée par des cycles de contrainte de type **compression-traction** alors que les cycles de déformations mécaniques sont de type **compression-compression**. Les résultats du calcul utilisant le modèle EVP se distinguent de ceux issus du calcul EP par les niveaux des contraintes et par l'évolution de cette dernière dans le temps, bien que les amplitudes de contraintes ($\Delta\sigma$) soient proches dans les deux cas.

	$T_{\max} = 550$ °C			$T_{\max} = 600$ °C			$T_{\max} = 650$ °C		
	$\sigma_{\theta\theta\text{min}}$	$\sigma_{\theta\theta\text{max}}$	$\Delta\sigma_{\theta\theta}$	$\sigma_{\theta\theta\text{min}}$	$\sigma_{\theta\theta\text{max}}$	$\Delta\sigma_{\theta\theta}$	$\sigma_{\theta\theta\text{min}}$	$\sigma_{\theta\theta\text{max}}$	$\Delta\sigma_{\theta\theta}$
EP	-698	133	832	-597	339	936	-478	539	1018
EVP	-796	27	823	-773	117	890	-621	399	1021

Tableau V.7 : Contraintes générées à l'extrémité de l'éprouvette, données par le calcul EP et EVP après 5 cycles (valeur en MPa)

V.2.2.2.3. Évolution de la déformation inélastique

Les variations en fonction de la température et du temps (cycles) de la déformation inélastique à l'extrémité de l'éprouvette données par le calcul EP et EVP pour les trois $T_{\max}$ sont illustrées en Figure V.15. Comme pour la déformation mécanique, elles sont de type compression. La déformation inélastique la plus importante est générée au premier chauffage, à partir de 360 °C.

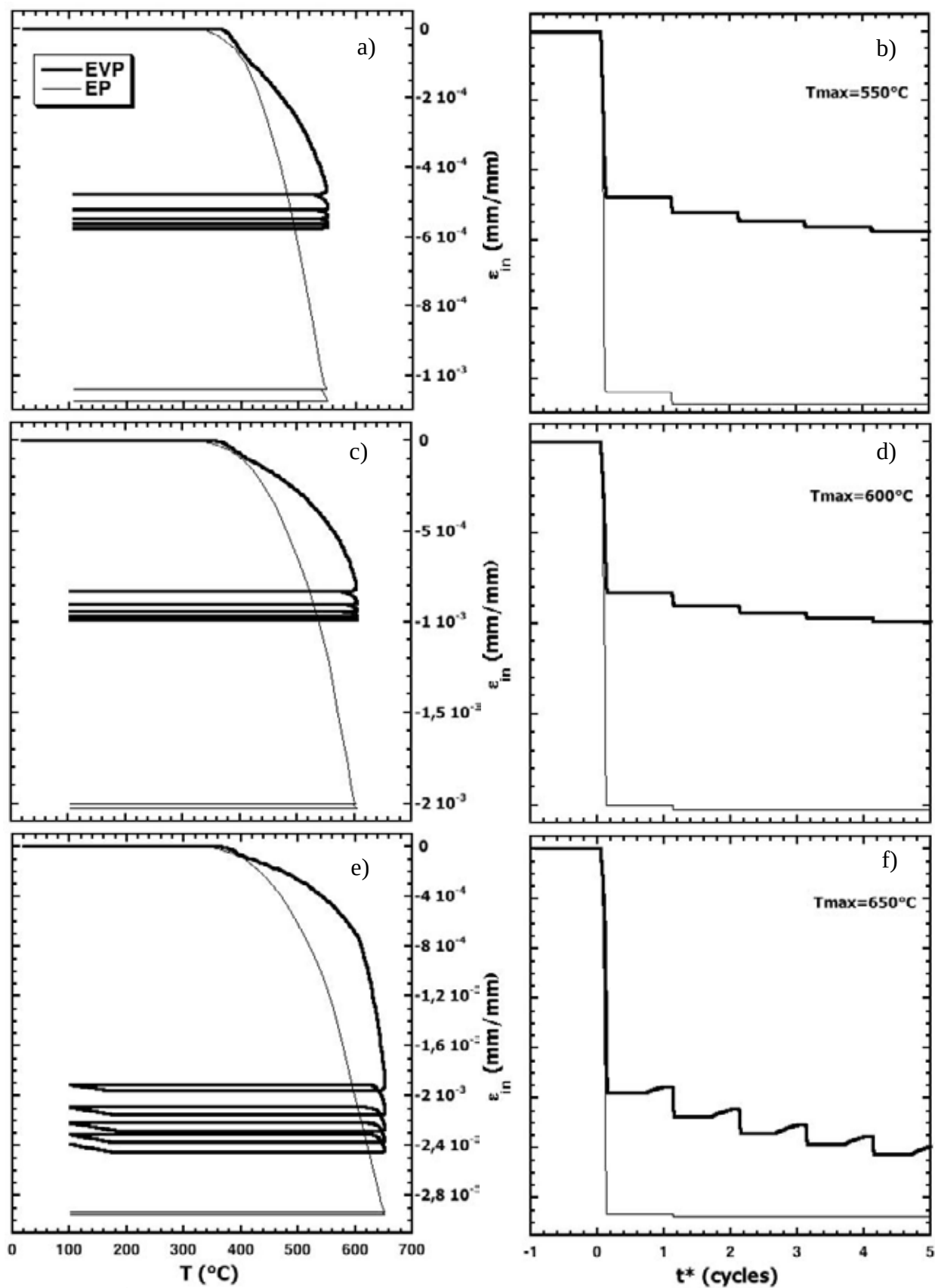


Figure V.15 : Évolution de la déformation inélastique à l'extrémité de l'éprouvette au cours du temps (5 cycles) et en fonction de la température, calculée par le modèle EP et EVP.

a,b) $T_{\max} = 550^{\circ}\text{C}$, c,d) $T_{\max} = 600^{\circ}\text{C}$ et e,f) $T_{\max} = 650^{\circ}\text{C}$

Au deuxième cycle, le calcul utilisant le modèle EP donne une déformation inélastique de très faible amplitude qui s'annule aux cycles suivants (3-5 cycles) (cf. Figure V.15). Avec le modèle EVP, les déformations inélastiques subsistent tout au long des cinq cycles, mais avec des amplitudes décroissantes. Une partie de la déformation inélastique cyclique est restituée (déformation inélastique en traction) en fin de chauffage pour le cycle thermique à $T_{\max} = 650^{\circ}\text{C}$ (cf. Figure V.15.f).

Les résultats de calcul EP et EVP de la déformation inélastique et des amplitudes de la déformation plastique totale au cours des cinq cycles sont donnés au Tableau V.8.

On remarque que les deux modèles s'accordent à montrer qu'au bout de cinq cycles l'amplitude de la déformation inélastique totale à $T_{\max} = 550^{\circ}\text{C}$ a été doublée, puis triplée successivement, pour les températures maximales 600 et 650°C .

Loi de comportement	$T_{\max} = 550^{\circ}\text{C}$		$T_{\max} = 600^{\circ}\text{C}$		$T_{\max} = 650^{\circ}\text{C}$	
	$\varepsilon_{\text{in min}}$	$\Delta\varepsilon_{\text{in}}$	$\varepsilon_{\text{in min}}$	$\Delta\varepsilon_{\text{in}}$	$\varepsilon_{\text{in min}}$	$\Delta\varepsilon_{\text{in}}$
EP	-1,073e-03	-1,073e-03	-2,026e-03	-2,026e-03	-2,944e-03	-2,944e-03
EVP	-5,743e-04	-5,620e-04	-9,686e-04	-9,895e-04	-2,268e-03	-2,401e-03

Tableau V.8 : Déformations inélastiques produites dans l'extrémité de l'éprouvette, données par les modèles EP et EVP après 5 cycles (valeurs en mm/mm)

V.2.2.2.4. Effet de la loi de comportement

Le comportement en fatigue isotherme et anisotherme (à déformation imposée) des aciers martensitiques revenus (X38CrMoV5) se caractérise par une déconsolidation cyclique (ou statique) continue interprétée comme une accommodation de la microstructure à la sollicitation [10, 15-17]. Le taux de décroissance de l'amplitude de la contrainte décrivant cet adoucissement varie au cours des cycles (temps) et dépend de la température ainsi que de l'amplitude et de la vitesse de la sollicitation [10, 17].

Les modèles EP et EVP se distinguent par la description de la réponse du comportement du matériau en plasticité cyclique et son évolution. Comme le montrent le Tableau V.7 et la Figure V.15, pour les mêmes conditions de sollicitations thermiques (déformations mécaniques imposées égales), les deux modèles donnent des amplitudes de déformations inélastiques très différentes, notamment lors du premier chauffage. Les niveaux des contraintes de tension et de compression, et de même pour la contrainte moyenne, sont par conséquent différents.

Les boucles d'hystérésis contrainte-déformation mécaniques se stabilisent dès le deuxième cycle dans le calcul EP où l'écrouissage est considéré isotrope, alors qu'elles ne se stabilisent pas dans le cas du modèle EVP. Pour mieux illustrer la différence entre les deux modèles, les évolutions de la contrainte à l'extrémité de l'éprouvette en fonction de la déformation mécanique et inélastique pour les trois $T_{\max}$ sont tracées dans les mêmes courbes (cf. Figure V.16).

En effet, les courbes divergent dès le premier chauffage au voisinage de 400°C , correspondant à une déformation mécanique $\varepsilon_{\text{mec}} = -4 \cdot 10^{-3}$ (mm/mm) et une contrainte de compression égale à 750 MPa. Au-delà de cette limite, avec le modèle EP, le matériau présente une forte plasticité accompagnée d'une chute continue de la contrainte.

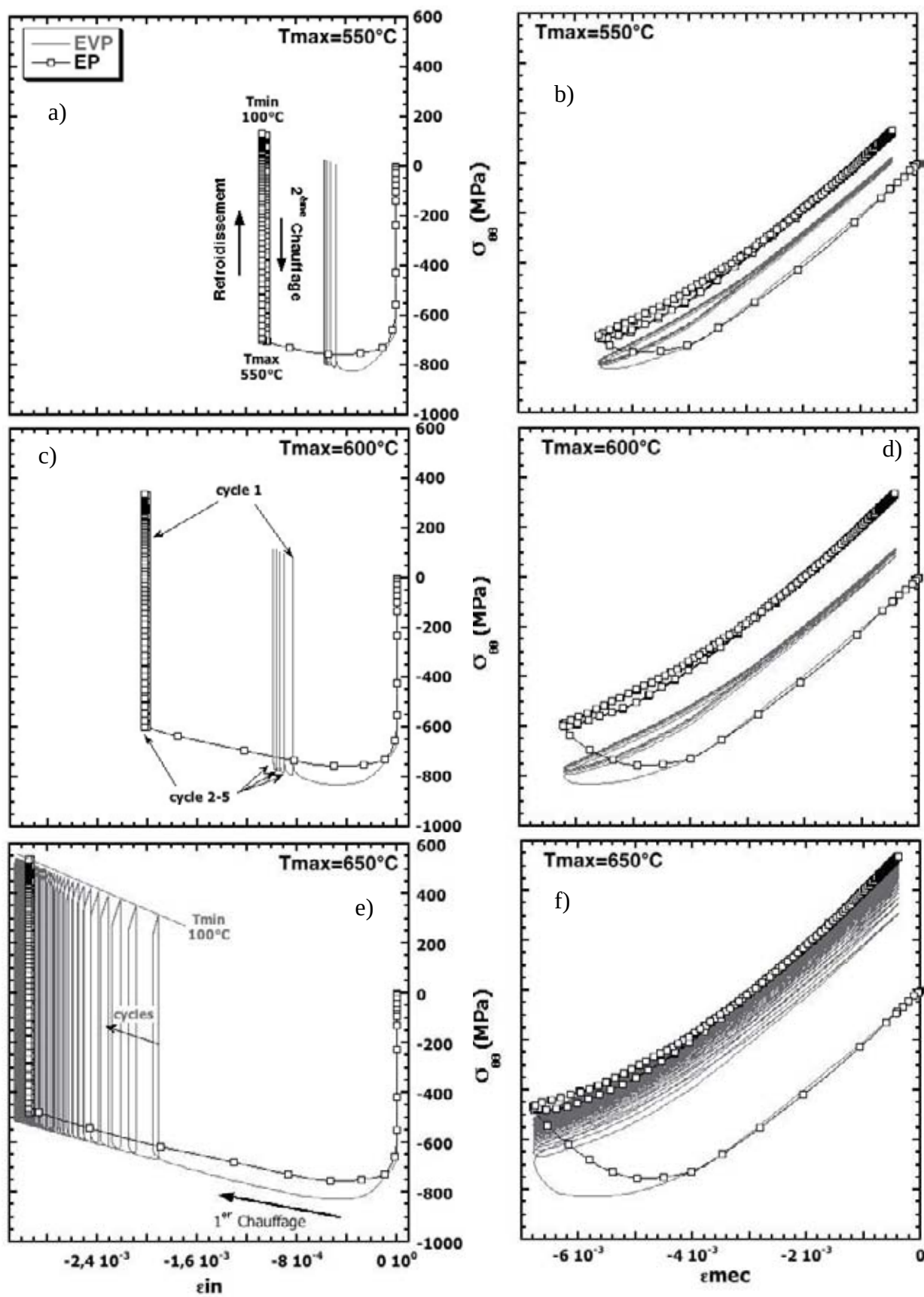


Figure V.16 : Évolution de la contrainte calculée par le modèle EP et EVP à l'extrémité de l'éprouvette, en fonction de la déformation inélastique (à gauche) et mécanique (à droite)

Si le modèle EVP présente moins de plasticité dans cette partie, c'est parce qu'il tient compte des effets liés aux vitesses de déformation. Il faut revenir donc aux données expérimentales sur lesquelles est basé chacun de ces modèles pour expliquer cette différence.

La variation de la déformation mécanique en fonction du temps lors du chauffage et de refroidissement pour les différentes $T_{\max}$ est représentée en Figure V.17. Les vitesses de déformation déterminées sur les segments présentant une évolution linéaire sont indiquées sur les mêmes graphes.

L'analyse de l'évolution de la déformation mécanique en fonction du temps montre que l'extrémité de l'éprouvette est sollicitée à des vitesses de déformation comprises entre $\dot{\epsilon} = 3.10^{-3}$ et 8.10^{-3} s^{-1} .

La vitesse de déformation moyenne ($\dot{\epsilon} = 5.10^{-2} \text{ s}^{-1}$) durant le chauffage est identique pour les trois $T_{\max}$. Les vitesses sont globalement moins importantes pendant le refroidissement, bien que les vitesses soient symétriques en début de ce stade et en fin de chauffage. La vitesse moyenne dans les essais de FT est cent fois plus grande que celle qui a été employée dans les essais de traction ayant servi à l'identification des paramètres du modèle EP. Or, il est connu que le comportement de ce type d'acier est sensible à la fréquence d'essai, notamment à chaud [17]. En effet, l'X38CrMoV5 présente une viscosité importante au-delà de 500 °C [10]. Les boucles mécaniques stabilisées (σ - ϵ) obtenues par des essais de fatigue conduits dans les intervalles de température et de vitesse de déformation {20–650 °C} et $\{10^{-2}$ – $10^{-4} \text{ s}^{-1}\}$, respectivement, illustrent parfaitement cet effet de fréquence (cf. Figure V.18). Les contraintes augmentent alors que la déformation plastique diminue pour les sollicitations les plus rapides. Des essais de traction monotones réalisés sur la même nuance d'acier traitée à 42 HRC, dans les mêmes plages de températures, montrent qu'en effet la vitesse de déformation influe sur l'écrouissage de l'acier.

Ces conclusions expliquent donc les écarts constatés entre les valeurs de la contrainte de compression et la déformation inélastique associée données par les deux modèles durant le premier chauffage. La différence entre les contraintes de traction calculées par les deux modèles à la fin du premier cycle n'est qu'une conséquence de l'écart produit lors du chauffage. D'où l'importance de ce premier cycle dans la détermination des chargements dans les cycles suivants.

L'écrouissage isotrope monotone ou cyclique des matériaux se traduit par une redistribution de la répartition des déformations élastique et inélastique composant la déformation mécanique. Ce comportement est bien pris en compte par les deux modèles, mais de manière très différente. Dans le calcul EP, ce phénomène se manifeste par un durcissement. En effet, après la première plastification, le modèle EP donne, pour une contrainte égale, une déformation inélastique très faible dans le second cycle. Cette déformation demeure inchangée (presque nulle) dans les cycles suivants (cf. Figure V.16.a, c et e). En revanche, le modèle EVP montre un adoucissement cyclique et présente une évolution de la contrainte moyenne déplaçant ainsi les boucles d'hystérésis vers des contraintes de plus en plus élevées. En effet, les boucles d'hystérésis évoluent progressivement vers un régime thermo élastique ou du moins avec déformations inélastiques cycliques de plus en plus faibles (cf. Figure V.15). Les boucles calculées avec le modèle EP atteignent ce stade dès le troisième cycle de calcul avec une plasticité presque nulle.

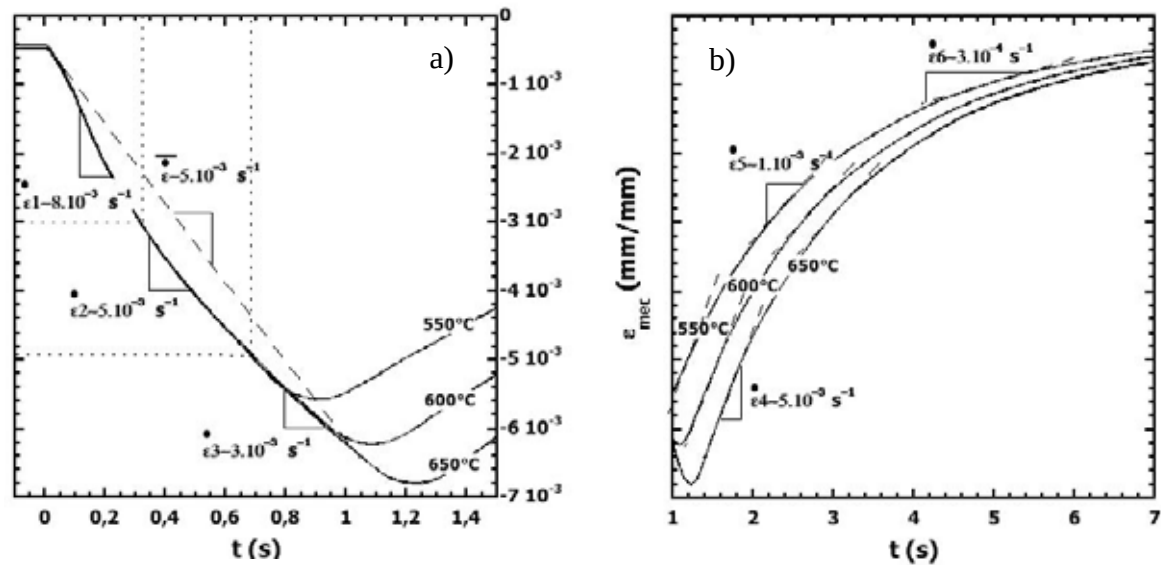


Figure V.17 : Évolution des vitesses de déformation mécanique au cours des essais de FT :
a) Période de chauffage et b) Période de refroidissement

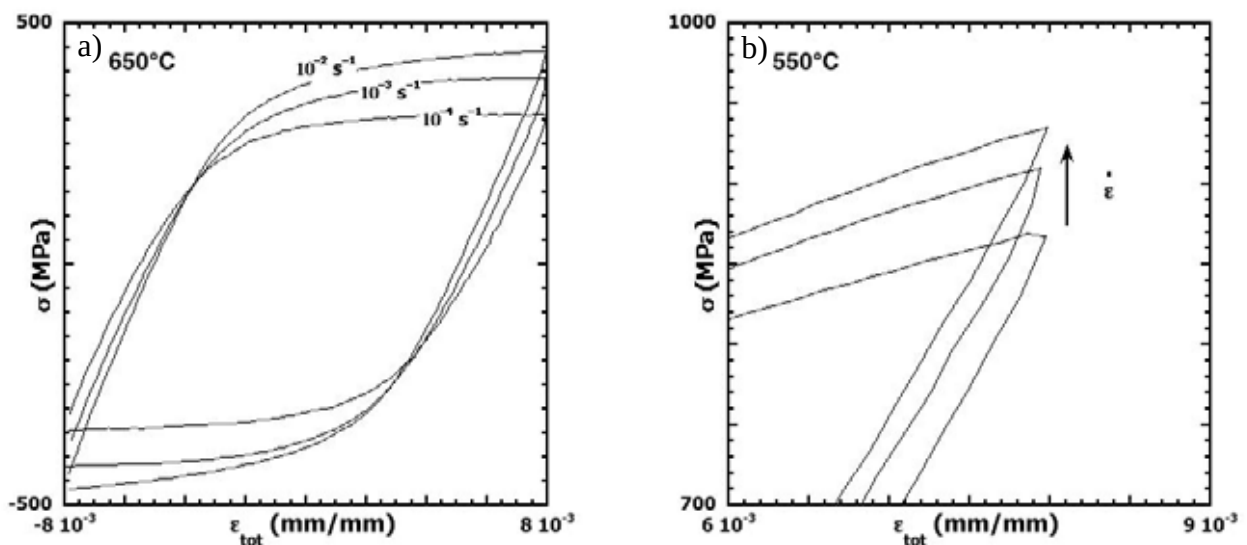


Figure V.18 : Boucles d'hystérésis mécaniques (contrainte-déformation) obtenues à cycle stabilisé en FI à différentes fréquences de test [10] : a) $T = 650^\circ\text{C}$ et b) $T = 550^\circ\text{C}$

Un modèle EP avec écrouissage isotrope pourrait être utilisé pour analyser les sollicitations thermo mécaniques d'un essai de FT lorsque l'amplitude de la déformation plastique est faible [8]. En effet, Oudin [16] a montré qu'en FTM ($200-600^\circ\text{C}$ et $300-600^\circ\text{C}$) et pour de faibles amplitudes de déformations mécaniques imposées (0.5, 0.6 et 0.7 %), l'adoucissement cyclique de l'acier reste faible et presque constant le long des cycles. Néanmoins, en ce qui concerne le premier cycle, l'amplitude de la déformation plastique est en général importante et son estimation peut être donc influencé par le choix de loi de comportement.

L'indentification des paramètres de loi EP, a été effectuée à l'aide d'essais monotones réalisés avec des vitesses de déformation différentes à celle des essais de fatigue thermique. On pourrait supposer que si la vitesse des essais de traction était proche de celles des essais de fatigue thermique, alors les déformations et les contraintes estimées au premier cycle seraient très comparables pour les deux modèles. Il est évident que le modèle EP avec écrouissage isotrope et encore moins le modèle thermo-élastique ne seraient pas adaptés pour le calcul de structure lorsque les amplitudes de déformation inélastique et de contrainte sont importantes.

Les boucles d'hystérésis contrainte-déformation mécanique calculées par le modèle EVP à $T_{\max} = 650^{\circ}\text{C}$ convergent après 50 cycles vers un régime pseudo stabilisé et s'approchent de la boucle d'hystérésis calculée par le modèle EP (cf. Figure V.16.f). Les profils de contraintes suivant l'axe radial de symétrie (« $z=0$ ») calculé au dernier cycle de simulation numérique ont été utilisés dans l'étude de la propagation de fissure. Le modèle EVP présente toutefois l'inconvénient de la durée des calculs, pour atteindre un cycle mécanique stabilisé.

V.3. Analyse de la fissuration en FT

La démarche et les résultats de l'étude de la propagation de fissures de FT par l'application de la mécanique de la rupture sont présentés dans cette section. Les profils du Facteur d'Intensité de Contrainte (FIC) aux bords des fissures sont d'abord calculés. Les différentes méthodes de calculs utilisées à cet effet ainsi que les résultats relatifs sont ensuite reportés. Les lois de fissuration déterminées sont finalement discutées à la fin du Chapitre.

V.3.1. Démarche entreprise

Les paramètres caractéristiques de la distribution des contraintes ou des déformations thermomécaniques au voisinage de la fissure, définis par la mécanique de la rupture, permettent de rationaliser les phénomènes de fissuration par la FT. Il faut, dans un premier temps, déterminer les valeurs de FIC en se servant des résultats de l'analyse thermomécanique. Dans une tentative de modélisation de la cinétique de la fissuration par une loi de Paris, les résultats du calcul de FIC seront corrélés aux données expérimentales des vitesses de propagation de fissures préalablement déterminées (cf. Figure V.19).

À cause des gradients thermiques transitoires, chaque ensemble d'éléments de l'éprouvette subit un cycle de température-temps spécifique qui varie selon sa position dans la structure Figure V.19. Conformément aux résultats du calcul thermique présentés en Figure V.11, l'éprouvette « SR1 » peut être décomposée en plusieurs groupes d'éléments soumis aux mêmes sollicitations thermiques en « anneaux co-centriques isothermes » de 1 mm d'épaisseur. L'homogénéité des sollicitations suivant l'axe « zz », notamment en dehors du congé, permet par ailleurs de représenter les éléments de chaque anneau par les éléments du cercle, de rayon identique, situé sur le plan de symétrie (« $z=0$ »).

Étant donné que le disque se comporte comme une structure « auto-bridée » (self-constrained), chaque élément d'un cercle donné subit un cycle thermomécanique spécifique. Les éléments du

même cercle sont représentés par une éprouvette « fictive » de fatigue thermomécanique « indépendante » [2, 18]. À chaque incrément infinitésimal d'avancement de la fissure, le point matérialisant la projection du front de fissure sur le plan de symétrie est représenté par un élément du cercle dont le rayon correspond à la profondeur de la fissure. La valeur du FIC relatif à chaque profondeur de la fissure est déterminée à partir des profils de contraintes circonférentielles pour différents instants du cycle ($t_1 < t_2 < t_3$) (cf. Figure V.19). Comme la contrainte change en fonction du temps, le FIC évolue au cours du cycle et atteint son maximum et s'atténue avec la diminution de la contrainte. D'autre part, le FIC, généralement exprimé en fonction de racine carrée de la taille de la fissure, varie lors de la propagation. L'évolution des maxima de FIC en fonction du temps et en profondeur du disque (suivant l'axe « rr ») pouvait suivre la forme représentée sur la Figure V.19, en forme de cloche (c'est-à-dire, passer par une valeur maximale).

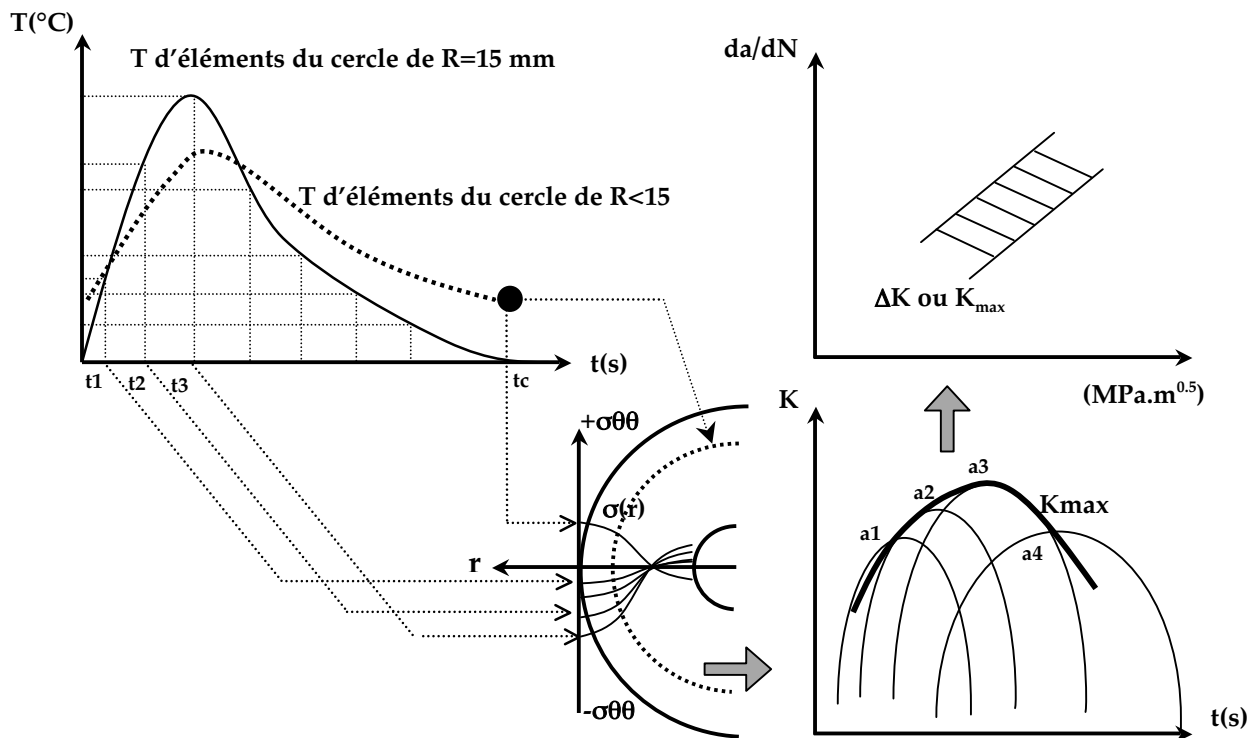


Figure V.19 : Schéma des différentes étapes de la démarche entreprise pour la modélisation de la cinétique de fissuration en FT en utilisant la MLER (a_i ($i=1-4$) : différentes longueurs de fissures)

À l'instar des travaux de Mowbray et al. [18], le FIC est déterminé par une approche bidimensionnelle en utilisant des expressions analytiques prédéterminées associées au principe de la superposition (cf. Annexe D3). Les hypothèses suivantes ont été considérées :

- ✓ La fissuration ne perturbe pas les champs thermiques. Selon Mowbray et al., d'après [19], la validité de cette condition est nécessaire dans la détermination de FIC dans des problèmes thermiques ;
- ✓ La propagation des fissures se fait en mode d'ouverture (Mode I), sous l'effet de des contraintes circonférentielles ($\sigma_{\theta\theta}$). Comme le stipule le principe de superposition, les

contraintes déterminées dans l'éprouvette non fissurée sont utilisées dans le calcul des FICs ;

- ✓ Les contraintes sont uniformes dans l'épaisseur du disque (suivant « zz »). Cette condition a été vérifiée en comparant les contraintes calculées sur les nœuds situés en surface, et sur ceux placés sur l'axe radial de symétrie « $z=0$ » (à l'intérieur du disque). L'évolution des contraintes circonférentielles (calculées au cours du 5^{ème} cycle par le modèle EP cycle pour $T_{\max} = 650\text{ °C}$) en surface et sur l'axe radial de symétrie en différentes profondeurs sont représentées sur la Figure V.20. En général, les contraintes en surface sont plus importantes qu'à l'intérieur, avec un écart maximal enregistré pour des profondeurs inférieures à 0,5 mm (dans le congé). Dans cette zone, l'écart est presque nul pendant le chauffage alors qu'en refroidissement il atteint sa valeur maximale d'environ 15%. Au-delà de cette zone (en profondeur), les écarts apparaissent plutôt pendant le chauffage et ne dépassent pas les 5%. Il est utile de noter que les conditions de chauffage (surface d'application de flux) et la forme curviligne de l'extrémité de l'éprouvette sont à l'origine de la singularité des sollicitations dans l'extrémité de l'éprouvette, bien que les écarts ne soient pas considérables. Dès lors, la présomption de la troisième condition semble être raisonnable dans le cas de notre étude.

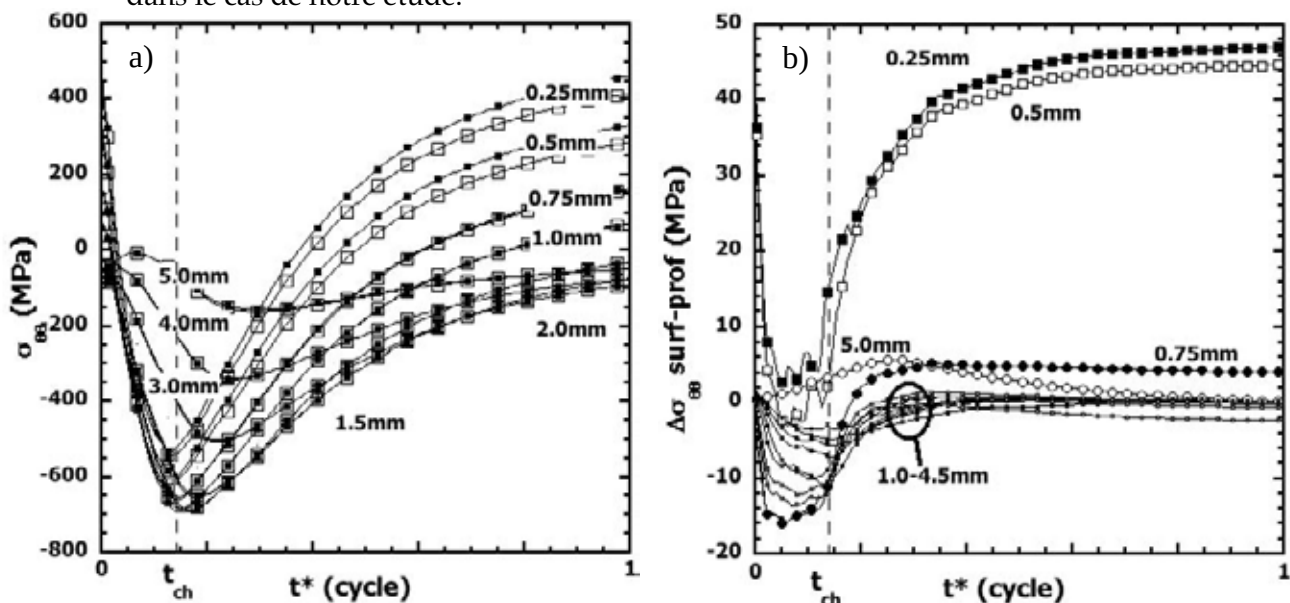


Figure V.20 : Évolution des contraintes au cours du 5^{ème} cycle calculées par le modèle EP pour $T_{\max} = 650\text{ °C}$:

- a) Évolutions pour différentes profondeurs,
- b) Écart entre les contraintes sur les nœuds en surface et à l'intérieur du disque
(Symboles pleins : nœuds en surface, Symboles vides : nœuds sur l'axe de symétrie)

V.3.2. Méthodes de calcul de FIC

Dans un premier temps, le FIC est calculé selon la formulation générale dite « méthode ingénieur » ou « méthode simplifiée » correspondant au cas d'une structure semi-infinie. D'autres méthodes utilisant des fonctions d'influence pour rendre compte des facteurs comme ceux de la géométrie ou du mode de chargement sont également utilisées [20, 21]. Ces dernières sont largement utilisées dans le cas des fissures soumises à des champs de contraintes dont la distribution est non-uniforme. Les

solutions choisies ont été utilisées dans le cas de structure travaillant sous gradients, transitoires ou permanents, de contrainte d'origine thermique [1, 18, 22-24]. Les méthodes ayant été utilisées sont présentées dans le Tableau V.9, les cas d'applications correspondants étant illustrés dans la Figure V.21.

On remarque qu'un facteur de 0,56 distingue les fonctions de poids données respectivement par Bueckner [25] pour le cas d'une plaque semi-infinie, et par Mowbray et al. [18] dans le cas d'un disque de dimension finie (Géométrie de Glenny).

La fonction de pondération utilisée par Mowbray et al. a été développée à l'origine par Bueckner pour le cas d'une plaque fissurée, finie dans son épaisseur. Cependant, Mowbray et al. [18] utilisent la fonction de poids dans sa forme réduite pour le cas semi-infini en validant la condition imposée. Cette condition est également vérifiée, dans notre cas, pour les fissures inférieures à 5 mm et pour un disque de 15 mm rayon externe, et 0 ou 5 mm de rayon interne, correspondant respectivement à des plaques de 15 et de 10 mm d'épaisseur (W). Les profils de contraintes et de FIC ont été décrits sous forme adimensionnelle, en les exprimant en fonction du rapport « r/a » [18].

La fonction utilisée par Tret'yachenko et al. [23] est une dérivée de la fonction de Green adaptée par Cherpanov, pour le calcul de FIC dans le cas de cylindres sollicités en FT [19].

La formule développée par Stallybrass est extraite de la référence [19]. La solution est proposée pour une fissure débouchante dans une plaque semi-infinie soumise à une distribution arbitraire des contraintes. Ces dernières sont appliquées de manière symétrique sur les deux lèvres de la fissure. La contrainte dans ce cas est décrite par un polynôme de degré 10.

Dans notre cas, les profils de contraintes suivant la génératrice « $z=0$ » à différents moments du cycle thermique, sont lissés par des polynômes de 5^{ème} degré. Pour les méthodes « 2 » et « 5 » (Mowbray et Stallybrass), la variable sans dimension (a/r) est utilisée dans la détermination des profils de contrainte. De ce fait, seules les six premières composantes du polynôme exprimé dans le cas de la méthode Stallybrass ont été considérées ($C_n = 0$ pour $n > 5$ dans l'Equation V.28 et V.29).

Le calcul de FIC se fait pour une seule fissure dont la profondeur maximale n'excède pas les 5 mm. Ainsi, les calculs ont été effectués pour des fissures allant de 0,25 à 5,0 mm avec un pas de 0,25 mm. L'effet de la température, du temps et de la longueur de la fissure est analysé pour le cas de calcul utilisant la fonction de poids donnée par Mowbray et al.. Dans les autres cas, les profils de FIC ont été déterminés indépendamment du temps et de la température en ne considérant que les profils des maxima et des minima des contraintes calculées dans les nœuds correspondants aux profondeurs analysées.

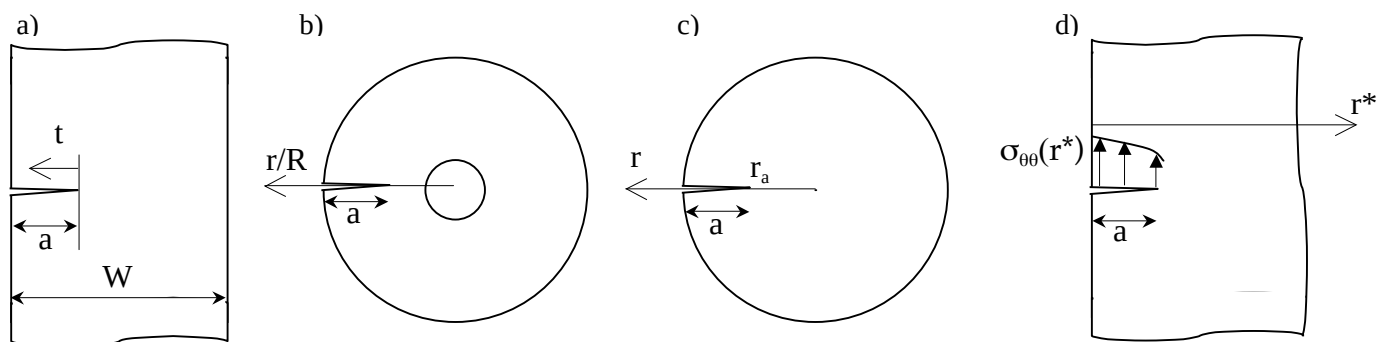


Figure V.21 : Cas d'application des méthodes de calcul de FIC selon les auteurs respectifs :

a) Bueckner [25], b) Mowbray [18], c) Tret'yachenko [23] et d) Stallybrass [19]

Auteurs	Formulation de K et de la fonction de pondération					
Simplifiée (Simp.) [19]	$K_I(r) = \sigma(r)\sqrt{\pi a}$ (V.22)					
Bueckner (Buec.) [25]	$K_I(t) = \frac{\sqrt{2}}{\pi} \int_0^a \sigma(t)m(t)dt$ (fonction de poids) (V.23)					
	$m(t) = \frac{1}{\sqrt{r}} \left[1 + m_1(t/a) + m_2(t/a)^2 \right] \begin{cases} m_1 = 0.6147 + 17.1844(a/W)^2 + 8.7822(a/W)^6 \\ m_2 = 0.2505 + 3.2889(a/W)^2 + 70.0444(a/W)^6 \end{cases}$ (V.24)					
	Plaque semi-infinie					
Mowbray (Mowb.) [18]	$K_I(r) = \sqrt{\frac{2}{\pi}} \int_0^a \sigma(r)m(r)dr$ (V.25)					
	avec $m(r) = \frac{1}{\sqrt{r}} \left[1 + 0.6147(r/a) + 0.2505(r/a)^2 \right]$ (V.26)					
	Disque semi-infini avec fissure externe (valable pour $a/W < 0.5$ avec $W = R$ ou $W = 10 \text{ mm}$)					
Tret'yachenko (Tret.) [23]	$K_I(r) = \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{\pi(R-r_a)}} \int_{r_a}^R \sigma_y(r) \sqrt{\frac{R-r}{r-r_a}} dr$ (fonction de Green) (V.27)					
	Cylindre avec fissure externe					
Stallybrass (Stall.) [19]	$K_I(r^*) = \sqrt{2} (0.7930C_0 + 0.4829C_1 + 0.3716C_2 + 0.3118C_3 + 0.2735C_4 + 0.2464C_5 + 0.2260C_6 + 0.2099C_7 + 0.1968C_8 + 0.1858C_9 + 0.1765C_{10}) \sigma \sqrt{a}$ (V.28) et $\sigma(r^*) = -\sigma \sum_{n=0}^{10} C_n \left(\frac{r^*}{a} \right)^n$ (V.29)					
	Structure semi-infinie avec fissure au bord					
$K_I(r)$ en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	$m(r)$	$a(\text{m})$	$r_a(\text{m})$	$R(\text{m})$	$W(\text{m})$	r, r^* et t
Profils de FIC	Fonction de pondération	Taille de fissure	Coordonnée interne de la fissure	Rayon d'éprouvette	Épaisseur d'éprouvette	Axes de la fissure selon différents repères
$\sigma(r)$: profil de la contrainte perpendiculaire à l'axe de la fissure						

Tableau V.9 : Méthodes utilisées dans la détermination des profils de FIC

V.3.3. Résultats des calculs de FIC

V.3.3.1. Analyse thermomécanique

Nous analysons a priori les évolutions des profils de contraintes au cours des cycles de FT, représentés en Figure V.22. L'axe des abscisses de ces courbes correspond au rayon de l'éprouvette en allant du centre vers l'extrémité (de droite vers la gauche). Dans la même figure, sont comparés les profils de contraintes calculés et les courbes d'interpolation polynomiale du 5^{ème} degré.

Comme les évolutions des gradients de température, les profils de contrainte varient avec le temps, de la même manière pour les trois $T_{\max}$. Les niveaux de contraintes quant à eux diffèrent notamment dans la partie proche du congé du disque où les contraintes de traction sont d'autant plus sévères que $T_{\max}$ est plus grande. Les pics de contrainte en compression restant comparables, mais atteints dans des profondeurs et à des moments de cycle différents.

Dans la zone du congé, la diminution de la contrainte vers la surface pour les températures les plus élevées est liée au dépassement de la limite élastique du matériau (cf. §V.2.2.2.2). L'écart de contrainte en traction est beaucoup plus important que celui en compression, entraînant ainsi l'augmentation des amplitudes de contraintes avec l'élévation de $T_{\max}$.

Lors du chauffage, les profils de contrainte de tension, sur une profondeur de 2 à 3 mm de l'extrémité, passent très rapidement en compression. À la fin de cette période et suite à la conduction de chaleur vers le centre, des contraintes négatives, moins importantes, sont générées dans la partie la plus profonde (jusqu'à 4 mm). C'est à moins de 1,5 mm de la surface que les contraintes de tension et de compression sont les plus élevées (elles sont enregistrées respectivement en fin de chauffage et de refroidissement). Dans les zones les plus profondes du disque, les valeurs maximales des contraintes négatives sont atteintes en temps différé par rapport au moment où $T_{\max}$ est atteint en surface (pendant le début de la phase de refroidissement).

La partie du disque la plus sollicitée s'étend jusqu'à 4,5 mm de profondeur ($a = 15-r$) où agissent des contraintes dont l'amplitude maximale est de l'ordre de 200 MPa pour des températures variant entre environ 80 et 200° C (cf. Figure V.22). On peut distinguer, selon le signe du rapport de charge (R^1) :

- ✓ Une partie proche du congé du disque sollicitée en **traction-compression** avec un rapport de charge R compris entre -1 et $-\infty$,
- ✓ Une partie interne chargée en **compression-compression** pour un R de l'ordre de 5.

Pour les profondeurs singulières où les contraintes de traction s'annulent et changent de signe (transition vers la compression), les valeurs de R tendent vers l'infini. La profondeur de la première partie est plus grande pour les températures les plus élevées, au détriment de celle de la seconde.

¹ : Le rapport de charge $R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max}$ soit, $R = K_{\min}/K_{\max}$

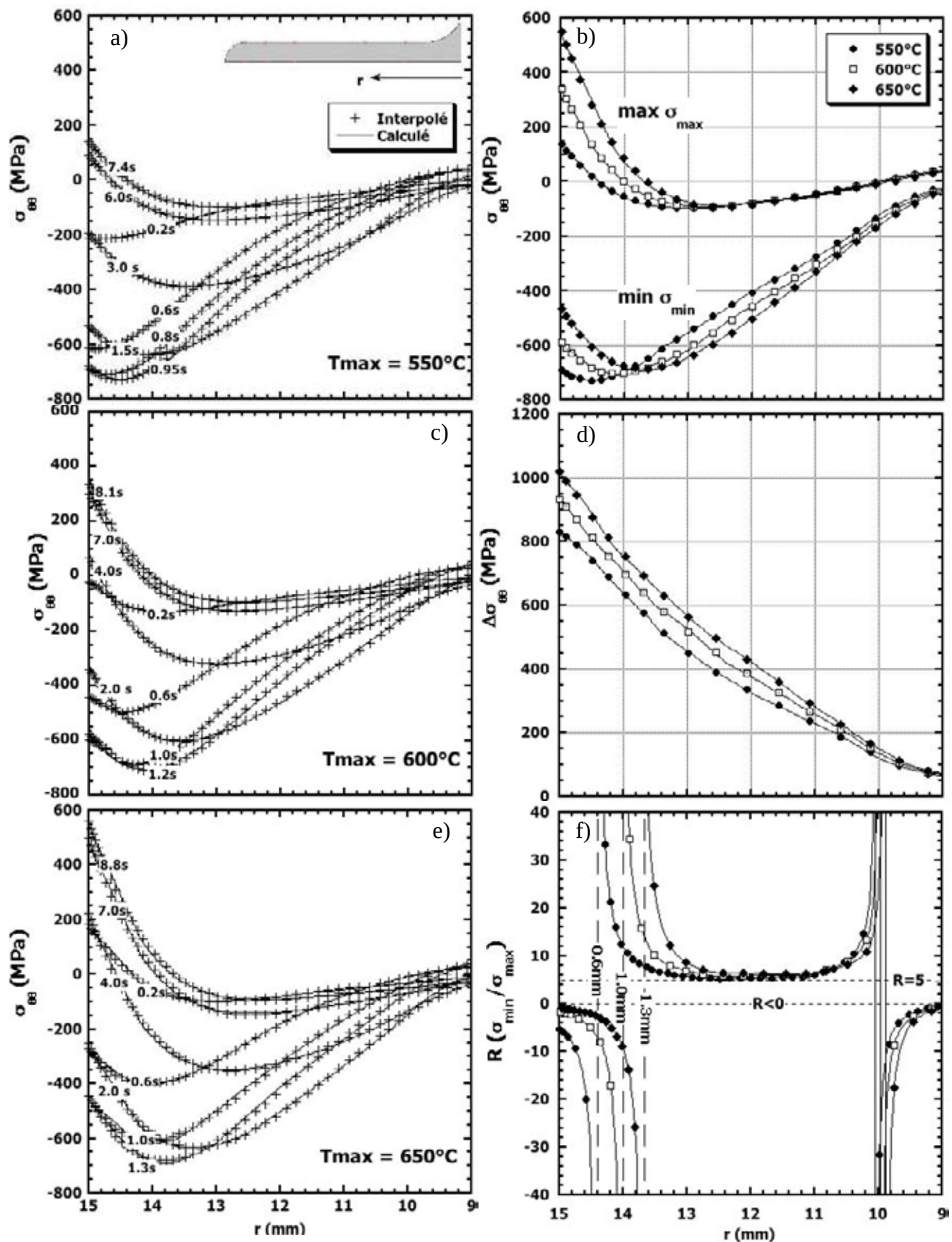


Figure V.22 : Évolution des profils des contraintes et du rapport de charge, et corrélation avec les courbes de lissage obtenues par interpolation polynomiale (profondeur de fissure $a = 15-r$) :

a), c) et e) Évolution des profils de contrainte à différents temps, d) Profils de maxima et de minima des contraintes, e) Amplitudes de contraintes et f) Rapport de charge « R »

V.3.3.2. Analyse de l'évolution des profils du FIC

Les résultats du FIC obtenus par la méthode dite simplifiée (cf. Figure V.23) seront présentés en premier lieu. Dans les mêmes figures sont tracés les profils des valeurs maximales de la contrainte ainsi que son amplitude, et celles de la température.

Comme le FIC est exprimé par le produit de la contrainte (ou amplitude de contrainte) et de la racine carrée de la profondeur de la fissure, sa variation n'est pas proportionnelle à ses deux variables. En général, les valeurs de FIC sont nulles en surface et augmentent très rapidement au départ pour rechuter en profondeur. En effet, les niveaux de contraintes sont plus importants en surface, mais la longueur faible de la fissure à ce stade conduit à de faibles valeurs de FIC. En propageant vers la profondeur, la taille de la fissuration augmente avec une chute non significative de la contrainte, entraînant ainsi l'élévation de FIC. Toutefois, les composantes de FIC ($K_{\max}$, $K_{\min}$ ou ΔK) évoluent de manière distincte, bien que les deux dernières présentent une progression symétrique (signe opposé).

Comme le présente la Figure V.23.a, le profil des contraintes de traction maximales diminue très rapidement dans le premier millimètre et passe en compression avec de faibles niveaux de contrainte, pour revenir en traction pour les grandes profondeurs.

Dans la plage des profondeurs explorées, les valeurs de $K_{\max}$ sont positives uniquement dans le premier millimètre, atteignant leurs maxima à 0,15, 0,25 et 0,3 mm respectivement pour $T_{\max} = 550, 600$ et 650 °C. En revanche, le profil des maxima des contraintes de compression demeure toujours aussi important dans la zone en question. De ce fait, la différence $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$ est plus sensible à la variation de $K_{\min}$ dont la valeur est la plus prépondérante par rapport à celle de $K_{\max}$.

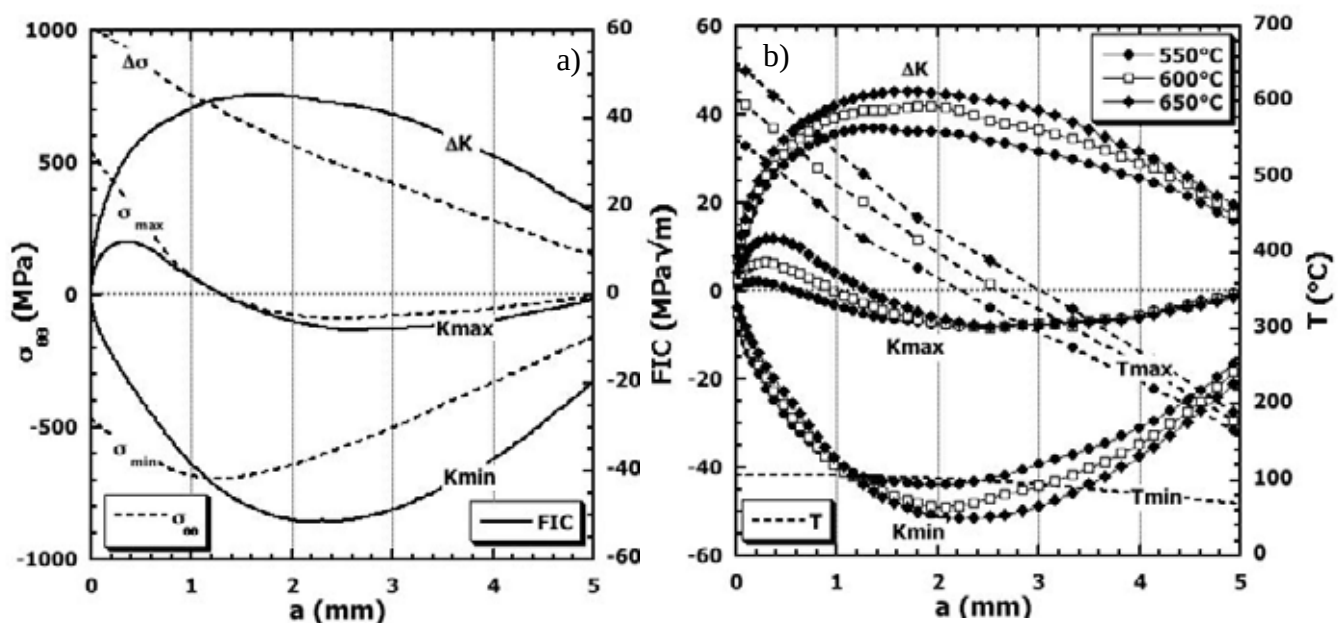


Figure V.23 : Profils de FIC calculés par méthode simplifiée.
Les lignes discontinues représentent resp. (a) la contrainte (650 °C) et (b) la température

Une analyse comparative entre les différentes méthodes de calcul de FIC est effectuée pour $T_{\max} = 650\text{ °C}$. Dans la Figure V.24 sont illustrés les résultats issus des différents méthodes de calculs. Les profils obtenus par les méthodes Stallybrass, Tret'yachenko, Bueckner et Mowbray suivent une allure analogue à celle de la méthode simplifiée. On note alors une montée dans la partie proche du congé, à laquelle fait suite une décroissance des différentes FICs (valeurs absolues de $K_{\min}$, $K_{\max}$ et ΔK) vers la profondeur. Les gradients sont néanmoins très différents. Des variations plus accentuées distinguent la méthode simplifiée par rapport aux autres cas présentant des évolutions beaucoup plus comparables entre elles, bien que les valeurs données par la méthode Mowbray soient presque doublées par rapport aux trois autres méthodes. Les valeurs de $K_{\max}$ calculées par ces dernières (Stallybrass, Tret'yachenko et Bueckner), s'annulent pour des fissures plus longues par rapport à la méthode Simp..

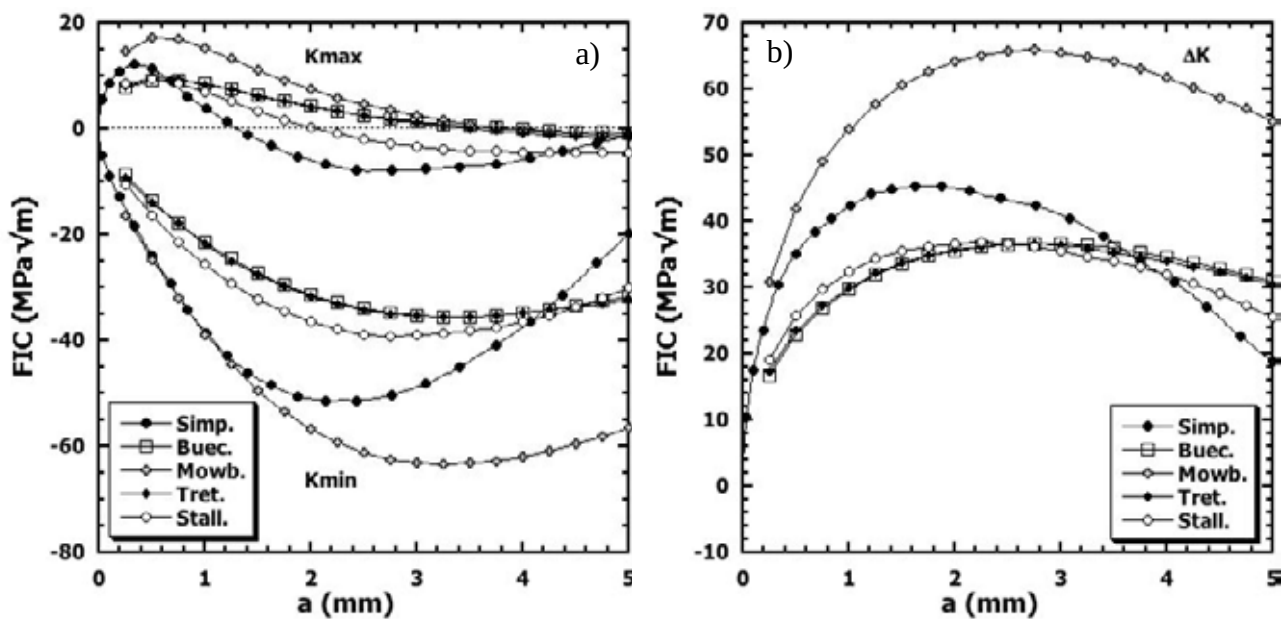


Figure V.24 : Profils de FIC calculés par les différentes méthodes pour $T_{\max} = 650\text{ °C}$:
a) profils des $K_{\max}$ et $K_{\min}$, b) profils des ΔK

V.3.3.3. Corrélation entre les profils des FICs et les vitesses de propagation de fissures

On a recours aux données déterminées par l'expérience (cf. Chapitre IV) pour valider les méthodes de calcul de FIC optimales, qui seront utilisées dans la détermination de la loi de propagation de fissure. Dans notre démarche, la propagation de fissure est supposée régie par l'amplitude du FIC ($\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$). Comme les valeurs de $K_{\min}$ sont négatives, on peut considérer deux hypothèses :

- ✓ La propagation est contrôlée par $K_{\max}$ avec $K_{\min} = 0$ ($\Delta K = K_{\max}$). On suppose dans ce cas que la propagation se fait uniquement lorsque la fissure est ouverte en négligeant l'effet des contraintes de la compression,
- ✓ La propagation est contrôlée par $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$ ($K_{\min} \neq 0$), en tenant compte des contraintes de la compression.

Sur la Figure V.25 sont reportées les évolutions en profondeur des vitesses des fissures principales ($\Delta a/\Delta N$) obtenues à $T_{\max} = 650^\circ\text{C}$, et les deux types de profils de FIC (ΔK et $K_{\max}$) déterminés par les différentes méthodes. La méthode Simp. montre ses limites quant à l'utilisation du premier critère de propagation ($\Delta K = K_{\max}$). En effet, le profil de $K_{\max}$ s'annule très rapidement en profondeur (fissures d'environ 1 à 2 mm de profondeur) alors que les vitesses de fissuration voisinent leurs maximales à ces profondeurs. Les profils de $K_{\max}$ déterminées par les autres méthodes évoluent selon la même allure mais avec des maxima un peu décalés et qui tendent à s'annuler pour des fissures relativement plues profondes (entre 2 à 3-4 mm) par rapport au cas de la méthode Simp.. Comme on peut le constater, les maxima des vitesses de propagation de fissures ne coïncident pas avec les maxima de $K_{\max}$.

En ce qui concerne la corrélation avec $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$ ($K_{\min} \neq 0$), on constate qu'à partir de 1,5 mm de profondeur de fissures, ΔK varie très peu, alors que les vitesses de fissuration diminuent considérablement au-delà de cette longueur.

Pour des fissures allant jusqu'à 3 mm de profondeur, les méthodes de calcul de FIC se démarquent lorsqu'on considère le premier critère de FIC ($K_{\max}$). Seule la méthode Mowbray est retenue, à présent, car elle permet d'obtenir des valeurs de FIC relativement importantes, en particulier pour l'essai à $T_{\max} = 600^\circ\text{C}$. Pour ce niveau de température, les autres méthodes donnent de très faibles valeurs de $K_{\max}$.

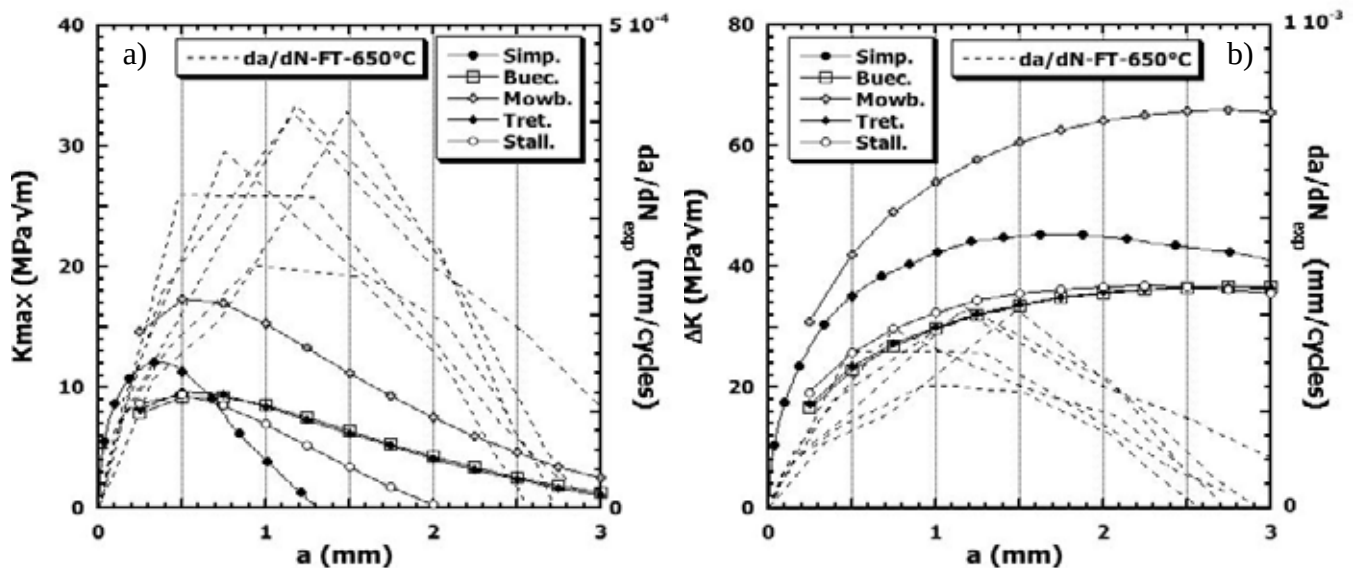


Figure V.25 : Comparaison en fonction de la profondeur (suivant « -rr ») entre les profils de FIC calculés et les cinétiques des fissures déterminées expérimentalement pour $T_{\max} = 650^\circ\text{C}$: a) $K_{\max}$, b) ΔK

V.3.3.4. Corrélation avec l'ouverture de fissures mesurée à froid

Certains auteurs utilisent les lois de la fissuration isotherme pour valider leur calcul de FIC en les comparant aux lois de la propagation établies en FT. Nous avons utilisé le concept basé sur l'ouverture de fissure mesuré à froid (arrière de fissure) pour évaluer les FICs calculés. En effet, en condition isotherme, le FIC et l'ouverture de fissure peuvent être reliés selon les Équations V.30 et V.31, correspondant respectivement au chargement monotone et cyclique [11, 19, 21, 26] :

$$\delta_I \approx \alpha \frac{K_{I_{max}}^2}{\sigma_y E} \quad (V.30)$$

$$\Delta \delta_I \approx \alpha \frac{\Delta K_I^2}{\sigma_y E} \quad (V.31)$$

où δ est l'ouverture de la fissure correspondant à $K_{I_{max}}$, $\Delta \delta_I$ est la variation de l'ouverture de la fissure correspondant à ΔK_I , σ_y et E sont respectivement la limite élastique et le module d'élasticité du matériau et α est une constante (généralement égale à 1).

Sur la Figure V.26, sont représentées les évolutions en profondeur de l'ouverture de fissure, mesurée à froid (à l'arrêt de l'essai) pour toutes conditions d'essai confondues, et celle déterminée par l'Équation V.31 en utilisant les profils de FIC données par la méthode Mowbray. L'équation V.31 est utilisée pour l'état de contraintes planes. Dans notre cas, le paramètre $\alpha = \sqrt{2}$ [11], $E = 200$ GPa et $R_0 = 700$ MPa, correspondant aux propriétés thermomécaniques de l'acier à T_{min} du cycle (100 °C) pour les cycles à $T_{max} = 600$ et 650 °C.

On remarque que les courbes représentant l'ouverture de fissure mesurée et calculée via les profils de FIC sont comparables pour des profondeurs de fissures allant jusqu'à 2,5 mm environ. Au-delà de cette longueur, les ouvertures calculées présentent des valeurs quasi asymptotiques en suivant l'évolution des FICs calculés. On peut penser donc que le critère de l'ouverture de fissure (Crack Tip Opening Displacement « CTOD ») peut constituer, dans certaines conditions (profondeur), une approche expérimentale permettant de déduire les profils de FIC.

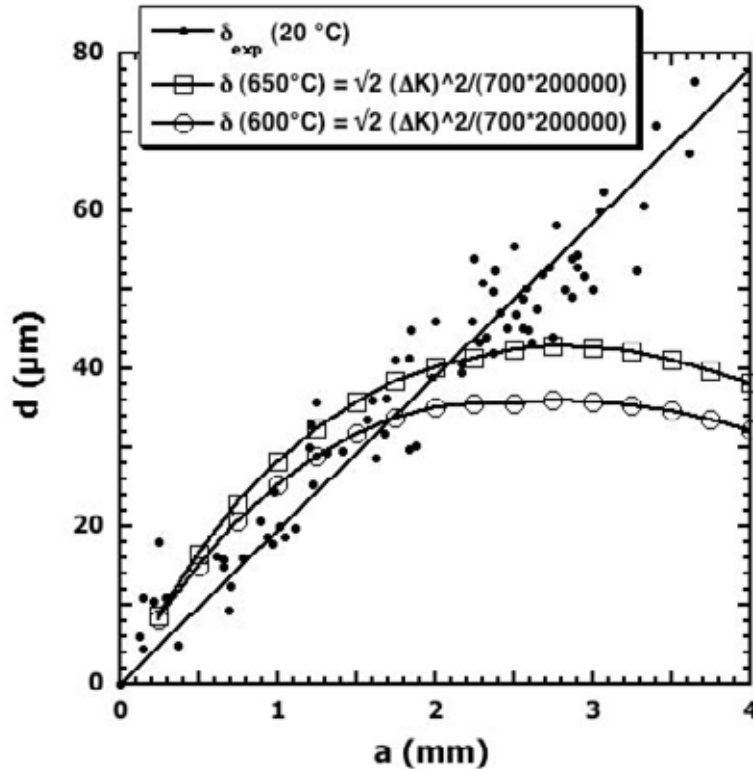


Figure V.26 : Corrélation entre l'ouverture des fissures mesurée à froid pour toutes conditions d'essai confondues, et l'ouverture de fissure calculée sur la base du critère (CTOD) (expressions données en légende, ΔK calculé par la méthode Mowbray)

V.3.3.5. Analyse paramétrique du FIC déterminé par la méthode Mowbray

L'analyse des effets de la température maximale et de la largeur de l'éprouvette, finie ou infinie, sur l'évolution du FIC est effectuée pour le cas de la méthode Mowbray.

V.3.3.5.1. Effet de la température maximale

La Figure V.27 illustre les évolutions de FIC pour les différentes $T_{\max}$ étudiées. Conformément aux profils des contraintes de traction, le profil de $K_{\max}$ se déplace vers le domaine de valeurs négatives pour des fissures plus courtes lorsque $T_{\max}$ diminue. À $T_{\max} = 550\text{ °C}$, le seuil maximal des FICs ($\max K$) est presque nul dans le congé (à environ 0,5 mm de profondeur), et est négatif dans la majeure partie du disque. Les valeurs de $K_{\min}$ sont cependant plus importantes à $T_{\max} = 550\text{ °C}$ jusqu'à une profondeur d'environ 2,0 mm. Au-delà de cette profondeur, les profils de $K_{\min}$ pour $T_{\max} = 600$ et 650 °C se rejoignent. Quelle que soit $T_{\max}$, ΔK présente la même allure en fonction de la longueur de fissure, mais avec des amplitudes qui croissent lorsque $T_{\max}$ augmente. L'écart maximal entre les ΔK pour $T_{\max} = 550$ et 650 °C est environ 20 % pour des fissures d'environ 2,5 mm de profondeur. Cet écart reste cependant inférieur à 10 % pour les $T_{\max} = 600$ et 650 °C .

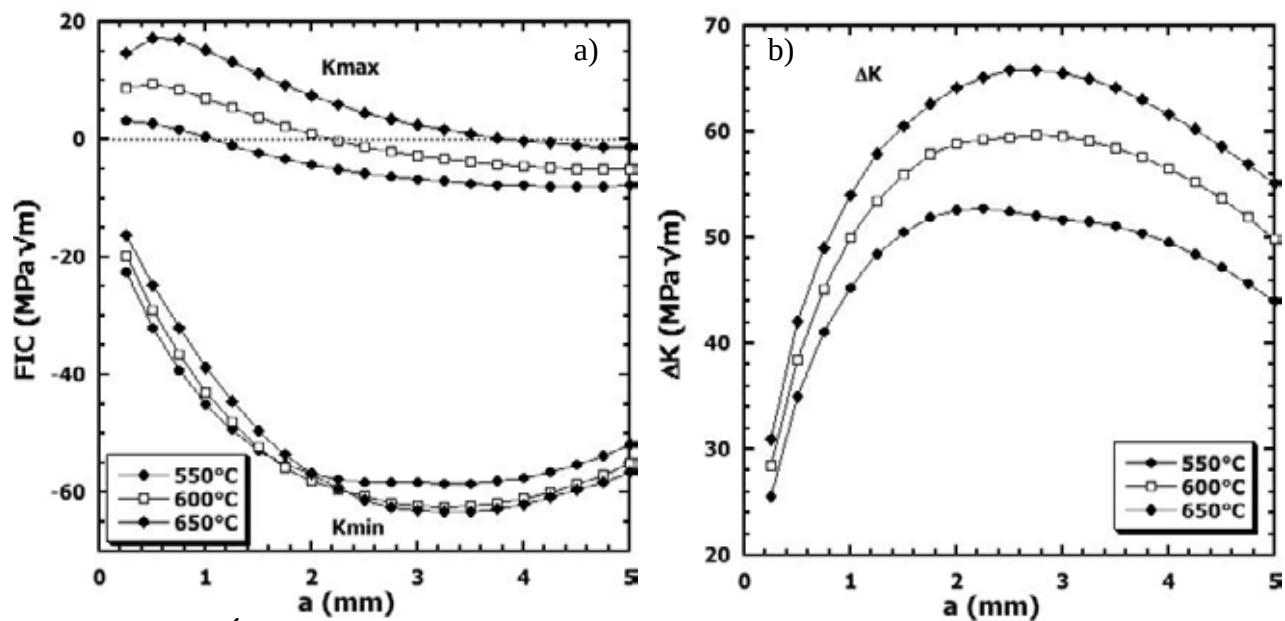


Figure V.27 : Évolution des profils de FIC calculés par la méthode Mowbray pour les différentes $T_{\max}$
a) $K_{\max}$ et $K_{\min}$ (valeurs seuils durant le cycle), b) $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$

L'évolution temporelle des profils de FIC calculés à $T_{\max} = 650\text{ °C}$ au cours d'un cycle de FT est représentée en Figure V.28. Les profils de FIC diminuent pendant le chauffage, changent de signe après 0,3 s, et augmentent pendant le refroidissement. Le $K_{\max}$ s'accroît dans le congé et atteint sa valeur maximale à 0,5 mm de profondeur, puis décroît en profondeur et s'annule à environ 4 mm de la surface. Les maxima de FICs sont obtenus en fin de cycle, quelle que soit la profondeur ($\max(K) = K(8,8\text{ s})$). Les minima de $K_{\min}$ sont enregistrés en fin de chauffage ou en début de refroidissement (temps nuancés) selon la profondeur de la fissure. Le seuil minimal est atteint en début de refroidissement à une profondeur de l'ordre de 3 mm.

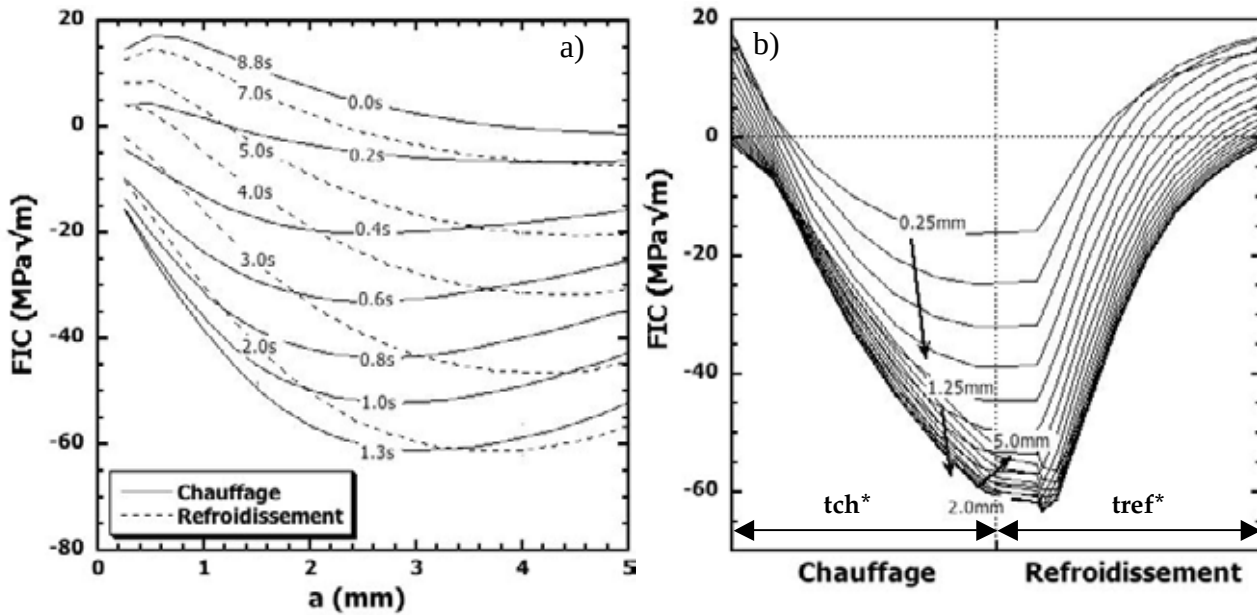


Figure V.28 : Évolution des profils de FIC (par Mowbray) au cours du cycle à $T_{\max} = 650\text{ °C}$ ($tch^* = tch/tch$ et $tre^* = tref/terf$ sont respectivement les temps de chauffage et de refroidissement normalisés)

V.3.3.5.2. Effet de la dimension géométrique

La limitation de la dimension de l'éprouvette peut être prise en compte par la fonction de poids en utilisant la forme intégrale de la fonction de pondération (m) donnée par Bueckner pour une plaque finie. Dans les cas précédents, le FIC a été calculé en considérant un disque semi-infini pour des rapports a/W inférieur à 0,5 (a étant la profondeur de fissure et W est la largeur de l'éprouvette).

Dans les cas suivants, l'éprouvette considérée de dimensions finies est soit en forme de disque plein de largeur égale au rayon externe de l'éprouvette, c'est-à-dire $W = 15\text{ mm}$, soit un disque creux (éprouvette tubulaire) de largeur égale à la différence entre le rayon externe et interne de l'éprouvette, soit $W = 10\text{ mm}$. Les résultats des calculs sont présentés dans la Figure V.29.

On remarque que les résultats se distinguent à partir d'une profondeur de fissure de l'ordre de 1 mm. Quand « a » est petit par rapport à W , le quotient (a/W) est très faible, notamment lorsqu'il est élevé en puissance. Ainsi, la fonction intégrale de pondération (m) donnée par l'Équation V.24 tend vers le cas d'une plaque semi-infinie. Au fur et à mesure que la fissure progresse, le quotient (a/W) s'élève ce qui fait croître la valeur de (m) et donc celle du FIC. L'augmentation de (a/W) est accompagnée d'une réduction de la section du ligament restant dans le plan de la fissure entraînant ainsi l'élévation du FIC.

Dans le cas des éprouvettes « SR1 », le centre des disques peut être considéré comme encastré par les épaulements de l'éprouvette utilisés pour la fixation. Ces parties devaient influencer également la propagation de fissures lorsque ces dernières étaient proches de l'épaulement. Cet effet est moindre pour les fissures « courtes » évoluant dans le disque.

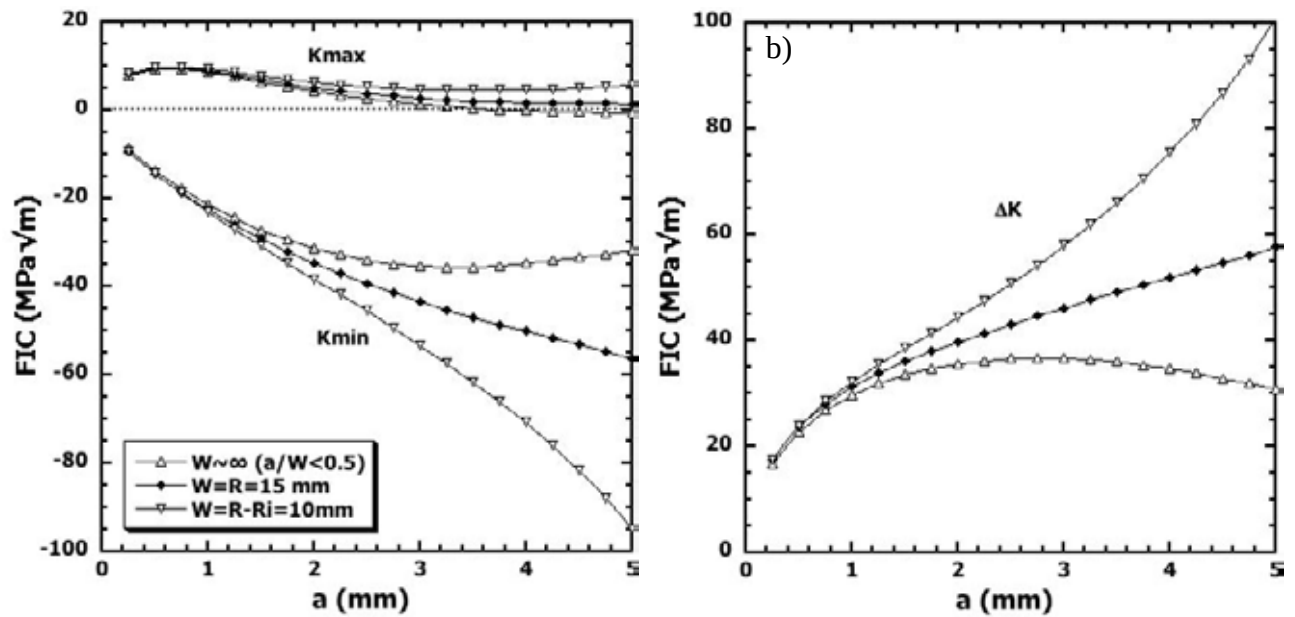


Figure V.29 : Profils de FIC calculés par la méthode Mowbray en considérant les facteurs de géométrie en dimension finie et semi-infinie : a) K_{max} b) ΔK

V.3.4. Loïs de propagation de fissures de FT - Résultats et discussions

La loi de propagation de fissure est déterminée à partir d'un diagramme bi-logarithmique sur lequel sont représentées les vitesses de fissuration macroscopique mesurées expérimentalement (en coordonnée) en fonction des valeurs de FIC (en abscisse) déterminées pour les profondeurs correspondantes. Nous reportons sur le même diagramme (cf. Figure V.30) les lois de propagation de fissure de l'acier en l'acier X38CrMoV5 obtenues en FI, LCF isotherme, FTM et FT. En FT, les courbes de propagation des fissures sont établies sur nos éprouvettes disques « SR1 » et les éprouvettes cylindriques « CFT » (40 mm de longueur) [8]. T_{min} est fixée à 100 °C pour tous ces essais de FT. Les essais de FT réalisés par Medjedoub et al. ont été menés à différentes T_{max} (de 600 à 685 °C) et à différentes vitesses de chauffage, en utilisant des éprouvettes cylindriques « CFT » dont l'état de contraintes et de fissuration est multiaxial [8]. Medjedoub et al. ont simplifié l'étude de la propagation de fissure en traitant une fissure équivalente dont la longueur est déterminée par la projection sur l'axe longitudinal du cylindre des fissures. Les auteurs ont utilisé par ailleurs la méthode simplifiée dans le calcul de FIC. Les courbes de fissuration isotherme, FI à 20 et 600 °C considérées comme références, sont déterminées dans le cadre des travaux de thèse de Shah en cours actuellement à l'EMAC [27]. Les courbes de propagation de fissure à 200 °C et 500 °C sont extraites de la référence [15]. Les courbes de propagation en LCF isotherme sont extraites des travaux de Daffos [17]. Elles ont été déterminées sur acier vierge et nitruré au moyen d'éprouvettes massives cylindriques. Les courbes en FTM sont extraites des travaux d'Oudin [16] sur un acier vierge. Ces courbes sont réalisées avec des éprouvettes tubulaires d'un millimètre d'épaisseur. Les courbes de propagation de fissure en LCF isotherme et FTM ont été déterminées à partir des stries de fatigue.

Les courbes de propagation des fissures en fonction de $\Delta K = K_{\max}$ (premier cas de calcul de FIC avec $K_{\min} = 0$) et ΔK (deuxième cas de calcul de FIC avec $K_{\min} \neq 0$) sont illustrées respectivement sur les Figure V.30.a et b. On constate que, dans les deux cas ($K_{\max}$ et ΔK), les fissures « courtes » (inférieures à 2 mm), qui subissent des variations thermiques importantes, et les fissures « longues », qui évoluent dans des régions plus froides, ne suivent pas une seule loi de propagation. On remarque par ailleurs que les deux critères de FIC rationalisent la propagation de fissure en FT quand les fissures sont « courtes », pour les différentes conditions de sollicitation ($T_{\max}$ et atmosphères).

En considérant le premier critère de propagation ($\Delta K = K_{\max}$), la courbe de propagation des fissures courtes est proche à celle de la loi de FI isotherme à 600 °C (cf. Figure V.30.a et b). Or, lorsque la fissure est « longue », la vitesse de fissuration est, selon ce critère, bien supérieure à la vitesse de propagation de fissure isotherme (à chaud ou à froid). Les mesures d'ouverture de fissure à froid montrent en effet que les fissures « longues » restent plus ouvertes que les fissures en FI.

Pour le deuxième cas ($K_{\min} \neq 0$), la propagation de fissure est proche de celle de FI à basse température (à 20 °C dans le cas présent, étant donné l'absence de courbe de propagation de fissure à 100 ou 200 °C). La propagation des fissures « longue » est décrite selon ce critère par une droite verticale ($\Delta a/\Delta N$ vs ΔK) pour des ΔK élevés (cf. Figure V.30.b). Cette forme d'évolution résulte du fait que les vitesses des fissures s'atténuent en profondeur, alors que les valeurs de ΔK calculés demeurent quasi constantes. Elle ressemblait à une sorte de seuil d'arrêt de progression de fissure en fatigue thermique. Cette courbe montre qu'en effet l'utilisation de ΔK devient problématique pour les fissures « longues ». Cette anomalie était prévisible, comme cela a été déjà mentionné au § V.4.3.3.3, où l'évolution des ΔK ne correspondait pas à celle de la vitesse macroscopique à partir d'une profondeur de 1,5 mm (cf. Figure V.25.b). Par ailleurs, les valeurs de l'ouverture de fissure déterminées sur la base du critère (CTOD) à partir des profils de ΔK (Mowbray) se décalent par rapport aux données expérimentales à partir d'une profondeur de fissure de 2 mm (cf. Figure V.26).

Que l'on retienne le premier ou le deuxième critère de FIC, résultats permettent dans les deux cas de rationaliser la propagation de fissure en FT quand les fissures sont courtes pour différentes conditions de sollicitation ($T_{\max}$ et atmosphères).

Dans la démarche entreprise pour la modélisation de la propagation de fissure, la détermination des vitesses de propagation (macroscopique) et des profils de FIC nécessite davantage de précision, notamment dans le congé et dans les zones très profondes (faibles vitesses de propagation).

Les vitesses de propagation déterminées à partir de quelques points sur la courbe de propagation (1 point/2500 cycles), ne sont pas représentatives des vitesses ponctuelles et présentent ainsi des erreurs qui affectent les lois de propagation. Les méthodes de suivi de fissuration en continu comme celles utilisant la variation de la résistance électrique, ou des essais de fréquences d'arrêts plus élevées (interruption), pourraient être des voies à explorer.

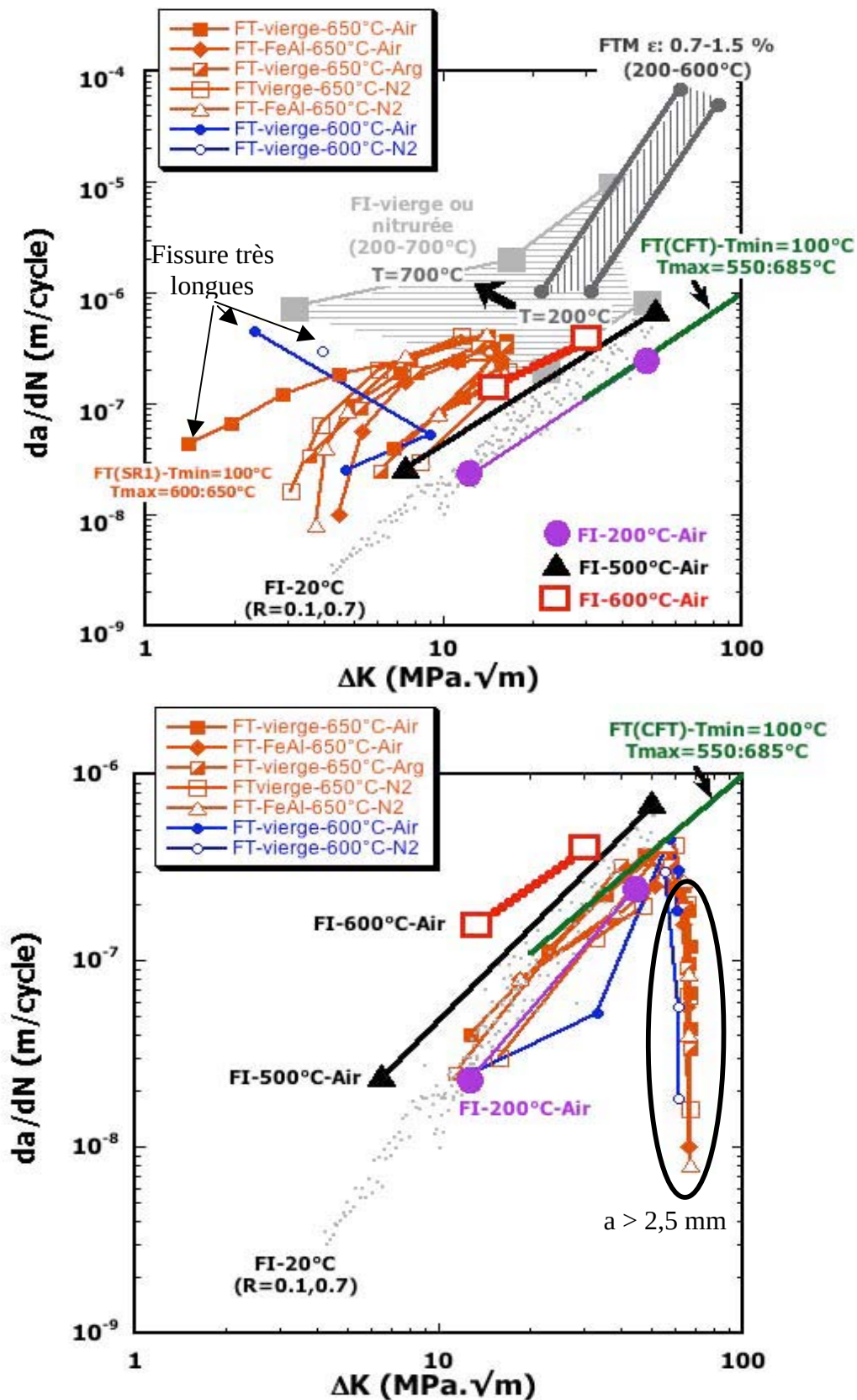


Figure V.30 : Courbes de propagation de fissure pour l'X38CrMoV5 47 HRC en FT (T_{min} = 100 °C, travaux sur éprouvettes disques « SR1 » avec T_{max} = 600 et 650 °C, et sur éprouvettes cylindriques longues « CFT » avec T_{max} = 600 – 685 °C [8]), en FI isotherme (à 20 °C et 600 °C [27], 200 °C et 500 °C [15]), en LCF isotherme (200 °C à 700 °C) [17] et en FTM (200-600 °C) [16] :

a) $\Delta K = K_{\max}$ ($K_{\min} = 0$) et b) $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$ ($K_{\min} \neq 0$)

D'autre part, l'insuffisance des facteurs correctifs utilisés dans la détermination des profils du FIC qui négligent les effets de la multi-fissuration ou de la redistribution des contraintes dans une structure fissurée, et aussi ceux qui sont liés à la fermeture des fissures, peut influencer les lois de propagation recherchées (cf. Figure V.31).

Comme le montrent les courbes de propagation (cf. Chapitre IV), la croissance d'autres fissures macroscopiques dans la structure induit la décélération de la fissure principale. La redistribution des champs de contraintes en tête de fissure est par conséquent perturbée (diminuée) par la multi-fissuration. L'effet de cette dernière peut être pris en compte dans le calcul de FIC en utilisant le Facteur de Relaxation de Contrainte (FRC) ou « load relief factor », dont le concept est introduit par Neuber [28]. Dias montre que l'application de ce concept dans le cas d'une géométrie cylindrique sollicitée en FT conduit à une augmentation du FIC déterminé pour trois fissures au lieu d'une.

De plus, en toute rigueur, le paramètre « ΔK » devrait être remplacé par l'amplitude effective du FIC, « ΔK_{eff} », afin d'éliminer les effets liés à la fermeture de fissures, étant donné que la fissure peut rester partiellement ouverte à cause de la rugosité, de la plasticité en tête de fissure ou de la présence des produits d'interaction empêchant sa fermeture. La fermeture de fissure avant même que le chargement de fermeture soit atteint induit l'élévation de la valeur de « K_{min} », qui devient « K_{fer} » (fermeture), et réduit par conséquent l'amplitude du FIC « ΔK ». Le facteur « ΔK_{eff} » est donné par l'Équation IV.32 [29].

$$\text{si } K_{\text{fer}} > K_{\text{min}} : \Delta K_{\text{eff}} = K_{\text{max}} - K_{\text{fer}} < \Delta K, \text{ si non } (K_{\text{fer}} \leq K_{\text{min}}) : \Delta K_{\text{eff}} = \Delta K \quad (\text{IV.32})$$

Selon Petit, l'usage du « ΔK_{eff} » est nécessaire pour révéler le comportement intrinsèque en fissuration [30]. L'auteur met en évidence, à partir de différents aciers et alliages légers (à base de fer, de titane et d'aluminium), un changement du comportement en fissuration au-dessous d'une vitesse de propagation critique de l'ordre de 10^{-8} m/cycle. Il montre également que l'effet de l'environnement est relativement important dans le domaine des vitesses inférieures à cette valeur critique (près du seuil de fissuration). Ce domaine de faibles vitesses de propagation correspond dans notre cas aux fissures évoluant dans le congé et à de très grandes profondeurs. Comme l'oxydation est thermiquement activée, cet effet ne concerne que les fissures très courtes dont les vitesses n'ont pu, hélas, être mieux caractérisées. Cependant, l'analyse métallographique montrant que les fissures oxydées (sous air) sont plus ouvertes laisse penser que ces dernières peuvent se propager plus rapidement.

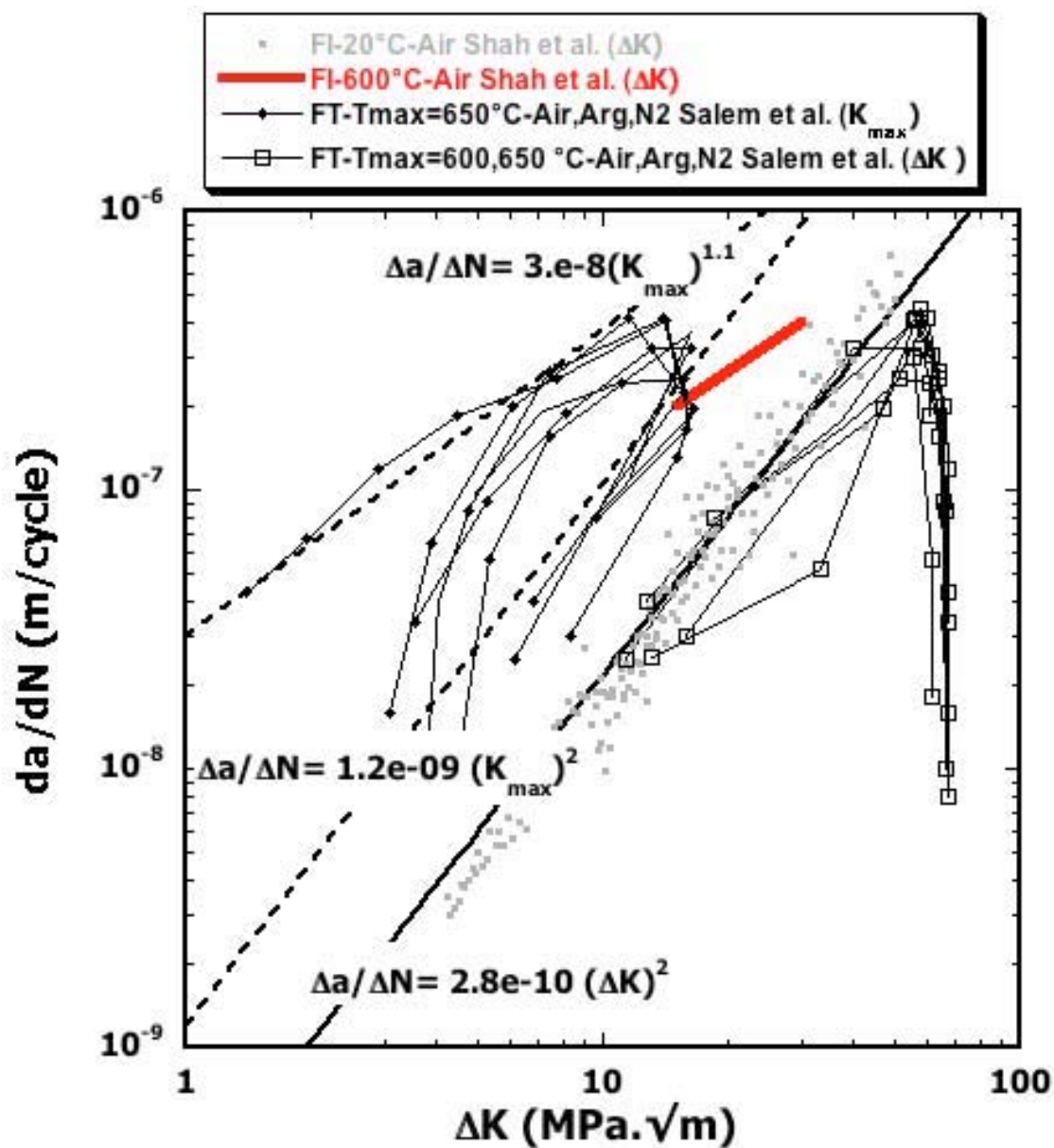


Figure V.31 : Comparaison entre les lois de propagation de FT établies par les deux critères, et les lois isothermes à 20 et 600 °C [27]

V.4. Conclusion

Les champs de Températures, de Contraintes et de Déformations en fonction du temps (TCDt) ont été déterminés dans le cas de l'éprouvette « SR1 » pour les différentes conditions thermiques étudiées. Les cartes thermiques ainsi que les évolutions des flux thermiques relevés expérimentalement ont été utilisées pour la validation du calcul thermique. Deux modèles de comportement élasto-plastique et élasto-visco-plastique ont été utilisés dans le calcul thermomécanique. En raison du temps de calcul, la simulation numérique a été cependant limitée à quelques dizaines de cycles.

Il s'avère que, indépendamment de la loi de comportement utilisée ainsi que des conditions de température, la surface externe de l'éprouvette demeure toujours en déformation de compression alors que le cycle de contrainte est en phase de compression-traction (chauffage-refroidissement). Les contraintes de compression pour les trois températures maximales sont comparables, mais celles de traction, générées en fin du refroidissement, sont d'autant plus importantes que la température maximale du cycle est plus élevée. Cet écart est dû à la déformation plastique cumulée lors du premier chauffage et restituée lors du refroidissement.

Les résultats des calculs mécaniques montrent que la variation de la contrainte ($\Delta\sigma$) entre $\sigma_{\max}$ (à $T_{\min}$) et $\sigma_{\min}$ (à $T_{\max}$) est comparable selon les deux lois de comportement. En revanche, les deux modèles se distinguent par la déformation plastique cyclique et la contrainte correspondante lors du premier chauffage. En tenant compte des effets de vitesse (viscosité), le modèle EVP permet un calcul plus réaliste où la plasticité et la contrainte sont moindres par rapport à ce que donne le modèle EP. Par ailleurs, la prise en considération de l'adoucissement cyclique provenant de l'évolution microstructurale de l'acier se traduit par une augmentation de la contrainte moyenne donnée par le modèle EVP, alors que dans le modèle EP les contraintes seuils ($\sigma_{\max}$ et $\sigma_{\min}$) et donc la contrainte moyenne restent inchangées au cours de plusieurs cycles. Si les critères de durée de vie et/ou de propagation des fissures sont basés sur l'amplitude de contrainte, alors les deux lois de comportement aboutissent aux mêmes conclusions dans nos conditions. Par contre, si ces critères utilisent d'autres composantes de la contrainte (maximale, minimale, ou moyenne) ou la déformation plastique, alors le choix de la loi de comportement peut influencer les résultats de la prédiction de durée de vie.

La détermination des profils du FIC (Facteur d'Intensité de Contrainte) a été effectuée par plusieurs méthodes qui utilisent différentes fonctions d'influence. La fonction de poids développée initialement par Bueckner apparaît mieux appropriée à notre problématique. Les valeurs de l'amplitude des FICs ainsi calculées concordent avec celles déterminées par la loi basée sur le critère « CTOD », en utilisant l'ouverture de fissures mesurées à froid, jusqu'à une profondeur de 2 à 2,5 mm. La modélisation de la propagation devient alors délicate bien que les lois établies semblent rationaliser la propagation des fissures courtes.

V.5. Références bibliographiques

1. Policella, H. et P. Lesne. *Crack initiation and propagation in thermal fatigue- Predictive modeling (Amorçage et propagation de fissures en fatigue thermique - Calculs de prévision)*. in Société Française de Métallurgie, Journées Internationales de Printemps sur la Fatigue à Haute Température, Paris, France, Juin 9-11, 1986. 1986.
2. Rezaï-Aria, F., *Fatigue thermique et fatigue isotherme d'un superalliage à base de cobalt: étude métallurgique de l'endommagement et modélisation*. Thèse de doctorat, Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay, 1986.
3. Persson, A., S. Hogmark, and J. Bergström, *Thermal fatigue cracking of surface engineered hot-work tool steels*. Surface & Coatings Technology, 2005. **191**(2-3): p. 216-227.
4. Orteu, J., et al., *An Innovative Method for 3-D Shape, Strain and Temperature Full-Field Measurement Using a Single Type of Camera: Principle and Preliminary Results*. Experimental Mechanics, 2008. **48**(2): p. 163-179.
5. Lamesle, P., et al. *Monitoring distortions of metallic parts during quenching*. in 5th International conference and european conference on heat treatment. 2007.
6. Ozisik, M., *Heat transfer: a basic approach*. 1985: McGraw-Hill Companies.
7. Dour, G., et al., *Normalized thermal stresses analysis to design a thermal fatigue experiment*. Journal of Thermal Stresses, 2004. **28**(1): p. 1-16.
8. Medjedoub, F., *Détermination des paramètres influant sur le phénomène d'endommagement par fatigue thermique des moules en fonderie sous pression d'aluminium*. Thèse de doctorat à École des Mines de Paris, 2004.
9. Barrau, O., *Etude du frottement et de l'usure d'acier à outils de travail à chaud*. Thèse Doctorat à l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 2004.
10. Velay, V., *Modélisation du comportement cyclique et de la durée de vie d'aciers à outils martensitiques*. Thèse Doctorat à l'École des Mines de Paris, 2003.
11. Lemaitre, J. and J. Chaboche, *Mécanique des Matériaux Solides*. 1985.
12. Ahmer, Z., et al., *Cyclic behaviour simulation of X38CrMoV5-47HRC (AISI H11)-tempered martensitic hot-work tool steel*. International Journal of Microstructure and Materials Properties, 2008. **3**(2): p. 326-335.
13. Zhang, Z., *Modélisation du comportement cyclique anisotherme d'un acier martensitique 55NiCrMoV7 avec prise en compte du vieillissement*. Thèse Doctorat à l'École des Mines d'Albi, 2002.
14. Malm, S. and L. Nortström, *Material-related model for thermal fatigue applied to tool steels in hot-work applications*. Metal Science, 1979: p. 544-550.
15. Delagnes, D., *Comportement et tenue en fatigue isotherme d'aciers à outils Z38CDV5 autour de la transition oligocyclique-endurance*. Thèse Doctorat à l'École des Mines de Paris, 1998.
16. Oudin, A., *Thermo-mechanical fatigue of hot-work tool steels*. Thèse de Doctorat à l'École des Mines de Paris, 2001.
17. Daffos, C., *Endommagement des outillages de forgeage traités par nitruration : étude et modélisation*. Thèse de Doctorat à Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 2004.
18. Mowbray, D., D. Woodford, and D. Brandt, *Thermal fatigue characterization of cast cobalt and nickel-base superalloys*. Fatigue at elevated temperatures, 1973: p. 1973.
19. Sih, G., *Handbook of stress-intensity factors: Stress-intensity factor solutions and formulas for reference*. Bethlehem, Pa., Lehigh University, 1973. 815 p, 1973.
20. Rooke, D., F. Baratta, and D. Cartwright, *Simple methods of determining stress intensity factors*. Engineering Fracture Mechanics, 1981. **14**(2): p. 397-426.
21. Broek, D., *The practical use of fracture mechanics*. Kluwer Academic, 1988.
22. Morao Dias, A., *Etude des mécanismes de fatigue thermique et modélisation du phénomène dans le cas de matériaux pour cylindres de laminaires à chaud*. Thèse de Doctorat à l'Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay, 1985.
23. Tret'yachenko, G., V. Barylo, and N. Solov'eva, *Thermal fatigue crack propagation in massive cylinders during their cyclic heating*. Strength of Materials, 1999. **31**(4): p. 380-388.
24. Burlet, H., et al., *Crack growth behaviour in a thermal fatigue test. Experiments and calculations*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 1989. **12**(2): p. 123-133.
25. Bueckner, H., *Field singularities and related integral representations*. Mechanics of fracture, 1973. **1**: p. 239-314.
26. Suresh, S., *Fatigue of materials*. 1998: Cambridge Univ Pr.
27. Shah, M., et al., *An investigation of the crack propagation in tool steel X38CrMoV5 (AISI H11) in SET specimens*. Revue de Métallurgie, 2009(3): p. 140-145.
28. Baratta, F., *Stress intensity factors for internal multiple cracks in thick-walled cylinders stressed by internal pressure using load relief factors*. Engineering Fracture Mechanics, 1978. **10**(4): p. 691-697.
29. Louat, N., et al., *A theoretical evaluation of crack closure*. Metallurgical and Materials Transactions A, 1993. **24**(10): p. 2225-2232.
30. Petit, J., *Influence de l'Environnement sur la Tenue en Fatigue des Métaux et Alliages Métalliques*. in Colloque National MECAMAT-Aussois. 2007.

Chapitre VI : Conclusion Générale et Perspectives

Chapitre VI : Conclusion Générale et Perspectives	231
VI.1. Conclusion Générale	232
VI.2. Perspectives	239
VI.2.1. Étude de l'Aluminisation et de l'oxydation	239
VI.2.2. Étude de la fatigue thermique	240

VI.1. Conclusion Générale

La Fonderie sous Pression d'Aluminium (FSPAl) est un procédé de moulage économique qui permet la fabrication en grande série de pièces de forme complexe avec une productivité très importante. La durée de vie des moules, dont le coût est particulièrement élevé, est un enjeu technique, industriel et scientifique. L'étude des mécanismes d'endommagement des moules est à cet effet une préoccupation majeure en vue d'optimiser leurs conditions de réalisation et d'utilisation. Les recherches scientifiques menées dans cette perspective ont principalement porté sur la fatigue thermique (FT), sur la corrosion par aluminisation ou par oxydation et sur l'érosion, mais beaucoup moins sur le couplage entre les deux premiers mécanismes. Nous essayons dans ce document d'apporter quelques éléments d'éclairage sur l'endommagement des aciers pour les moules de (FSPAl) provoqué par le couplage FT/environnement. L'objectif de ce travail porte également sur la caractérisation de l'interaction solide/liquide entre l'acier et l'aluminium en conditions isothermes.

Le contexte industriel et scientifique de l'étude ainsi que la problématique scientifique sont rappelés dans le chapitre d'introduction ([Chapitre I](#)). L'analyse thermique et mécanique ainsi que l'expertise sur des moules industriels endommagés montrent que ces derniers sont soumis à des sollicitations sévères et opèrent dans des conditions corrosives. L'endommagement des moules de FSPAl se fait alors par un couplage complexe et se manifeste par des phénomènes de lavage, d'étamage et de fissuration. Les moules se fissurent par un processus de fatigue oligocyclique anisotherme, où les contraintes thermomécaniques générées par des thermiques transitoires se conjuguent avec l'effet de l'environnement. L'effet de l'environnement se traduit soit par une aluminisation soit par une oxydation de l'acier, entraînant la formation d'une couche superficielle composée respectivement d'intermétalliques et d'oxydes de fer et de chrome. Bien que cet effet sur la fissuration par FT soit révélé par la plupart des travaux répertoriés, il n'est toutefois traité que de manière implicite. En effet, pour étudier la FT, les chercheurs ont généralement recours à des essais de FT sous milieux réactifs avec l'acier (immersion dans un bain d'aluminium ou de bains fluidisés, ou par flamme, induction sous air, etc.). De plus, les auteurs utilisent des conditions d'essais très différentes, aboutissant à des durées de vie très nuancées. Cela ne permet donc pas la comparaison entre les résultats respectifs afin de conclure de manière objective sur le rôle de l'environnement. Face à cette problématique, nous avons adopté une approche expérimentale visant à la fois le couplage et le découplage des mécanismes.

Les moyens et les protocoles expérimentaux ainsi que les techniques de caractérisation mis en œuvre dans cette étude sont décrits dans le deuxième chapitre ([Chapitre II](#)). Les matériaux de l'étude y sont également présentés, en particulier l'acier à outil pour travail à chaud X38CrMoV5. Deux installations expérimentales originales ont été conçues, permettant de simuler les mécanismes de la FT et de l'aluminisation. Un banc de FT sous atmosphère contrôlée a été développé pour conduire des essais de FT sur des éprouvettes axisymétriques de différentes géométries originales. Ces éprouvettes ont été élaborées sur la base de l'endommagement observé sur les bords libres des éprouvettes cylindriques traditionnelles (CFT), où l'état des sollicitations, et par conséquent de la fissuration, est

uniaxial. Ce mode de fissuration est représentatif de celui qui est observé au niveau des zones de concentration de contraintes dans le moule, qui constituent par ailleurs des sites préférentiels pour l'amorçage des macro-fissures. Ces géométries d'éprouvette ont été conçues spécifiquement pour étudier d'une part la propagation de fissures, faisant ainsi avancer la connaissance sur ce thème, et pour provoquer d'autre part d'éventuelles fissurations macroscopiques à environ 550 °C. L'analyse bibliographique a montré qu'en effet les essais de FT n'aboutissaient pas à une fissuration macroscopique dans l'acier de base en dessous de 550 °C. Or, selon des mesures in situ réalisées sur des parties planes de moules de FSPAl, ces derniers se fissurent alors qu'ils sont sollicités à des températures maximales n'excédant pas 550 °C. Bien sûr, en conditions industrielles, les flux de chaleur appliqués pendant le chauffage sont beaucoup plus importants que ceux obtenus à l'échelle du laboratoire. Toutefois, la distribution de la température sur la surface du moule, qui est plus importante à proximité des attaques (portes d'injection) et dans les congés, pourrait dépasser localement les niveaux indiqués par les mesures in-situ. L'endommagement est par ailleurs plus précoce dans ces régions du moule. Le choix des niveaux de température, qui est un dénominateur commun entre les différents modes d'endommagement, est primordial dans les plans d'expériences. Dans l'étude de la FT, nous avons exploré le domaine allant de 550 à 650 °C, en conservant la même vitesse de chauffage. La température minimale de la surface extrême de l'éprouvette a été fixée à 100 °C pour les différents cycles thermiques utilisés. Trois niveaux de température maximale ont été étudiés, soit 550 °C (seuil de non fissuration à l'échelle de laboratoire), 600 °C (température critique correspondant au deuxième revenu) et 650 °C (niveau maximal de température que peut atteindre la surface d'un moule de FSPAl). Une étude paramétrique de l'effet de l'environnement a été réalisée en fixant la géométrie d'éprouvette et le cycle thermique. L'approche expérimentale consistait à restituer séparément chaque mécanisme d'endommagement (la FT, l'aluminisation et l'oxydation) à l'aide d'essais découplés. L'effet de l'interaction sur l'endommagement nécessitait de réaliser des essais de FT complexes. Nous avons donc procédé à des essais de FT sous atmosphère inerte (pression partielle d'oxygène réduite, sous argon ou sous azote), permettant ainsi d'établir un endommagement propre à ce mécanisme. Les courbes de durée de vie ainsi obtenue seront désormais considérées comme référence. Des essais conduits sous l'air de laboratoire ont permis d'étudier le couplage avec l'oxydation. L'interaction entre la FT et l'aluminisation est pour sa part réalisée en testant des éprouvettes de FT préalablement aluminisées (recouvertes par une couche intermétallique dont les conditions de revêtement des éprouvettes ne détériorent pas les propriétés mécaniques de l'acier). La couche intermétallique, d'environ 5 µm d'épaisseur, est obtenue par dépôt CVD à l'aide d'un ciment pulvérulent constitué de chlorures d'aluminium volatiles « AlCl₃ ». Elle se compose principalement de la phase $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$ et, dans une moindre proportion de $\theta\text{-FeAl}_3$. Les expertises des moules industriels révèlent unanimement la présence de la phase $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$, bien que les mécanismes de sa formation en FSPAl soient très différents par rapport au dépôt CVD (solide/gaz). Le choix de cette méthode a donc été validé pour le revêtement des éprouvettes de FT.

Les essais de corrosion par immersion dans un bain d'aluminium fondu ont cependant montré leur avantage pour étudier plus spécifiquement l'aluminisation des moules de FSPAl. La

bibliographie propose de nombreuses contributions sur ce sujet, mais les conclusions sur la nature des phases intermétalliques, les mécanismes de formation, et les cinétiques de croissance de ces couches sont différentes d'une référence à l'autre. Nous avons donc mené des essais d'immersion d'une éprouvette parallélépipédique en acier dans un bain isotherme d'AlSi9Cu3 afin d'étudier l'interaction solide/liquide sous contrainte nulle. L'aluminisation est étudiée pour les températures-seuils de 600 °C et 700 °C, correspondant respectivement au domaine proche de la solidification eutectique et à la température maximale de la coulée en fonderie sous pression d'aluminium, et pour la température intermédiaire de 650 °C. Les durées d'immersion sont étalées entre 1 heure et 100 heures. Les résultats et l'analyse de ces essais de corrosion sont exposés dans le Chapitre III, qui est consacré à l'étude de l'aluminisation.

L'interaction entre l'aluminium et l'acier s'est révélée complexe et violente. Elle se traduit, dans le cas d'un contact direct entre les deux matériaux de base, par la formation d'une multicouche intermétallique polyphasée. Le contact est conditionné par l'état de surface et est régi par des réactions inter-faciales (adsorption, chimisorption, mouillabilité, etc.). L'oxydation joue un rôle de barrière chimique dans l'interaction et empêche l'aluminisation. La destruction mécanique ou électrochimique de l'oxyde conduit à une aluminisation par piquûre, qui se manifeste par des excroissances en forme de cônes intermétalliques.

Lors du contact, la température de l'acier est élevée par l'aluminium liquide, qui dissout une partie des atomes de fer. Dès lors, une couche limite se forme instantanément à l'interface, à travers laquelle diffusent les espèces chimiques. La couche limite s'enrichit d'atomes d'aluminium dont la diffusivité est supérieure à celle du fer. Lorsque l'équilibre thermodynamique est atteint, des composés intermétalliques germent et croissent très rapidement dans cette interface de réaction. Le nombre de couches formées varie en fonction de la température et du temps d'immersion. On dénombre :

- ✓ Une couche duplexe, composée de phases ternaires, qui se forme en premier et qui comprend une fine couche compacte (C1) du côté du fer, surmontée d'une couche poreuse « composite » (C2) ;
- ✓ Une couche compacte très dure (C3), qui se forme du côté de l'acier à plus longue durée ou à plus haute température. Elle se compose principalement de la phase binaire $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$.

Les premiers composés à se former dans la zone de réaction sont en effet les phases ternaires $\tau 5$ et $\tau 6$, qui constituent avec l'aluminium $\alpha\text{-Al}$ une solution solide. Le silicium favorise la formation des phases ternaires au détriment des autres phases binaires. La couche (C1), composée essentiellement de la phase hexagonale $\tau 5$, peut alors se former du côté du substrat. L'épaisseur de cette couche présente une croissance asymptotique et atteint très rapidement une épaisseur critique, au-delà de laquelle se forme la couche (C2). Cette dernière est composée de la phase $\tau 5$ dont la structure cristalline diffère de celle de la couche (C1). Lorsque la couche (C1) atteint une teneur limite en éléments d'alliages (Cr, Mg, Mn et Cu), la phase $\tau 5$ passe d'une structure hexagonale (C1) à cubique centré (C2), suivant la réaction : $\tau 5_H \rightarrow \tau 5_{bcc} + L$. Cette transformation, produite à l'interface (C1/C2), est responsable de la limitation de la croissance de l'épaisseur de la couche (C1). La solubilité des phases ternaires $\tau 5$ (h ou bcc) et $\tau 6$ dans l'aluminium favorise leur dissolution. La

croissance de la couche d'alliage (couche intermétallique globale) se fait alors simultanément par deux processus antagonistes : la dissolution, qui tend à réduire son épaisseur, et la croissance due à la diffusion, qui favorise au contraire son augmentation. La couche (C3) se forme lorsque la couche (C2) atteint une épaisseur critique. Elle se compose principalement de la phase $\eta\text{-Al}_5\text{Fe}_2(\text{Si})$ et des composés intermétalliques à base de silicium, qui se précipitent à proximité de l'interface (C3/C1).

La cinétique de croissance des couches intermétalliques est modifiée à haute température lorsque la durée d'immersion devient très importante. Elle suit une loi parabolique (diffusion) pour des durées d'immersion inférieures à 25 h à 650 et 700 °C. Cette loi parabolique est applicable dans le cas de la température 600 °C jusqu'à 100 heures de durée d'immersion. La notion de diffusivité équivalente retenue dans le modèle n'est pas convenable pour le système Al-Fe-Si, où les coefficients de diffusion sont non seulement variables mais aussi anisotropes. Les valeurs obtenues par la modélisation pour les « courtes » durées d'immersion sont toutefois cohérentes avec les résultats rapportés dans la bibliographie.

Les résultats de ces essais ont par ailleurs permis de mettre en évidence un adoucissement statique de l'acier, d'autant plus important que la température et la durée d'immersion sont plus élevées. À 600 °C, une chute de dureté significative apparaît après 9 heures d'immersion, alors que la dureté diminue considérablement dès la première heure d'immersion pour les essais à 650 et 700 °C (donc bien au-delà de la température du 2^{ème} revenu).

Le Chapitre IV porte sur l'étude phénoménologique et quantitative de l'endommagement par FT. Nous avons montré que les mécanismes et la durée de vie de l'X38CrMoV5 en FT sont sensibles à la géométrie de l'éprouvette, à la température maximale du cycle, à la pression partielle d'oxygène (oxydation) et à l'aluminisation. L'éprouvette de section réduite à 1 mm de largeur avec 0,5 mm de courbure se présente à cet égard comme la géométrie optimale pour l'étude de la FT.

L'endommagement a été étudié à plusieurs échelles d'observation :

- ✓ Une échelle microscopique, caractérisée par la formation et la micro-fissuration des couches superficielles ; l'évolution de la microstructure de l'acier a également été déterminée ;
- ✓ Une échelle macroscopique, caractérisée par la propagation en Mode I des fissures sous l'effet de la contrainte circonférentielle « $\theta\theta$ ».

L'endommagement superficiel se présente tout d'abord par la formation d'une couche d'oxyde de fer, dont le mécanisme et la morphologie changent avec les conditions d'essai. La couche d'oxyde comprend une couche contiguë à l'acier compacte et riche en chrome, et une couche duplexe supérieure pauvre en chrome. En surface, on distingue selon les cas une morphologie alvéolaire, aciculaire ou/et juxtaposée. L'oxydation diminue et devient hétérogène lorsque la pression partielle d'oxygène est réduite. Des nodules d'oxydes « îlots », alignés suivant les stries de polissage, ont été observés dans le cas des essais sous argon (vide primaire). La croissance latérale des îlots d'oxyde se fait par coalescence. Dans le cas des éprouvettes préaluminisées, l'oxydation est empêchée par la couche intermétallique, qui joue un rôle protecteur. La fissuration et l'évolution microstructurale de la couche intermétallique conduisent à une oxydation localisée de l'acier en forme de « tête de plume à encre ». L'endommagement superficiel se fait aussi par micro-fissuration de la surface. Lorsque les

contraintes superficielles de compression sont élevées, du fait de la courbure de l'éprouvette ou/et d'une forte anisotropie entre les dilatations thermiques de l'oxyde et de l'acier (en particulier à 550 °C), l'oxyde se rompt par écaillage. L'endommagement agit dans ce cas comme un décapage cyclique (enlèvement progressif de matière) par un mécanisme alterné d'oxydation et d'écaillage. Dans le cas contraire, un réseau de faïençage microscopique se forme dans les couches superficielles de forte adhérence avec le substrat. Dans le cas des géométries réduites en section, le faïençage est de type « uniaxial » et est caractérisé par une fissuration périodique, perpendiculaire à la contrainte circonférentielle. La densité de ce faïençage varie en fonction de l'oxydation, de l'épaisseur et des propriétés de la couche superficielle, mais elle est toutefois identique à 600 et 650 °C. En l'absence de couches superficielles (atmosphère inerte), les micro-fissures dans le matériau de base sont indépendantes de l'état des contraintes (uni- ou multiaxial), orientées suivant des plans cristallographiques inclinés à 45° par rapport à l'axe circonférentiel (bandes de glissement). Elles s'amorcent dans ce cas-là, suite à une forte déformation plastique (cyclique) de la surface d'acier.

Les durées de vie à la croissance de fissures macroscopiques (macro-fissuration) varient selon la géométrie de l'éprouvette, la température maximale du cycle thermique, l'environnement et l'oxydation. La formation de fissures macroscopiques dans l'acier est liée à son adoucissement provoqué par l'effet combiné de la température et de la contrainte, laquelle peut localement être amplifiée par la présence de micro-fissures. En diminuant la température maximale de 650 °C à 600 °C, le nombre de cycles nécessaires pour obtenir une fissure de 0,5 mm de profondeur augmente d'un facteur 6 sous azote, et d'un facteur 10 sous air. Les essais à $T_{\max} = 550$ °C n'ont pas abouti à la macro-fissuration même après un très grand nombre de cycles (400 000 cycles). La microstructure de l'acier demeure en effet très stable dans ces conditions parce que cette température (550 °C) est bien inférieure à celle du deuxième revenu, et parce que les sollicitations thermomécaniques correspondantes induisent une plasticité insignifiante (presque nulle). La durée de vie à 600 °C est de l'ordre de 100 000 cycles, ce qui la situe dans le domaine de transition entre « High Cycle Fatigue » et « Low Cycle Fatigue ». On constate également qu'une surchauffe (> 700 °C) entraîne une croissance précoce de fissures macroscopiques et une accélération de la propagation de fissures préexistantes.

La formation des macro-fissures dans l'acier est aussi accélérée par le faïençage (micro-fissures) qui est une conséquence de l'effet de l'environnement (couches superficielles issues de l'oxydation ou d'aluminisation). L'effet de l'oxydation intervient d'autre part dans la propagation des fissures dans les zones chaudes. En effet, en présence de l'oxygène, la fissuration est assistée par l'oxydation, qui en modifie le mécanisme et fort probablement la vitesse de propagation. Nous avons d'ailleurs constaté que la réduction de la pression partielle d'oxygène conduisait à une augmentation systématique de la durée de vie à la fissuration dans l'acier (à 600 et 650 °C pour des éprouvettes vierges ou pré-aluminisées). En l'absence des couches superficielles issues de l'interaction avec l'environnement (couches d'oxyde ou d'intermétallique), la fissuration de l'acier est multiple et simultanée (même nombre de cycles à l'amorçage), exprimant la limite de la résistance à la fissuration du matériau. De plus, d'éventuelles fissurations internes peuvent être observées dans ce cas.

La multi-fissuration influe sur la vitesse de propagation des fissures principales, dont l'évolution en sigmoïde (en forme de « S ») est cependant similaire quelles que soient les conditions d'essai. Au départ, la vitesse de propagation augmente avec la profondeur de fissures, puis se stabilise à une valeur constante pour une certaine profondeur, et diminue ensuite lorsque les fissures deviennent très longues. L'analyse des faciès de rupture a permis d'identifier les différents régimes de propagation selon le modèle de Petit et al. ([26] Chap. IV) :

- ✓ Un Pseudo-stade I intrinsèque, qui décrit le régime des fissures lentes, dont le mécanisme de propagation est cristallographique. Cela concerne les fissures « très courtes » qui évoluent dans le congé sous atmosphère neutre, et les fissures « longues », qui évoluent en profondeur. La propagation de ces fissures peut se faire de manière très rapide entre deux plans par étapes successives (pas par pas), et se décrit alors localement, par le régime Stade I intrinsèque ;
- ✓ Un Stade II intrinsèque, qui décrit le régime de propagation des fissures évoluant entre 0,5 et 2 mm (propagation cycle par cycle).

Les éprouvettes de FT sont des structures simplifiées dans la mesure où pour accéder à leurs sollicitations thermomécaniques des calculs ou des analyses numériques sont nécessaires. Dans le cadre de cette étude, les variations de Température, de Contrainte et de Déformation en fonction du temps et en tout point de l'éprouvette « SR1 » ont été calculées par éléments finis. Les cartes thermiques ont été validées à l'aide de mesures de flux électromagnétique et thermique. Le calcul thermomécanique a été effectué en utilisant les modèles de comportement thermo-élasto-plastique (EP) et thermo-élasto-visco-plastique (EVP) développés au laboratoire CROMeP. Ces calculs ont été limités à quelques centaines de cycles, en raison de temps de calcul excessifs. Les résultats obtenus ont été utilisés pour décrire les cinétiques de fissuration déterminées expérimentalement. Les démarches et les résultats des différents calculs sont présentés dans le [Chapitre V](#).

Les calculs thermomécaniques ont montré que l'amplitude de la contrainte entre $\sigma_{\max}$ (à $T_{\min}$) et $\sigma_{\min}$ (à $T_{\max}$) est comparable pour les deux lois de comportement. Ces dernières se distinguent cependant par l'évolution de la contrainte moyenne ainsi que par la plasticité cyclique. Les contraintes $\sigma_{\max}$ ou $\sigma_{\min}$ calculées avec la loi de comportement (EP) restent inchangées au cours de plusieurs cycles de FT. En revanche, les boucles d'hystérésis contrainte-déformation données par la loi (EVP) évoluent vers des contraintes plus élevées. En considérant les effets de la viscosité, la déformation plastique au premier chauffage est beaucoup moins importante dans le cas du calcul (EVP). Si les critères de durée de vie ou de propagation des fissures sont basés sur l'amplitude des contraintes, alors les deux lois de comportement aboutissent aux mêmes résultats. Par contre, si ces critères font appel à la contrainte, ou à la déformation, maximale ou minimale, alors le choix de la loi de comportement peut influencer les prédictions d'endommagement.

Dans une tentative de modélisation de la propagation par l'application de la mécanique linéaire de la rupture, nous avons déterminé les profils de Facteur d'Intensité de Contrainte (FIC). Le calcul est effectué par différentes méthodes en se basant sur le principe de superposition (dans lequel les contraintes sont déterminées par rapport à une structure non fissurée).

La méthode, qui utilise une fonction de pondération (fonction de poids) donnée à l'origine par Bueckner, semble être la plus adaptée à notre problématique. L'ouverture de fissure a permis de mieux estimer le FIC en utilisant la relation basée sur le critère de « Crack Tip Opening Displacement » (CTOD), qui le relie avec l'écartement entre les lèvres de la fissure et les propriétés du matériau. L'observation in-situ de la fissuration montre qu'en effet, les fissures se ferment totalement lors du chauffage et s'ouvrent pendant le refroidissement. L'ouverture à froid (à l'arrêt de l'essai) a été mesurée sur plusieurs éprouvettes testées dans des conditions différentes. Les valeurs obtenues semblent évoluer linéairement avec la longueur de fissure. Des analyses plus attentives montrent que pour les fissures longues la valeur de l'ouverture à froid peut tendre vers une valeur asymptotique. Néanmoins, les ouvertures de fissures mesurées encadrent les valeurs estimées via la relation basée sur le (CTOD) jusqu'à une profondeur de 2 à 3 mm. Les maxima des profils de FIC ainsi que les amplitudes de FIC ont été finalement corrélés aux vitesses de propagation dans un diagramme bi-logarithmique. Les courbes ainsi obtenues ont été également comparées aux lois de propagation en FT déterminées en (FT) à partir des éprouvettes multiaxiales (CFT), en fatigue isotherme (FI) (à 20, 200 et 600 °C), en fatigue thermomécanique (FTM), et en FI en (LCF). Peut-être des critères basés sur le FIC pourraient-ils rationaliser la propagation de fissure en FT (dans notre cas, cela est valable pour les fissures dont la profondeur est inférieure à 3 mm).

VI.2. Perspectives

VI.2.1. Étude de l'Aluminisation et de l'oxydation

Les travaux sur l'aluminisation devraient être poursuivis, notamment pour approfondir la modélisation de la croissance des couches intermétalliques en conditions isotherme et anisotherme. La loi parabolique, utilisée pour la modélisation de la croissance de la couche intermétallique globale dans l'interaction solide/liquide, a montré ses limites lorsque la dissolution devient importante (température et durée d'immersion élevées). De plus, ce modèle établi dans le cas d'une seule couche d'inter-diffusion avec un seul coefficient de diffusion équivalent (représentatif d'une diffusivité égale quelles que soient les espèces diffusantes et les milieux de diffusion) n'est pas bien approprié pour décrire les mécanismes diffusionnels dans un système polyphasé de diffusivité anisotrope.

Nous avons répertorié différents modèles, comme celui de Kidson ([9] Chap. III) ou de Dybkov ([23, 33] Chap. III), basés eux aussi sur la diffusion, mais applicables aux systèmes polyphasés. Le modèle de Dybkov est particulièrement intéressant, car il permet de considérer la réaction chimique en plus de la réaction de diffusion. Il s'écrit dans le cas d'une seule réaction prépondérante par :

$$\left(\frac{\partial \delta}{\partial t}\right)_{\text{réaction}} = k_{0B1} \quad (\text{VI.1})$$

$$\left(\frac{\partial \delta}{\partial t}\right)_{\text{diffusion}} = \frac{k_{1B1}}{\delta} \quad (\text{VI.2})$$

$$\frac{\partial \delta}{\partial t} = \frac{k_{0B1}}{1 + (k_{0B1}\delta/k_{1B1})} \quad (\text{VI.3})$$

où δ est l'épaisseur de la couche, k_{0B1} la constante de réaction chimique, k_{1B1} la constante de vitesse (dans le cas de la croissance par diffusion). Afin d'établir un modèle global prenant en compte l'ensemble des mécanismes mise en jeu lors de l'aluminisation « solide/liquide », l'Équation VI.3 peut être complétée en ajoutant un terme relatif à la dissolution de la couche intermétallique :

$$\delta = (2k_1t)^{1/2} + f(t) - \frac{b}{a}[1 - \exp(-at)] \quad (\text{VI.4})$$

où le premier terme représente la croissance par diffusion de la couche, $f(t)$ est une fonction de compensation, et le troisième terme correspond à l'épaisseur de la couche dissoute dans la solution.

Cette formulation pourrait ainsi mieux décrire les cinétiques de croissance des couches intermétalliques déterminées dans cette étude ou dans d'autres travaux.

Le modèle d'oxydation cyclique ([1] Chap. IV), basé lui aussi sur la diffusion, pourrait être appliqué pour étudier l'aluminisation en condition anisotherme. En effet, un banc de FT adapté pour le chauffage des surfaces planes a été développé au cours de cette thèse, dans le but d'étudier l'interaction entre l'aluminium et l'acier à l'état solide/solide (éprouvettes d'acier revêtues par l'aluminium en utilisant la méthode de projection « Cold Spray »). Ce dispositif pourrait être utilisé comme support expérimental afin d'étudier l'aluminisation, ou l'oxydation, en conditions isotherme et anisotherme sous contraintes thermiques variables, et de décrire les lois universelles régissant la croissance de ces couches.

VI.2.2. Étude de la fatigue thermique

VI.2.2.1. Expérimentation

Sur le plan expérimental, l'étude en FT pourrait être améliorée ou complétée pour d'autres conditions d'essais :

- **Conditions de sollicitation thermique**

Le banc de FT développé permet de faire varier de nombreux paramètres, et en particulier le cycle thermique. L'effet de la température maximale pourrait être approfondi pour des niveaux intermédiaires (par exemple 575 °C et 625 °C). L'effet du refroidissement serait aussi une piste intéressante à explorer. Cela nécessite néanmoins d'adapter le banc de FT pour pouvoir forcer le refroidissement externe (douche à l'eau ou à l'air comprimé). Certaines procédures d'adaptation ont été déjà initiées au cours de ce travail.

- **Conditions atmosphériques**

Des essais complémentaires de FT sous les différentes conditions atmosphériques permettraient d'affirmer les durées de vie déterminées au cours de cette étude. Le rôle de la couche superficielle sur l'endommagement pourrait également être analysé, d'un point de vue mécanique, en testant des éprouvettes pré-oxydées, pré-aluminisées ou avec d'autres dépôts, pour différentes épaisseurs. L'effet de l'environnement sur la propagation de fissure nécessite de plus amples d'investigations.

- **Géométrie d'éprouvette**

L'étude de l'amorçage et de la propagation (notamment dans le congé de l'éprouvette) pourrait être affiné, en arrêtant l'essai en cours de façon plus fréquente ou en utilisant des moyens d'observation in situ pour caractériser l'évolution de la fissuration en continu. Cela permettrait de déterminer l'effet des conditions atmosphériques sur la propagation de fissures. Les éprouvettes entaillées (pré-fissurées) semblent à cet égard mieux adaptées pour étudier la propagation de fissures en FT, qui est influencée par la multi-fissuration de l'acier.

- **Caractérisation des éprouvettes de FT**

Il serait intéressant de compléter la caractérisation des éprouvettes de FT au cours de l'essai par des mesures de contraintes résiduelles, d'ouverture de fissure (déterminée in situ à l'aide d'un télescope longue portée), ou de la déformation totale (par stéréovision à l'aide de caméras CCD). Ces paramètres seraient en effet pertinents, soit pour évaluer l'endommagement, soit pour valider les calculs de structure et les lois de comportement (déformation ou contrainte).

VI.2.2.2. Calculs et Modélisation

Sur le plan de la modélisation, des voies d'amélioration multiples sont ouvertes. Il serait intéressant de poursuivre la simulation numérique, notamment à l'échelle locale, pour décrire les conditions thermomécanique de la surface (multicouches). Cela permettrait d'étudier l'endommagement en surface et notamment dans les couches de revêtement.

L'étude de l'amorçage de fissure pourrait, quant à elle, se faire par l'application des modèles existants qui rendent compte des effets du temps et de l'environnement (fatigue, fluage, oxydation,

etc.). Il est cependant indispensable d'enrichir la base de données expérimentale, en réalisant davantage d'essais de FT.

La modélisation de la propagation de fissure, menée à bien au cours de cette étude, mérite à ce titre d'être poursuivie. Les résultats obtenus montrent que les hypothèses considérées dans les calculs, notamment de FIC, ne sont pas valables dans certaines conditions.

En effet, les éprouvettes de fatigue thermique sont des structures simples, mais dans nos calculs et ceux de bien d'autres auteurs, cet aspect n'est pas pris en compte dans l'estimation du FIC. D'autre part, comme l'évolution de la longueur de fissure n'est en général pas mesurée en continu, il est très difficile d'établir le rôle de la zone plastique due aux chargements précédents sur le retardement de la propagation de fissure lors de la diminution de FIC. Il faut aussi rappeler que le rapport de charge $R = K_{\min}/K_{\max} = \sigma_{\min}/\sigma_{\max}$ n'est pas constant au sein d'une éprouvette de fatigue thermique (comme bien d'autres structures). L'étude de la propagation de fissure devient donc plus délicate en comparaison avec les essais mécaniques où les conditions de chargement thermomécanique pourraient être mieux maîtrisées ou connues. Également, la multi fissuration modifie la redistribution des contraintes et des déformations au sein de l'éprouvette. C'est pourquoi l'étude de la propagation de fissure pourrait devenir problématique si certaines précautions ne sont pas considérées. La mesure in situ de l'ouverture ou la fermeture de fissures au cours d'un cycle de fatigue thermique devient, à cet effet, un défi technique et scientifique du fait de l'impossibilité d'une mesure directe du chargement.

Index

Désignation

AC1 et AC3 : Limites inférieure et supérieure de l'intervalle de la transformation de phase.
AISI H11 ou H11 ou SMV3 : appellations commerciales X38CrMoV5 (ADC3 est une nuance modifiée).
AISI H13 ou H13 : appellations commerciales de l'acier à outil X40CrMoV5.
BSE : « Back-Scattered Electrons », ou électrons rétro-diffusés : détecteur de contraste chimique.
C1 : couche intermétallique compacte intermédiaire, qui se forme dès le début de l'aluminisation.
C2 : couche intermétallique poreuse, qui se forme également dès le début de l'aluminisation.
C3 : couche intermétallique compacte interne, qui se forme en temps différé par rapport à C1 et C2.
CAX8 : « Diffusive Heat Transfer Elements » élément axisymétrique quadratiques (rectangulaire) à 8 nœuds, avec interpolation bilinéaire pour le calcul mécanique.
CC, ou bcc : Cubique Centré.
CFC : Cubique Faces Centrées.
CFT : éprouvette Cylindrique de Fatigue Thermique.
CROMeP : Centre de Recherche sur les Outillages, Matériaux et Procédés.
CTOD « Crack Tip Opening Displacement » : ouverture en tête de fissure.
CVD : Chemical Vapour Deposition.
DCAX8 « Diffusive Heat Transfer Elements » : élément axisymétrique quadratiques (rectangulaire) à 8 nœuds, avec interpolation linéaire pour le calcul thermique.
ddp : Différence de Potentiel Chimique.
DRX : Diffraction des Rayons X.
EDS « Energy Dispersive X-ray Spectroscopy » : analyse par spectroscopie d'énergie dispersive.
EP : Thermo-Elasto-Plastique.
EVP : Thermo-Elasto-Visco-Plastique.
FI : Fatigue Isotherme.
FIC : Facteur d'Intensité de Contrainte.
EMAC : Ecole des Mines d'Albi
FMT : Fatigue Mécano-Thermique.
FRR : Fragilité de Revenu Réversible.
FSPAl : Fonderie Sous Pression d'Aluminium.
FT : Fatigue Thermique.
HCF « High Cycle Fatigue » : Fatigue à grand nombre de cycles.
LCF « Low Cycle Fatigue » : Fatigue à petit nombre de cycles.
MEF : Méthode des Eléments Finis.
MLER : Mécanique Linéaire Elastique de la Rupture.
MEB : Microscope Electronique à Balayage.
MEBE : Microscope Electronique à Balayage Environnemental.
NP : Nœud à l'intérieur de l'éprouvette (situé sur l'axe radial).
NS : Nœud sur la surface externe de l'éprouvette.
NTC : Numéro de thermocouple.
SR1 : éprouvette de fatigue thermique de Section Réduite à 1 mm.
SR3 : éprouvette de fatigue thermique de Section Réduite à 3 mm.
SRG : éprouvette de fatigue thermique de Section Réduite de type « Glénny ».
TRC : diagramme de Transformations en Refroidissement Continu.
RPB : Rapport de Pilling et Bedworth.

Symboles

Propriétés thermo-physiques

E (Pa)

 λ (W.m⁻¹.K⁻¹) ρ (kg.m⁻³) C_p (J.kg⁻¹.K⁻¹) α (K⁻¹) a (m².s⁻¹)

Propriétés thermomécaniques

 R_0 ou σ_y (Pa) $R_{0.2}$ (Pa) R_m (Pa) K_{IC} (MPa√m)

KV (J)

Endommagement et durée de vie

N (cycles)

 a ou a_p (mm)

W (mm)

 δ ou δ_I (μm) d_i (μm) a (N) $\Delta a / \Delta N$ et da / dN (m.cycle⁻¹) δ ou δ_{tot} (μm) δ_d ou δ_{cor} (μm) δ_{C1} (μm) δ_{C2} (μm) δ_{C3} (μm) δ_{oxy} (μm)

Propriétés géométriques et dimensionnelles

Ra (μm)

« rr »

« zz »

« θθ »

 a , b , et c (A°) et α , β et γ (°)

Paramètres du cycle thermique et thermomécanique

 T_{in} (°C) t_c (s) T_{max} (°C) t_{ch} (s) T_{min} (°C) t_{ref} (s)

Nomenclature des Phases

Fer

Aluminium

Silicium eutectique

Oxyde de fer

Module d'élasticité « Young »

Conductivité thermique

Densité

Chaleur massique

Coefficient de dilatation

Diffusivité

Limite élastique réelle

Limite élastique conventionnelle (à 0.2 % de déformation)

Résistance mécanique

Ténacité

Énergie de rupture

Nombre de cycles

Longueur ou profondeur de fissures

Longueur du ligament

Ouverture de fissures mesurée à froid à partir du congé

Distance inter-microfissures (faiénçage de type uniaxial)

Évolution de la profondeur de fissures au cours des cycles

Vitesse macroscopique de la propagation de fissure

Épaisseur totale de la couche d'intermétallique

Épaisseur, ou profondeur, de la couche de dissolution

Épaisseur de la couche intermétallique (C1)

Épaisseur de la couche intermétallique (C2)

Épaisseur de la couche intermétallique (C3)

Épaisseur de la couche d'oxyde

Rugosité moyenne

Axe de symétrie ou axe radial

Axe d'axisymétrie (révolution), ou axe du cylindre

Axe circonférentiel ou axe orthoradial

Paramètres de la maille cristalline

Température initiale de l'éprouvette (20 °C)

Temps du cycle

Température maximale du cycle

Temps du refroidissement

Température minimale

Temps de chauffage

 α -Fe α -Al (dendrite) α -Si (inter-dendrite)Spinelles (Fe,Cr)₃O₄, Wüstite : FeO, magnétite : Fe₃O₄ et hématite : Fe₂O₃

Phases Binaires Fe,Al

Phases Ternaires Fe,Al

Modèles

t (s)

c

 c_0 J (mol.m⁻².s⁻¹) ou (kg.m⁻².s⁻¹)

x (μm)

D (m².s⁻¹) $\overline{D}$ (m².s⁻¹) N_i D_0 Q (Joule.mol⁻¹)

T (°C) ou (K)

R (Joule.mol⁻¹)

R

k (m².s⁻¹)k (m.s⁻¹)v (m³) ou (l) c_s

m (kg)

s (m²) ρ_{int} (kg.m⁻³) Φ k_{0B1} (m².s⁻¹) k_{1B1} (m².s⁻¹)

f(t)

PO₂

K ou FIC (MPa√m)

Kmax (MPa√m)

Kmin FIC (MPa√m)

 ΔK (MPa√m)

Keff (MPa√m)

h (W.m⁻².K⁻¹) $T_{\text{ext-c}}$ (K) Φ ou P (W) ϕ ou J (W.m⁻²) h_{eau} (W.m⁻².K⁻¹) T_{film} (K) h_{air} (W.m⁻².K⁻¹) T_{air} (K) $\partial\Omega_{\text{sym}}$ $\partial\Omega_{\text{ch}}$ Φ_{ch} (W) $\partial\Omega_{\text{ext}}$ $\beta 1\text{-Fe}_3\text{Al}$, β ou $\beta 2\text{-FeAl}$, $\zeta\text{-FeAl}_2$, $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$ ou $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$ (Si), $\theta\text{-Fe}_4\text{Al}_{13}$ et $\theta\text{-FeAl}_3$ $\tau 1\text{-Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_3$, $\tau 2(\gamma)\text{-FeSiAl}_3$, $\tau 3\text{-Fe}_6\text{Si}_5\text{Al}_9$, $\tau 4(\delta)\text{-(FeSi}_2\text{Al}_4, \text{FeSi}_2\text{Al}_3, \text{Fe}_{15}\text{Si}_{28}\text{Al}_{57}, \text{Fe}_{15}\text{Si}_{38}\text{Al}_{47})$, $\tau 5(\alpha)\text{-(Fe}_2\text{SiAl}_7, \text{Fe}_2\text{SiAl}_8, \text{Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_{12}, \text{Fe}_5\text{Si}_2\text{Al}_{20})$, $\tau 6(\beta)\text{-Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_3$, $\tau 7\text{-Fe}_{20.5}\text{Si}_{16}\text{Al}_{63.5}$, $\tau 8\text{-Fe}_4\text{Si}_6\text{Al}_6$, $\tau 9\text{-Fe}_{36}\text{Si}_{36}\text{Al}_{28}$ et $\tau 10\text{-Fe}_{25}\text{Si}_{60}\text{Al}_{15}$

Temps

Concentration d'élément chimique

Concentration d'élément chimique initiale (à t = 0 s)

Densité de flux de matière

Épaisseur d'interdiffusion

Diffusivité

Diffusivité de plusieurs espèces

Fraction molaire de l'espèce i

Facteur de fréquence

Énergie d'activation processus de diffusion

Température

Constante des gaz parfaits

Coefficient de détermination de l'interpolation

Facteur de vitesse

Constante de vitesse de dissolution

Volume du métal liquide

Concentration de saturation du fer dans l'aluminium

Masse du fer dissous

Surface de l'acier mise en contact

Densité de la couche intermétallique

Concentration du fer dans l'intermétallique

Constante de réaction chimique

Constante de vitesse de diffusion

Fonction de compensation

Pression partielle d'oxygène

Facteur d'intensité de contrainte au voisinage de la pointe de fissure

Facteur d'intensité de contrainte maximal

Facteur d'intensité de contrainte minimal

Amplitude du facteur d'intensité de contrainte

Facteur d'intensité de contrainte effectif

Coefficient d'échange thermique

Température caractéristique du milieu externe

Puissance thermique (terme de source dans l'équation de la chaleur)

Densité de flux de chaleur

Coefficient de transfert thermique par convection (avec l'eau)

Température du film visqueux où se fait l'échange avec l'eau

Coefficient de transfert thermique par convection (avec l'air)

Température de l'air

Frontière de symétrie

Frontière d'application de flux de chauffage

Flux de chaleur appliqué pour le chauffage

Frontière d'échange avec l'air (radiation et convection)

Φ_{cl} (W)	Flux de chaleur issu de l'échange par convection air libre
Φ_r (W)	Flux de chaleur issu de l'échange par radiation
$\partial\Omega_{int}$	Frontière d'échange de la paroi interne (convection forcée à l'eau)
Φ_{cf} (W)	Flux de chaleur issu de l'échange par convection forcée à l'eau
$\Phi_{cylindre}$ (W)	Puissance de chauffage d'une tranche d'éprouvette CFT
$\varphi_{cylindre}$ (W.m ⁻²)	Densité de flux de chauffage d'une tranche d'éprouvette CFT
$S_{cylindre}$ (m ²)	Surface de chauffage d'une tranche d'éprouvette CFT
R (m)	Rayon externe de l'éprouvette de l'éprouvette CFT
Z (m)	Largeur d'une tranche d'éprouvette CFT
Φ_{disque} (W)	Puissance de chauffage appliquée pour l'éprouvette SR1
φ_{disque} (W.m ⁻²)	Densité de flux de chauffage sur le congé de l'éprouvette SR1
$S_{congé}$ (m ²)	Surface du congé de l'éprouvette SR1
r (m)	Rayon de courbure du congé (0.5 mm)
σ (W.m ⁻² .K ⁻⁴)	Constante de Stefan-Boltzmann
ε_M	Émissivité de l'acier
F_M	Facteur de forme
T_M (K)	Température d'un point M de la surface d'échange
ε_e	Déformation élastique
ε_{vp}	Déformation visco-plastique
ε_{in} et ε_p	Déformation inélastique et plastique
ε_{tot}	Déformation totale
ε_{mec}	Déformation mécanique
ε_{th}	Déformation thermique
$\dot{\varepsilon}$	Vitesse de déformation
ε_{min}	Déformation minimale
ε_{max}	Déformation maximale
σ (Pa)	Contrainte (généralement représentative de « $\sigma_{\theta\theta}$ »)
σ_{min} (Pa)	Contrainte minimale
σ_{max} (Pa)	Contrainte maximale
$\Delta\sigma$ (Pa)	Amplitude de contrainte
σ_{moy} (Pa)	Contrainte moyenne
R	Rapport de charge
Autres	
f (Hz)	Fréquence
PID	Mode de régulation à effet Proportionnel, Intégral et Dérivé
I (nombre de coups)	Intensité des pics de DRX
2θ (°)	Positions des pics de DRX
γ_{lv}	Tension d'interface liquide/vapeur
γ_{ls}	Tension d'interface liquide/solide,
γ_{sv}	Tension d'interface solide/vapeur

Annexe A

Annexe A1. Système d'acquisition de données

Un système d'acquisition de données a été mis en place pour mesurer des variations très rapides de température et les enregistrer en temps réel sur micro-ordinateur. Les températures sont mesurées au moyen de thermocouples (type K : chromel/alumel, $\Phi = 0,08 \mu\text{m}$) soudés en surface des éprouvettes. Les capteurs thermiques sont reliés à la centrale d'acquisition via un boîtier isotherme (isolé thermiquement) contenant les jonctions froides des thermocouples et les fils électriques (Cu) connectés à la centrale.

Pour s'isoler des parasites électriques, le boîtier est relié à la terre. La température de la soudure froide est prélevée à l'aide d'une sonde RTD en platine « Pt100 » et transmise à la centrale sous forme de signal analogique (V) pour servir de température de référence (Compensation de Soudure Froide). Les signaux collectés sont isolés, filtrés, puis amplifiés au niveau d'un conditionneur de signal SCXI-1000 National Instruments (NI). Ce dernier, placé entre le thermocouple et le PC, est composé de deux borniers de terminaison SCXI-1320D (NI) et de deux modules de conditionnement SCXI-1120D (NI), connectés et emboîtés dans un châssis SCXI-1000 à quatre emplacements (cf. Figure A1.1). Les signaux sont finalement recueillis dans une carte d'acquisition PCI-MOI 16XE-10 (NI) et convertis en valeurs de températures que l'on peut lire en continu sur une interface LabView. Le système permet de scruter 15 sorties à la fois sous une fréquence d'échantillonnage de 1000 Hz.

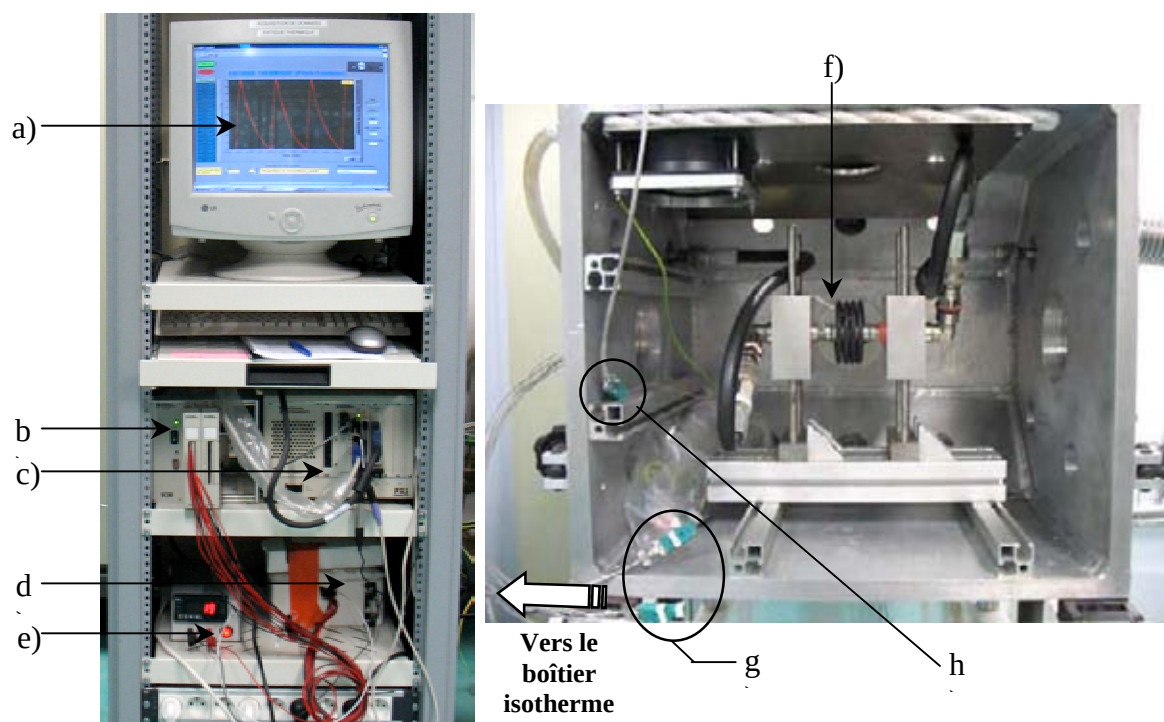


Figure A1.1 : Système d'acquisition de données

- a) Interface Labview®, b) Conditionneur de signal (NI), c) PC avec carte d'acquisition intégrée (NI),
d) Boîtier isotherme, e) Température des soudures froides, f) Thermocouples soudés sur éprouvette,
g) Voies des thermocouples de mesures, h) Voies de thermocouple de contrôle (pilotage)

Annexe A2. Plans des éprouvettes de FT

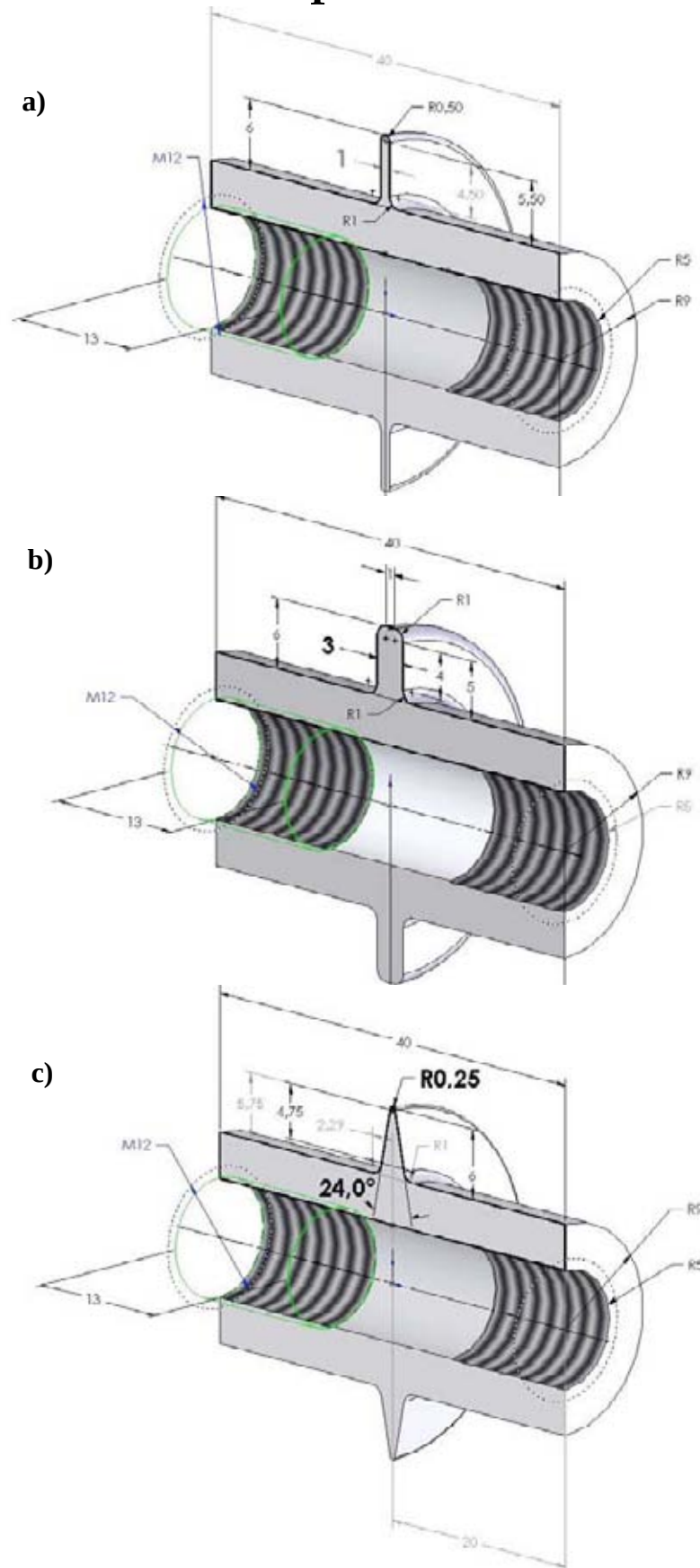


Figure A2.1 : Epreuves de FT étudiées

- a) Section Réduite (rectangulaire) à 1 mm (SR1), b) Section Réduite (rectangulaire) à 3 mm (SR3) et c) Section Réduite "Glenny" (prismatique) avec $\alpha = 24^\circ$ et $R = 0,25$ mm (SRG).

Annexe B

Annexe B1. Structures d'interface d'aluminisation

Dans cette Annexe sont illustrées les microstructures de l'interface d'aluminisation obtenues dans les différentes conditions de corrosion (cf. Planches B1.1 et B1.2). Les micrographies sont réalisées au MEB en utilisant le détecteur BSE et présentées aux mêmes échelles relatives à chaque planche.

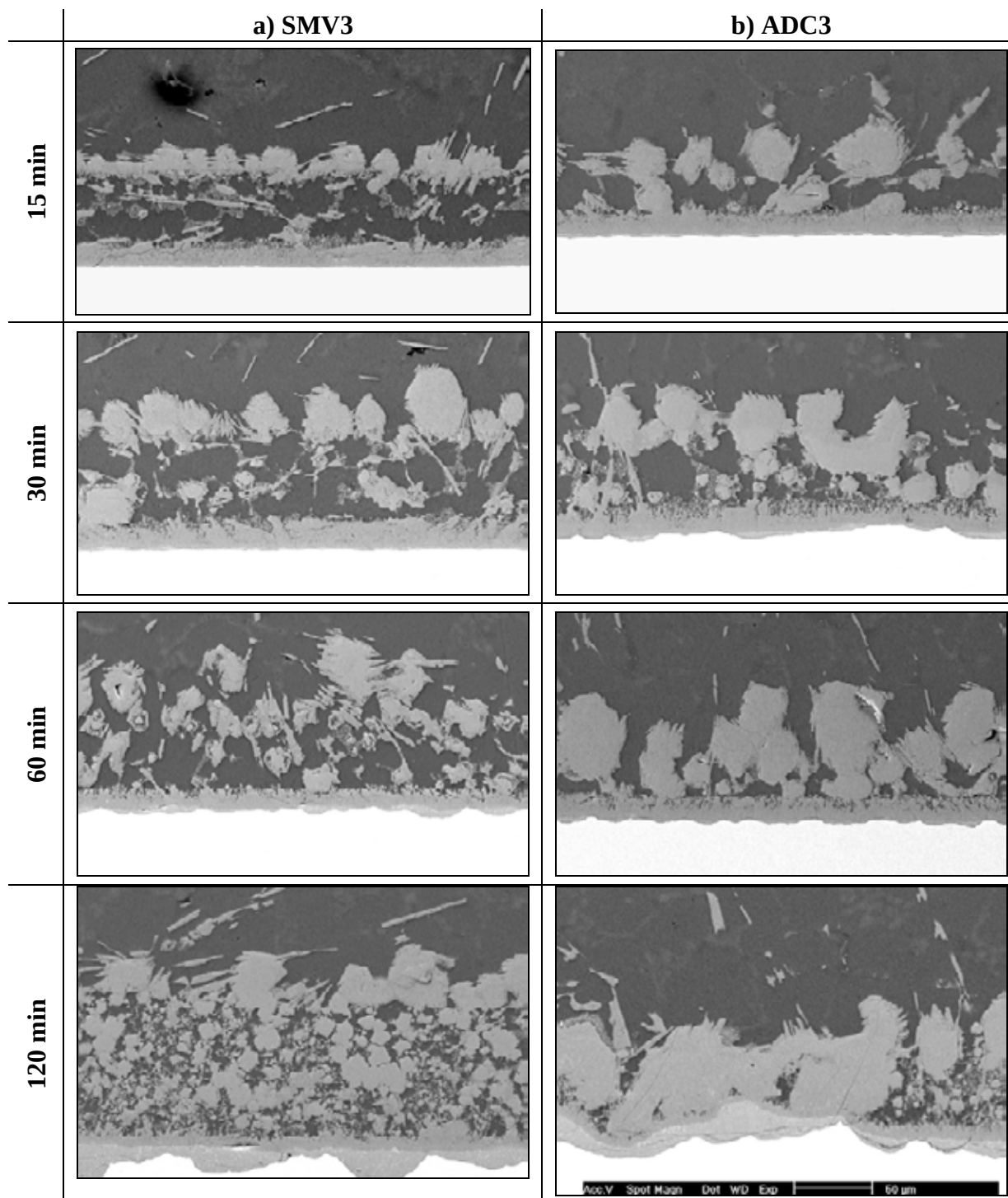


Planche B1.1 : Evolution en fonction de la durée d'immersion et de la température de l'interface X38CrMoV5-AS7G à 750 °C pour la nuance SMV3 (a) et ADC3 (b) (grossissement x 320)

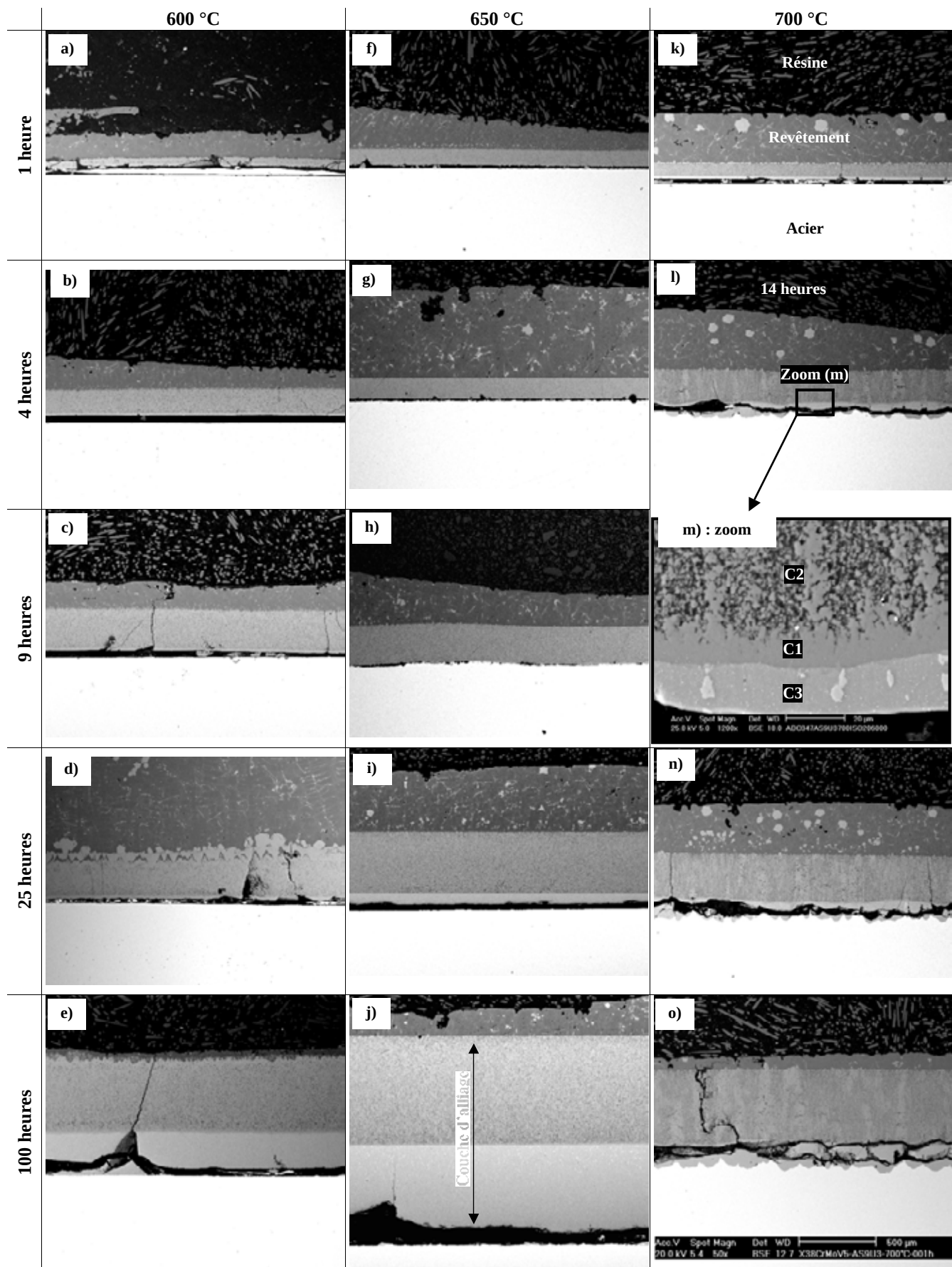


Planche B1.2 : Microstructure des couches intermétalliques composant la couche d'alliage formée à l'interface des éprouvettes en X38CrMoV5 (ADC3) de dureté initiale 47HRC, trempées dans un bain d'AlSi9Cu3 pour différentes conditions d'immersion (grossissement x 50)
(C1 : couche fine et compacte sous adjacente à la couche C2, C2 : couche supérieure poreuse, et C3 : couche compacte inférieure)

Annexe B2. Diagrammes d'équilibre de phases

Dans cette annexe sont présentés le diagramme d'équilibre de phases binaire « Fe-Al » et les coupes isothermes du système ternaire « Fe-Al-Si » à 600 et à 800 °C respectivement en Figure B2.1 et Figure B2.2.

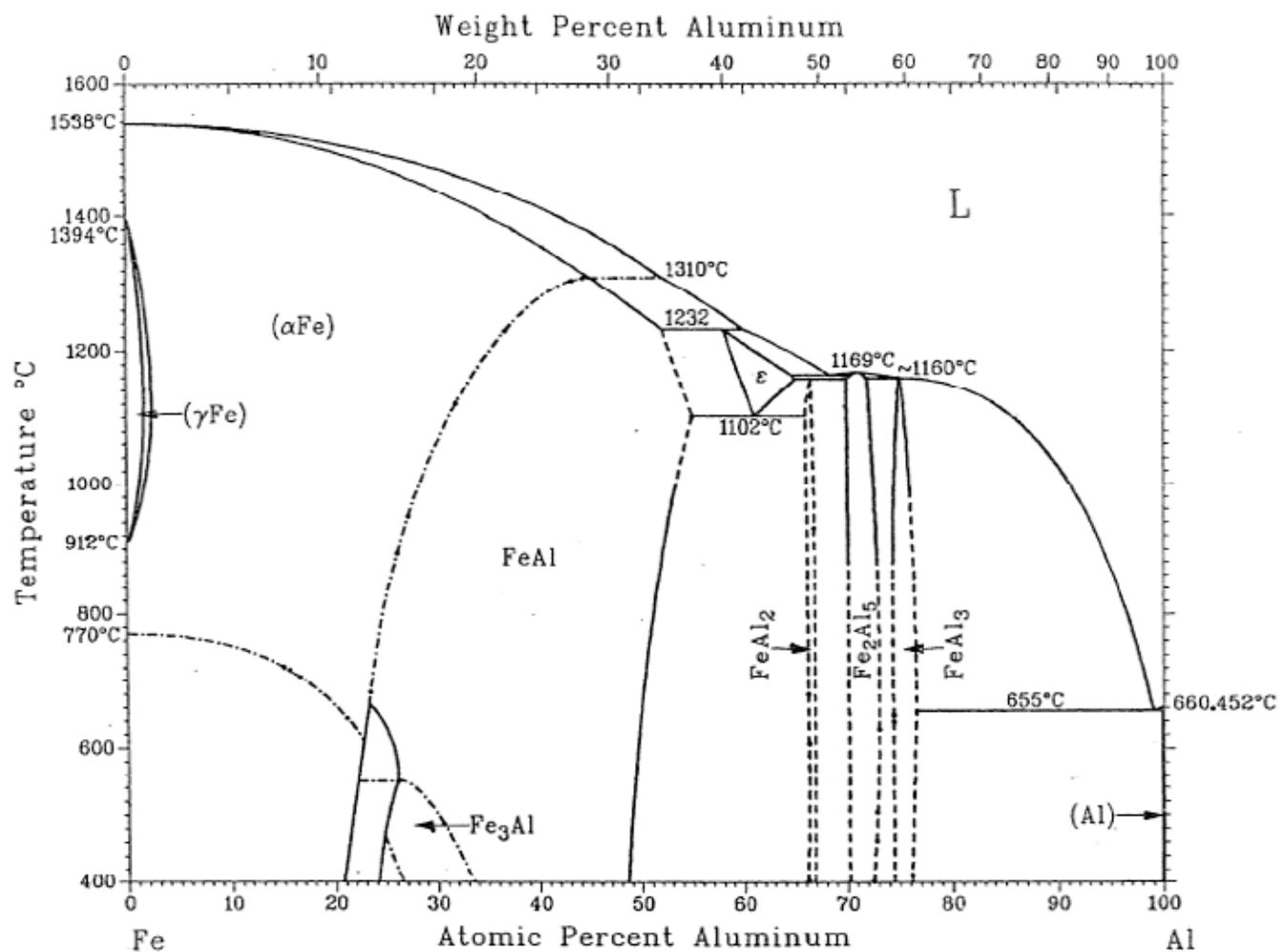


Figure B2.1 : diagramme d'équilibre de phases binaire du système Fe-Al [1]

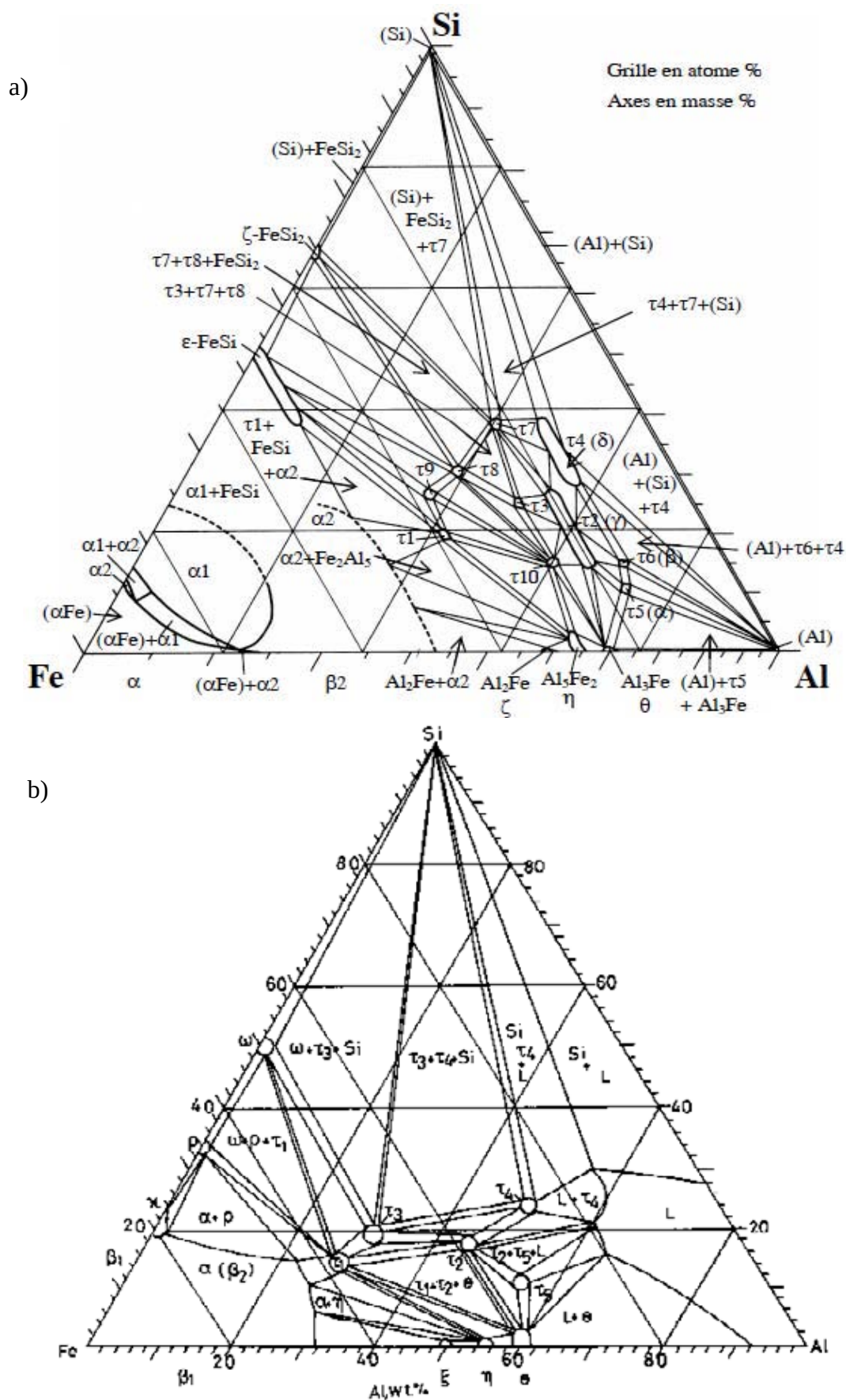


Figure B2.2 : Coupes isothermes du système ternaire Fe-Al-Si à 600 °C [2] (a) et à 800 °C [3] (b)

B2.3. Références bibliographiques

1. Kobayashi, S., et Yakou, T., *Control of Intermetallic Compound Layers at Interface Between Steel and Aluminum by Diffusion-Treatment*. Materials Science & Engineering A, 2002. 338, p. 44-53.
2. Bosselet, F., et al., *Affinement expérimental de l'isotherme Al-Fe-Si à 1000 K*. J. Phys. IV France, 2004. 122: p. 41-46.
3. Maitra, T. et S. Gupta, *Intermetallic compound formation in Fe-Al-Si ternary system: Part II*. Materials Characterization, 2002. 49(4): p. 293-311.

Annexe B3. Aluminisation des éprouvettes de FT

Cette annexe est consacrée à la présentation de la technique d'aluminage¹ choisie pour le revêtement des éprouvettes de FT utilisées pour étudier le couplage entre fatigue thermique et aluminisation². Le dépôt d'une couche intermétallique sur les éprouvettes de FT permet en effet de reproduire les conditions de sollicitation de la surface d'un moule de production en FSPAl.

B3.1. Protocole expérimental

L'aluminage ou l'aluminisation des métaux est largement utilisée dans les applications industrielles afin d'améliorer la résistance des composantes contre la corrosion. De nombreuses techniques sont rapportées dans la littérature [1-5]. Elles se distinguent par l'état d'aluminium lors de l'interaction et par le niveau de température utilisé. Les méthodes sélectionnées dans cette étude sont:

- ✓ La projection à froid de la poudre aluminium « Cold Spray » (solide),
- ✓ L'immersion dans un bain d'aluminium à chaud (liquide),
- ✓ La cémentation (gaz), ou procédé « CVD ».

La méthode « Cold Spray » permet de réaliser un dépôt homogène et bien adhérent dont l'épaisseur est contrôlée, à partir d'une poudre en aluminium atomisé. Les particules d'aluminium, entraînées par de l'azote comprimé à 3,5 MPa, sont propulsées à une vitesse supersonique sur une surface d'acier rugueuse [4, 6]. Les chocs mécaniques produits lors des collisions induisent la déformation plastique des particules, et la rupture des films d'alumine qui les enveloppent. Sous l'effet de la pression, des liaisons se créent entre les réseaux cristallins des matériaux de base mis en contact. Le revêtement de nos échantillons est réalisé par la société « CRITT METAL 2T », en utilisant une poudre d'aluminium pur dont la granulométrie est comprise entre 5 et 50 μm .

L'aluminisation par immersion est effectuée sur une courte durée (60 s) afin d'éviter un éventuel revenu de l'acier. Le bain d'aluminium est constitué d'AlSi9Cu3 porté à 650 °C. Les échantillons sont préalablement recouverts par de l'éthylène glycol pour réduire leur oxydation. Le dépôt de la couche d'aluminium peut impliquer dans ce cas l'aluminisation locale de l'acier.

La méthode CVD, appelée aussi « métallisation par cémentation » [7], est largement utilisée dans l'industrie de l'aéronautique [8]. Elle permet de former une couche composée exclusivement d'intermétalliques à partir d'un ciment pulvérulent constitué de chlorures d'aluminium volatiles. L'échantillon d'acier est en effet mélangé avec une poudre (ciment consommable) qui, sous l'effet de la température, dégage des halogénures d'aluminium en phase vapeur. La dissociation de ces derniers à proximité du substrat permet aux atomes d'aluminium libérés de diffuser dans l'acier et de former avec le fer les intermétalliques.

¹ : L'aluminage se réfère au procédé de revêtement par l'aluminium (pur ou allié) et/ou des intermétalliques, avec ou sans interaction entre le substrat et le matériau à déposer.

² : L'aluminisation est le mécanisme d'interaction physico-chimique entre le fer (provenant du substrat) et son milieu (constitué d'aluminium avec ou sans silicium), conduisant à la formation de phases intermétalliques.

Les différentes méthodes sont d'abord testées sur des échantillons d'aciers parallélépipédiques (20 mm x 10 mm x 20 mm) dont les surfaces sont polies miroir et dégraissées dans un bain à ultrasons avec éthanol. Les couples de diffusion obtenus par les deux premières méthodes (échantillons revêtus d'aluminium par « Cold Spray » et d'alliage d'aluminium par immersion) sont aluminisés en condition isotherme. Le cycle thermique utilisé dans l'aluminisation consiste à une rampe de durée 30 min environ et de température maximale 650 °C, avec de faibles vitesses de chauffage et de refroidissement. Le traitement thermique est effectué sous atmosphère réductrice constituée d'un mélange d'azote (N_2) et d'hydrogène (5 % H_2). L'aluminisation des échantillons revêtus par la méthode « Cold Spray » est réalisée au Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE) permettant l'observation in situ de la croissance des intermétalliques à l'aide du détecteur Electrons Secondaires Gazeux (GSE). L'interface des couples de diffusion, avant et après le traitement thermique d'aluminisation, ainsi que la partie superficielle de l'acier sont caractérisées en utilisant les techniques d'analyse métallographique et microstructurale (DRX, EDS/MEB, Microduromètre).

La méthode choisie pour l'aluminisation des éprouvettes de FT doit vérifier les conditions suivantes :

- ✓ La formation d'une couche intermétallique homogène, continue et bien adhérente,
- ✓ La chute de dureté de l'acier tolérée de moins de $2 \pm 0,5$ HRC par rapport à la dureté initiale,
- ✓ Une interface régulière entre l'acier et la couche intermétallique.

La méthode CVD utilisant le « Pack Cémentation » a été retenue car elle permet, selon les critères de choix précédemment décrits, des résultats optimaux quant aux propriétés de l'interface d'aluminisation. L'énoncé, les résultats et le mécanisme du procédé sont décrits ci-dessous.

B3.2. Aluminisation par « CVD »

B3.2.1. Énoncé

Le matériau d'apport est un mélange d'une poudre composée d'un ciment consommable dilué dans un matériau inerte (Al_2O_3) et d'un activateur de réaction [9]. L'alumine (Al_2O_3) permet d'empêcher le frittage de la poudre. Les deux procédés utilisés s'intitulent « PWA 73 » avec NH_4Cl (3 % en masse) comme activateur, et « Pack Cémentation $AlCl_3$ » où l'activateur est l' $AlCl_3$. Les compositions chimiques respectives des poudres, dont la granulométrie est comprise entre 50 et 75 μm , sont $Al-2NH_4Cl-94Al_2O_3$ et $8Al-2AlCl_3-90Al_2O_3$. L'échantillon d'acier immergé dans la poudre est enfermé dans un creuset en alumine. L'ensemble est chauffé à 500°C sous atmosphère réductrice de (N_2/H_2) pendant 8 heures.

B3.2.2. Résultats

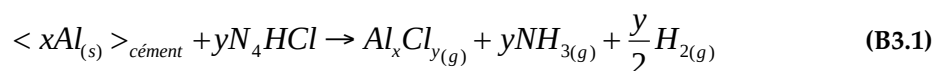
Les échantillons aluminisés par le procédé « PWA 73 » présentent de très faibles quantités de composés intermétalliques isolés, et la surface d'acier devient rugueuse. En revanche, dans le deuxième cas « Pack Cémentation $AlCl_3$ », la couche intermétallique est continue et fortement adhérente au substrat, bien que l'épaisseur soit relativement faible (environ 5 μm). Cela témoigne que, dans le cas de ce procédé, l'aluminisation est lente mais généralisée.

Une vue en coupe, associée aux cartographies X des éléments chimiques (Al-Fe-Cr) de l'interface de l'échantillon aluminisé par « Pack Cémentation AlCl_3 », est présentée sur la Figure B3.1. On distingue une couche intermétallique duplexe avec une partie supérieure poreuse, et une couche compacte contiguë à l'acier. Cette couche inférieure semble monophasée et présente une composition chimique en concordance avec celle de la phase $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$. Toutefois, les travaux de la littérature rapportent que seule une couche composée de la phase $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$ est formée par ce procédé de « Pack Cémentation » [10, 11]. L'analyse de DRX réalisée à partir de la surface de nos échantillons confirme la présence de structures isomorphes à $\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$ et à $\theta\text{-FeAl}_3$, en plus de la phase $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$ (cf. Figure B3.2). La présence d'une proportion importante de $\theta\text{-FeAl}_3$ et $\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$ observé sur les diffractogrammes s'explique par le fait que l'analyse a été réalisée à partir de la surface externe (zone où ces phases se forment). Par ailleurs, Shahverdi et al. [12] soulignent la difficulté de distinguer entre les deux phases $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$ et $\theta\text{-FeAl}_3$ par la DRX, car elles présentent des diffractogrammes très proches.

B3.2.3. Mécanisme et croissance

Dans son étude, Xiang et al. [11] met en évidence les effets de la température, le temps et la composition de la mixture de cémentation sur la cinétique de croissance de la couche intermétallique. Leur étude porte sur le revêtement d'aluminisation d'un acier à 9 % de chrome par le procédé de « Pack cémentation AlCl_3 ». Pour examiner l'effet de la composition du mélange, les auteurs ont fait varier la teneur de l'aluminium dans le Pack ($\text{Al}+\text{AlCl}_3+\text{Al}_2\text{O}_3$). Ils utilisent par ailleurs l' NH_4Cl comme deuxième type d'activateur, avec lequel, ils obtiennent une couche d'alliage hétérogène (fragmentée) et constatent une perte de masse du substrat. Ils obtiennent dans le cas de l'activateur AlCl_3 , une couche continue dont l'épaisseur croît linéairement avec l'élévation de la concentration d'aluminium dans le Pack. Rohr [10] a établi les mêmes conclusions sur l'effet des deux types d'activateur. Toutefois, l'auteur constate un effet inverse lorsque la cémentation est réalisée à des températures plus élevées ($> 700\text{ }^\circ\text{C}$) où le NH_4Cl permet une aluminisation plus importante que dans le cas de AlCl_3 [10]. Or, le principe de la méthode, schématisé sur la Figure B3.5, est le même avec les deux activateurs. Le processus de cémentation utilisant l'activateur AlCl_3 représente par ailleurs un cas particulier de la cémentation avec NH_4Cl bien que le nombre des réactions soit plus réduit pour le premier activateur. Le schéma de réaction globale du Pack Cémentation (cas utilisant NH_4Cl) est décrit par les étapes suivantes :

- a) L'activateur réagit avec l'aluminium, dégageant une atmosphère riche en halogénures métalliques volatiles tels que AlCl_3 , AlCl_2 , AlCl , ou Al_2Cl_4 (cf. Figure B3.3.a),



où les indices (s) » et (g) représentent respectivement l'état gazeux et solide.

- b) Les halogénures diffusent vers l'acier à travers l'alumine qui joue le rôle, entre autre, de support dans la diffusion en phase gazeuse (cf. Figure B3.3.c),

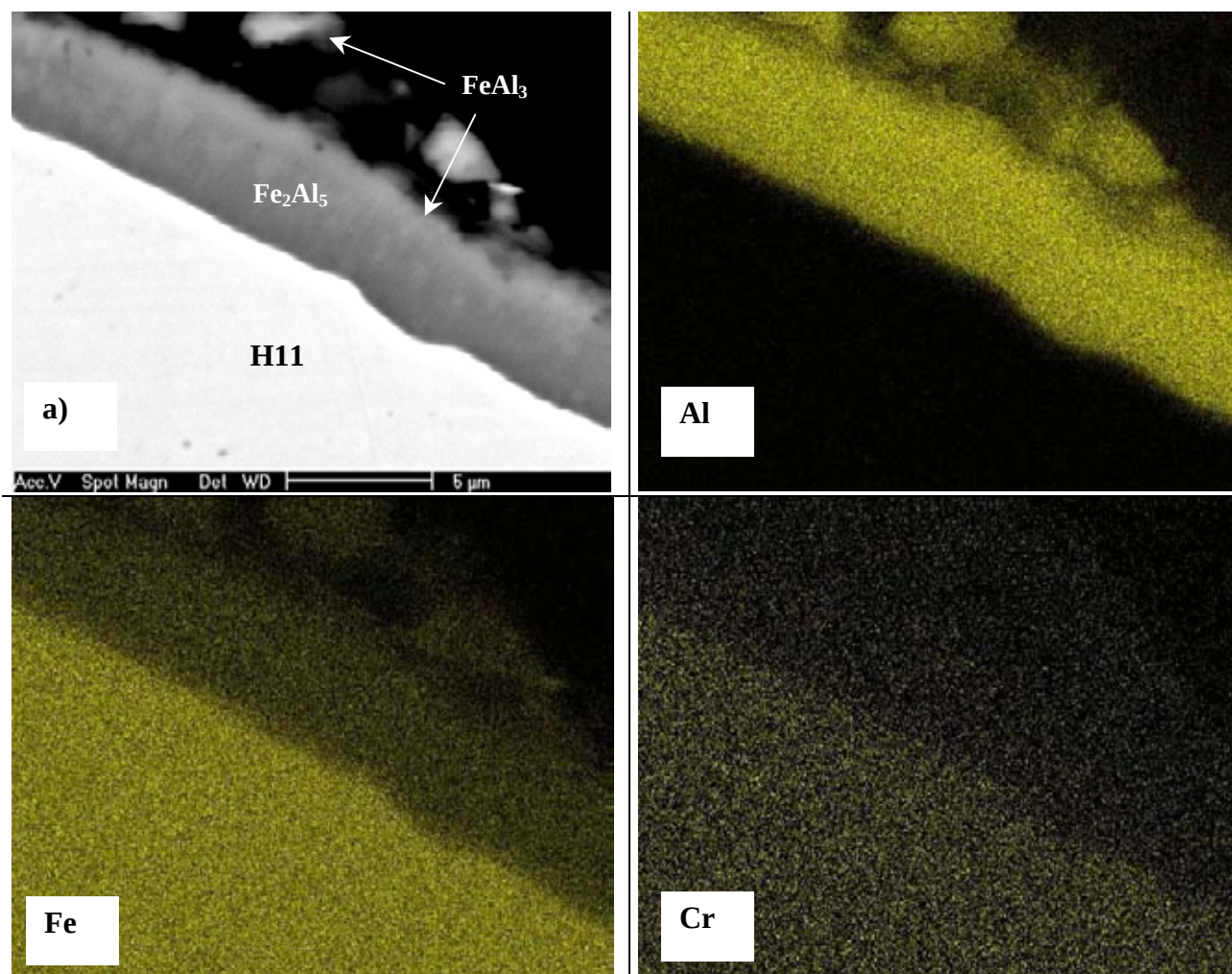


Figure B3.1 : Vue micrographique et répartition des éléments chimiques Al, Fe, Cr (cartographie EDX) dans la zone de l'interface de l'éprouvette aluminisée par le procédé « Pack Cémentation AlCl₃ »

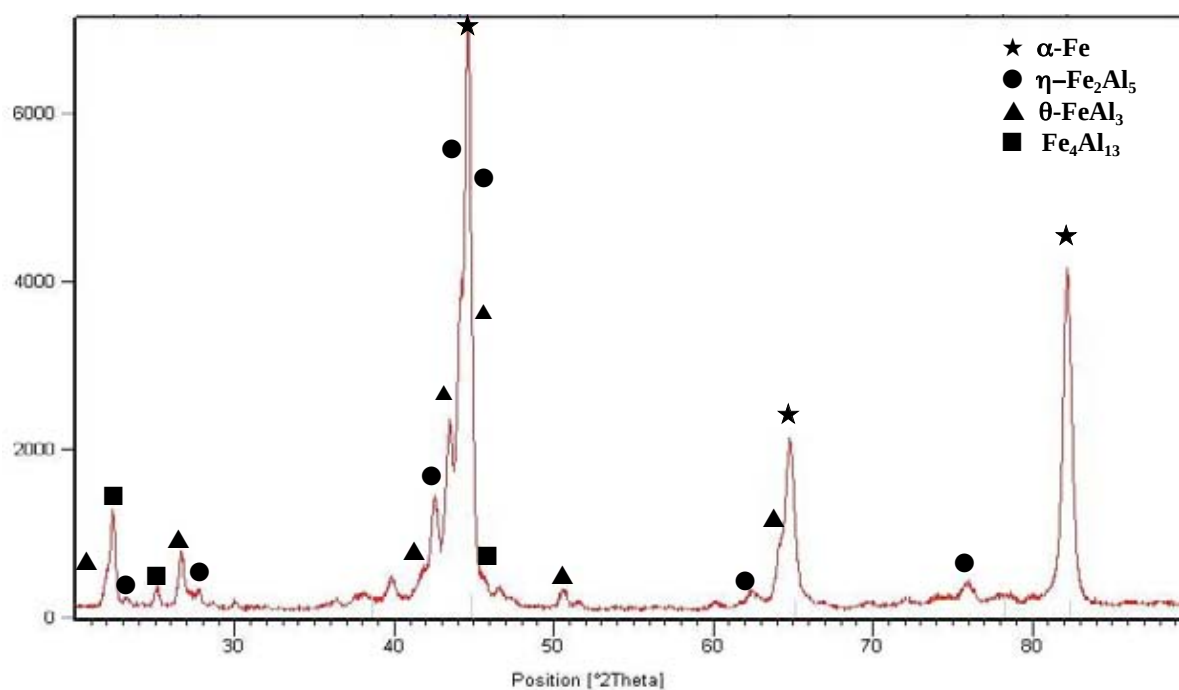


Figure B3.2 : Diffractogramme obtenu par DRX à partir de la surface de l'échantillon aluminisé par le procédé de « Pack Cémentation AlCl₃ »

- c) Les halogénures diffus sont adsorbés à la surface de l'acier (cf. Figure B3.3.f et d), puis se décomposent selon les réactions suivantes :

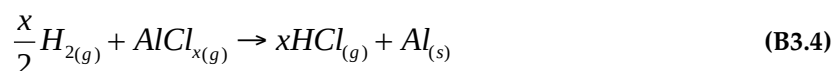
réaction de dissmutation des halogénures (dans laquelle l'élément est réduit et oxydé en même temps) :



réaction d'échange :



réaction de réduction d'halogénure :



et réaction de dissolution :



- d) L'aluminium libéré en surface diffuse à l'état atomique dans le substrat pour interagir avec les atomes de fer, formant ensemble les phases inter-métalliques (cf. Figure B3.3.e),
- e) Les réactions continuent en surface par la désorption des halogénures produits par les réactions de l'étape (c). Les halogénures réintègrent de nouveau le ciment (cf. Figure B3.3.f et d),

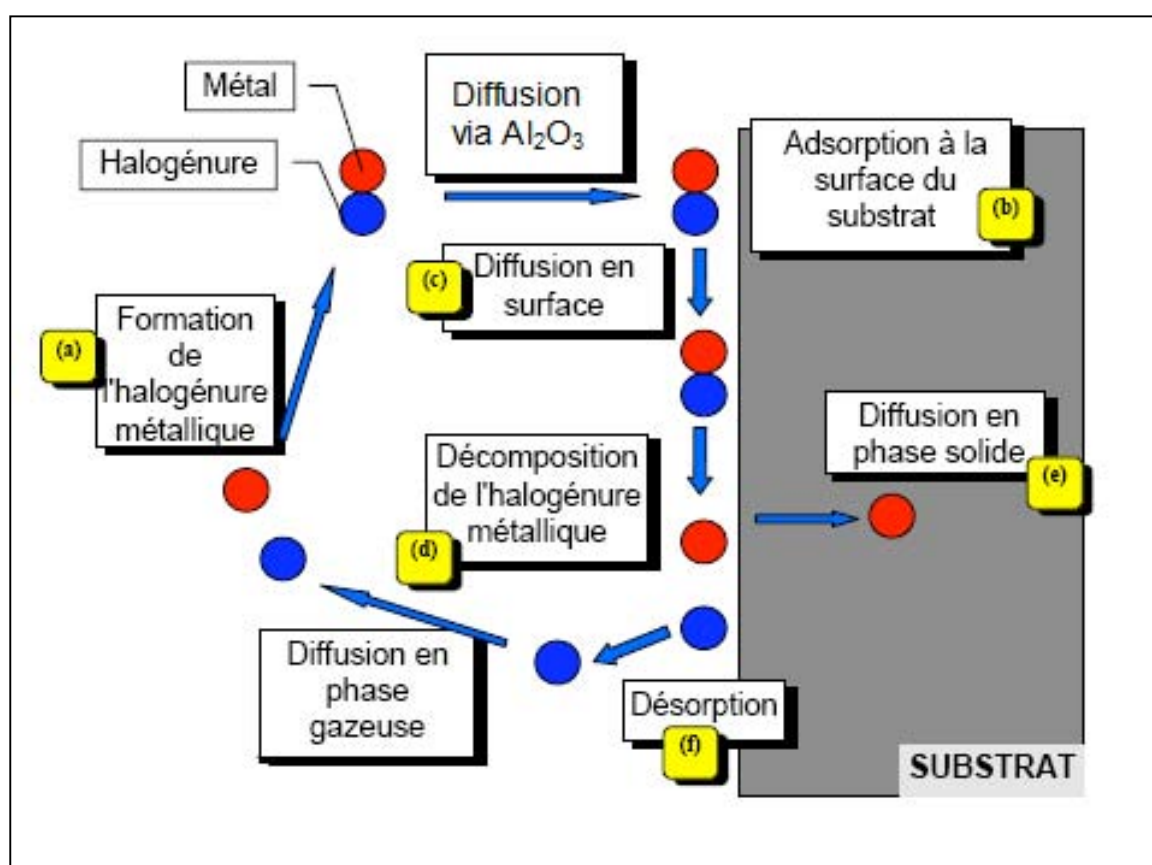


Figure B3.3 : Schéma du processus d'aluminisation par le procédé du « Pack Cémentation » [13]

La prédominance de l'une des réactions de décomposition (Équation B3.2-5) dépend principalement de la stabilité de l'halogénure formé par la réaction donnée par l'Équation B3.1. La déposition d'aluminium, conduisant à l'aluminisation, se produit selon l'Équation B3.2 si :

- ✓ La pression partielle des halogénures du substrat (du fer notamment) est faible,
- ✓ Les pressions partielles des halogénures d'aluminium, entre le « Pack » et la surface du substrat, sont équivalentes (pas de gradients de concentration d'halogénures), pour permettre la libération des atomes d'aluminium.

Dans le cas où la première condition ne serait pas satisfaite (pression partielle des halogénures du substrat proche de celle des halogénures de l'élément de revêtement de source), la contribution de la réaction d'échange (cf. Équation B3.3) devient de plus en plus importante. La forte consommation des éléments de base entraîne en effet la dissolution de la matrice et l'augmentation des porosités dans la couche d'intermétallique (Fe-Al). Cela peut expliquer la chute de masse et de la fragmentation de la couche d'intermétallique constatées par Xiang lors de la cémentation par le chlorure d'ammonium [11]. Une interprétation basée sur l'analyse des propriétés thermodynamiques des différents halogénures issus de la réaction B.1 a été donnée par Rohr [10]. Sur la Figure B3.4 sont rapportées les évolutions de l'activité des halogénures en fonction de la température, calculées par le logiciel de calcul thermodynamique HSC [10]. L'auteur déduit également les flux d'atomes d'aluminium transportés par chaque halogénure vers le substrat.

✓ Cas du « pack cémentation » utilisant NH_4Cl

En se basant sur ses résultats de simulation (cf. Figure B3.4), Rohr conclut que dans une configuration similaire aux conditions de nos essais (500 °C), la formation de la couche intermétallique est inhibée à cause de l'immobilité des espèces gazeuses, notamment dans la direction du substrat. Cela est lié en effet aux gradients de concentration d'halogénures défavorables à leur diffusion vers l'acier. Le transport dans ce sens se traduit par la diminution de l'apport d'aluminium (transporté vers le substrat par les halogénures), induisant ainsi une faible croissance de la couche intermétallique.

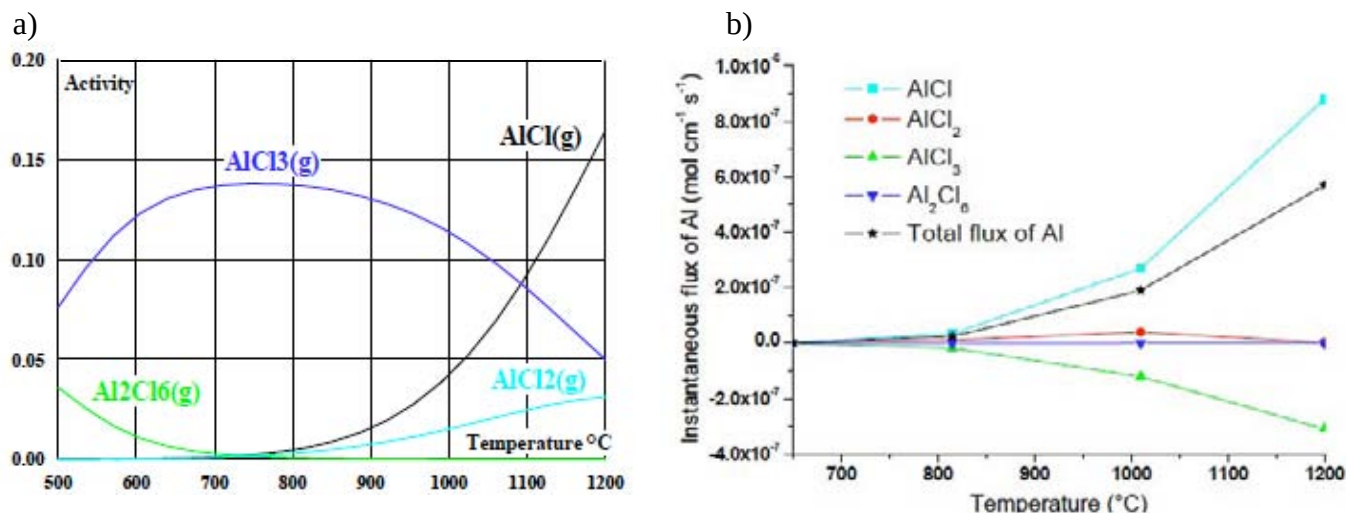


Figure B3.4 : a) Évolution avec la température de l'activité des chlorures d'aluminium obtenus par « Pack Cémentation » (NH_4Cl) et b) des flux de diffusion d'aluminium transporté par chaque halogénure [10]

On remarque sur la Figure B3.4.a que $\text{AlCl}_{3(g)}$ est le principal halogénure susceptible de se former pour les températures inférieures à 700 °C (halogénure le plus actif). En revanche, la stabilité des halogénures AlCl_2 et AlCl leur confère le rôle de déposition d'aluminium sur le substrat. AlCl_2 et AlCl se décomposent en effet par disproportionnement (Équation B3.2) selon les réactions suivantes :

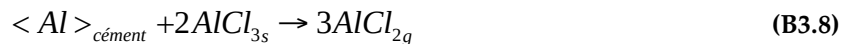


Dans ces réactions, AlCl_3 et AlCl_2 satisfont l'équilibre de disproportionnement et AlCl_3 satisfait l'équilibre de réduction. La déposition de l'aluminium (libération d'atomes d'aluminium à proximité du substrat) s'accompagne ainsi par une formation accrue d' AlCl_3 , qui s'accumule sur la surface de l'acier. L'élévation de la pression partielle des halogénures à côté de l'acier entraîne une diffusion dans un sens inverse (vers le Pack). La migration des halogénures issus de la réaction d'échange conduit à la dissolution de la couche intermétallique, et de celle du substrat. Le calcul des flux de diffusion confirme cette thèse, où la diffusion équivalente des atomes d'aluminium est presque nulle dans ce procédé. Toutefois, l'activité des halogénures s'inverse à haute température en faveur de l' AlCl , dont la capacité de transport de l'aluminium est importante, indiquant par là que le procédé est approprié pour les températures élevées.

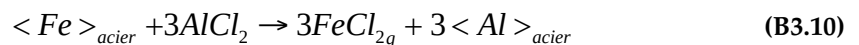
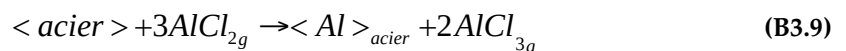
Cas du « pack cémentation » utilisant l' AlCl_3

Dans ce cas, l'activité thermodynamique est toujours plus importante du côté du « Pack » (concentration élevée en AlCl_3), favorisant ainsi le flux d'espèces gazeuses vers le substrat. Les réactions s'écrivent comme suit :

dans le ciment :



dans l'acier :



B3.3. Conclusion

Bien que l'interaction à l'état solide/liquide soit plus proche de l'aluminisation d'un moule industriel en conditions réelles, le choix du procédé d'aluminisation des éprouvettes de fatigue thermique s'est orienté vers la méthode par voie gazeuse (« Pack cémentation ») ou CVD utilisant l'activateur AlCl_3 , pour des raisons pratiques. En effet, ce procédé ne nécessite qu'une seule étape et permet une aluminisation plus homogène, y compris sur des géométries complexes. D'autre part, elle s'effectue à des températures voisines de 500°C, qui n'induisent pas de transformations microstructurales majeures de l'acier (changement de dureté en particulier).

B3.4. Références bibliographiques

1. Andrews, D., *The Protection on Iron and Steel by Aluminium Coatings*. METALLURGIA, october, 1960: p. 153-158.
2. Nicholls, J., *The Production and Properties of Aluminium Coatings*. Product Finishing, October, 1962. **15** (10): p. 61-68.
3. Nicholls, J., *Zinc and aluminium diffusion coatings*. METALLURGIA, Rebruary, 1967. **75**(448): p. 57-66.
4. Sprowl, J., *Production and uses of aluminized steel*. Iron and Steel Engineer, 1961. **38**(10): p. 96-103.
5. Stroup, P. and G. Purdy, *Aluminum Coating of Steel* A Comparison of Various Processes. Metal Progress, 1950. **57**: p. 59.
6. Zhao, L., et al., *Deposition of aluminium alloy Al 12 Si by cold spraying*. Advanced engineering materials(Print), 2006. **8**(4).
7. Lakhtine, I., *Traitement Thermo-Chimique de l'Acier*, in *Métallographie et Traitements thermiques des Métaux*, E.M. Moscou, Editor. p. p. 259.
8. Gaillard-Allemand, B., et al., *Passivation of Nickel-Based Superalloy Inconel 690 by Pack-Cementation Chromium Coating*. Materials Science Forum, 2001. **369** : p. 735-742.
9. Weronski, A. and T. Hejwowski, *Thermal fatigue of metals*. Marcel Dekker , Inc. ed, ed. M. engineering. 1991. 366 p.
10. Rohr, V., *Développement de Revêtements pour les Aciers d'Echangeurs Thermiques et Amélioration de leur Résistance à la Corrosion en Environnement Simulant les Fumées de Combustion de Charbon*. Thèse Doctorat à l'Institut National Polytechnique de Toulouse. 2005.
11. Xiang, Z. et P. Datta, *Kinetics of low-temperature pack aluminide coating formation on alloy steels*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2006. **37**(11): p. 3359-3365.
12. Shahverdi, H., et al., *Microstructural analysis of interfacial reaction between molten aluminium and solid iron*. Journal of Materials Processing Tech., 2002. **124**(3): p. 345-352.
13. Zamoum, F., *Nouveaux Matériaux à base de Niobium et de Molybdène pour Turbines Aéronautiques : - Relations de Phases et Oxydation - Elaboration de Nouveau Revêtements*. Thèse Doctorat à l'Université Henri Poincaré de Nancy, 2008.

Annexe C

Annexe C1. Présentation synthétique des essais de FT

Dans le Tableau C1.1 sont récapitulés les essais de FT réalisés au cours de cette étude. Les paramètres correspondant à chaque essai sont également reportés.

Désignation d'éprouvette	Caractéristique d'éprouvette	Cycle thermique	Atmosphère
SR301	Section réduite 3 mm	100-650°C tch = 0.6 s	Air
SR302	Section réduite 3 mm	100-550°C tch = 0.6 s	Air
SRG	Section de tupe « Glenly »	100-650°C tch = 1.3 s	Air
SR101	Section réduite 1mm	100-650°C tch = 1.2 s	Air
SR102	Section réduite 1mm	100-650°C tch = 1.2 s	Argon (vide à ~0,05 mb)
SR103	Section réduite 1mm	100-650°C tch = 1.3 s	Air
SR104	Section réduite 1mm	100-600°C tch = 1.1 s	Air
SR105	Section réduite 1mm	100-600°C tch = 1.1 s	Air
SR106	Section réduite 1mm	100-650°C tch = 1.3 s	Azote (vide à ~5e ⁻⁵ mb)
SR107	Section réduite 1mm	100-600°C tch = 1.1 s	Azote (vide à ~5e ⁻⁵ mb)
SR108*	Section réduite 1mm Préaluminisé (CVD)*	100-650°C tch = 1.3 s	Azote (vide à ~5e ⁻⁵ mb)
SR109*	Section réduite 1mm Préaluminisé (CVD)*	100-650°C tch = 1.3 s	Air
SR115	Section réduite 1mm	100-550°C tch = 0.9 s	Air
FTC*	Eprouvette cylindrique H = 40 mm R = 15 mm	100-650°C tch = 3,4 s	Air

Tableau C1.1 : Récapitulatif des essais de FT et des conditions de test

*: Éprouvette revêtue par Pack Cementation avec un dépôt d'intermétallique d'environ 5 µm d'épaisseur

Annexe C2. Effet de l'environnement sur l'endommagement superficiel des éprouvettes de FT

Dans cette Annexe sont présentées les planches illustrant les effets de l'environnement sur l'endommagement observé sur les éprouvettes de FT, testées sous différentes conditions atmosphériques. La Planche C2.1 représente l'endommagement superficiel représenté par des micrographies avec des vue en surface et en coupe réalisées au MEB (mode BSE). Elle montre les différents aspects d'oxyde (en coupe et en surface) et le mécanisme de la microfissuration de l'acier, de l'oxyde et de l'intermétallique. Les micrographies représentées sur la Planche C2.2 sont pour leur part réalisées en coupe en fin d'essai. Elles permettent de schématiser l'évolution de la fissuration, de l'amorçage à la propagation, en analysant différents endroits de l'éprouvette. Cette planche illustre également le rôle de l'environnement sur le mécanisme de la propagation.

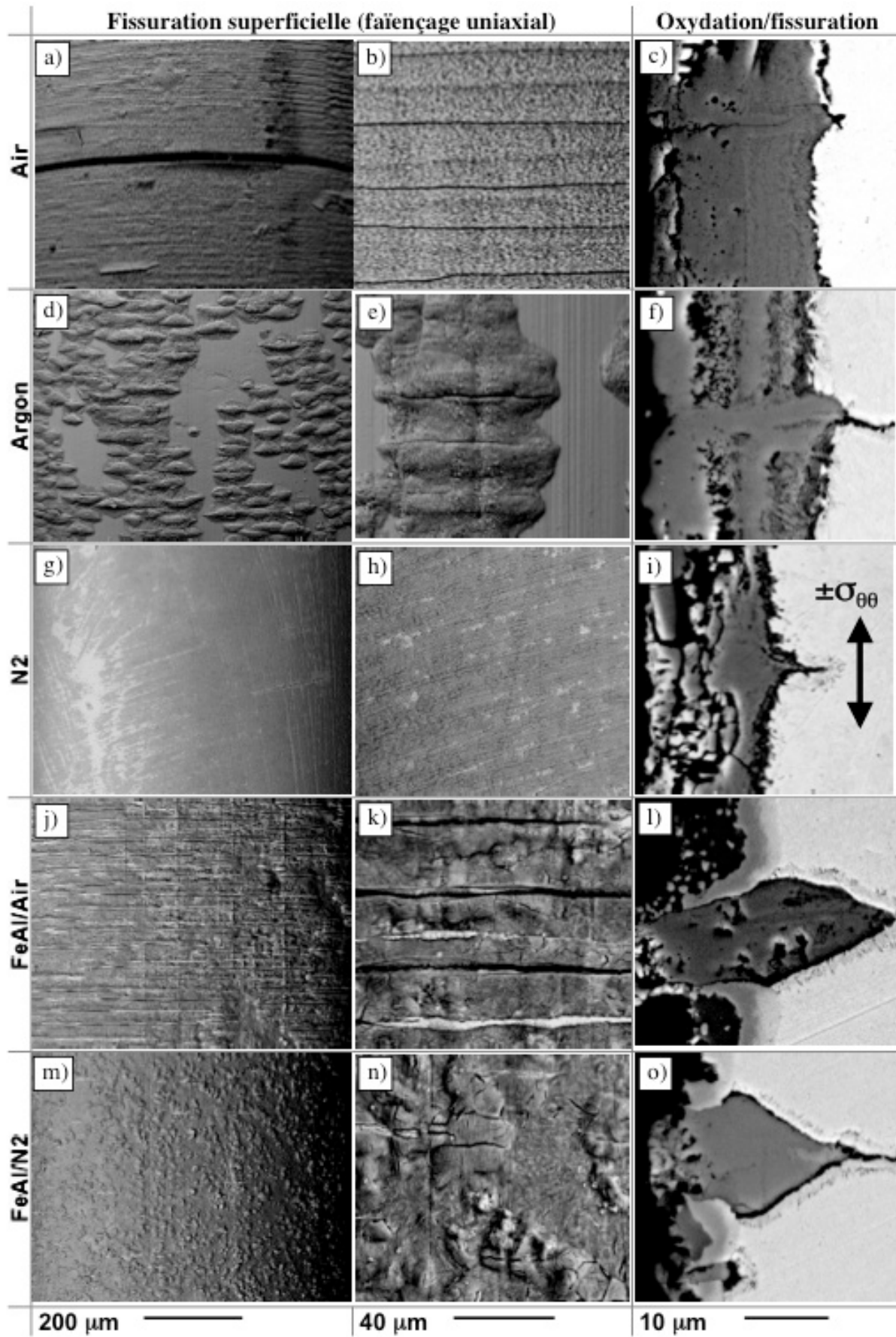


Figure C2.1 : Mécanismes d'oxydation et de la microfissuration superficielle (rôle de l'atmosphère et de l'environnement)

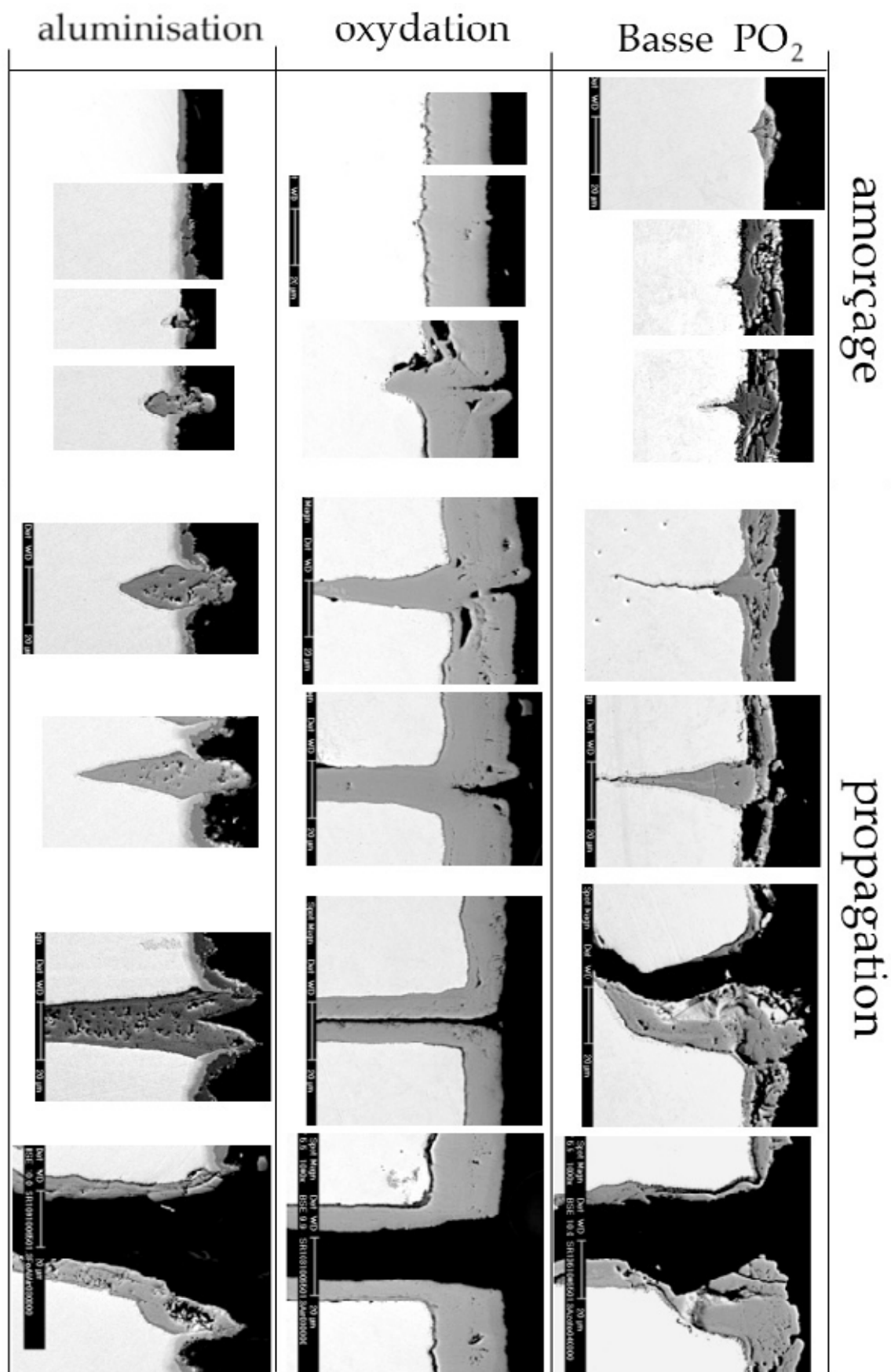


Figure C2.2: Mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures (rôle de l'atmosphère et de l'environnement)

Annexe D

Annexe D1. Détermination des conditions aux limites

Dans cette annexe, sont présentés les méthodes et les résultats des calculs de paramètres liés aux conditions aux limites déterminés par les conditions d'essai de FT. La technique employée pour déterminer les variations du flux thermique au cours des cycles de FT est présentée et les résultats obtenus sont illustrés. Enfin, la méthode analytique ayant servi au calcul du coefficient de transfert de chaleur dû à la convection forcée est présentée.

D1.1. Identification des flux thermique d'induction

D1.1.1. Procédé

La variation du flux thermique d'induction a été estimée par des mesures de champs électromagnétiques. Le procédé consiste à capter les ondes émises par le signal électromagnétique d'induction pendant le cycle de FT.

Une antenne sommaire (bobine de fil métallique isolé) placée à côté de l'inducteur est utilisée pour capter les signaux de l'inducteur (cf. Figure D1.1). Ils sont transmis à un oscilloscope permettant l'affichage de l'évolution de la tension induite en fonction du temps. Les courbes d'évolution sont acquises en format d'image, puis traitées afin d'établir les évolutions de l'amplitude du signal au cours de chaque cycle étudié.

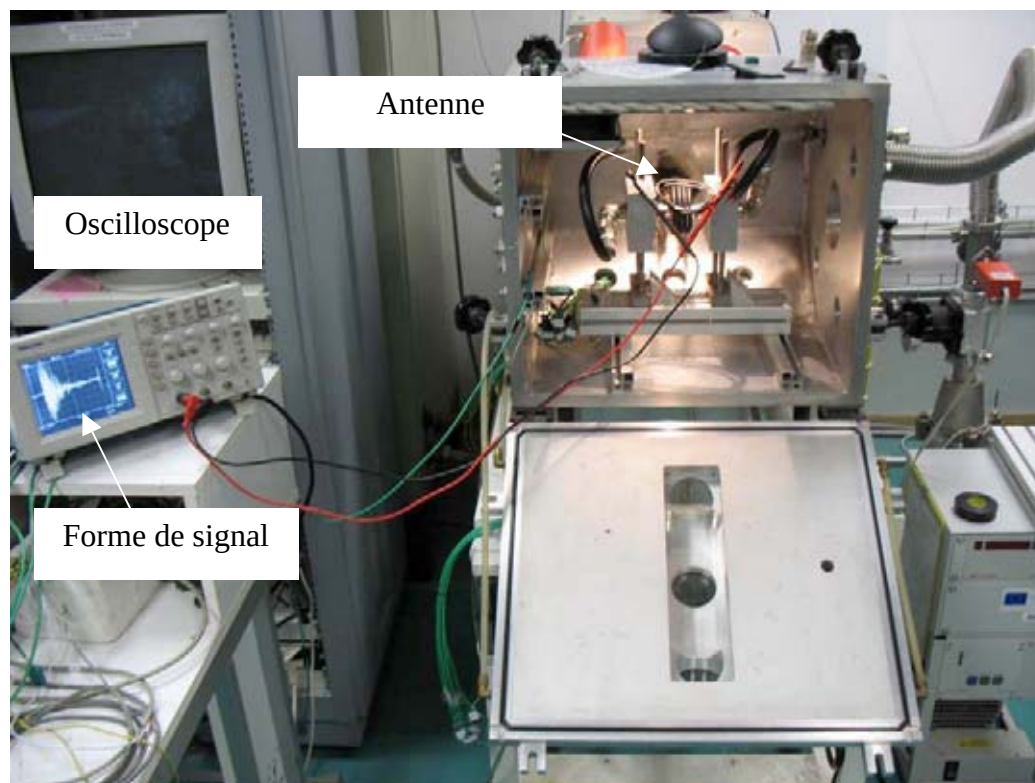


Figure D1.1: Vue d'ensemble du dispositif utilisé pour la mesure des champs électromagnétiques

D1.1.2. Résultats de l'analyse électromagnétique

L'évolution de l'amplitude du signal électromagnétique au cours d'un cycle de FT et pour les différentes conditions thermiques opérées est représentée dans la Figure D1.2. Dans le même graphe sont présentées les variations des densités de flux utilisées dans la simulation numérique. Les valeurs respectives de l'amplitude de la tension du signal capté ainsi que celle de la densité du flux sont exprimées sans dimension (normalisées). Les courbes montrent une montée identique pendant la période de chauffage, corroborant les résultats des mesures de température à ce stade. De même, les amplitudes de puissance imposée au générateur sont très proches pour les trois types de sollicitations. Pendant le refroidissement, la décroissance des flux a été réajustée par corrélation entre les températures mesurées et calculées. La descente progressive de l'amplitude du signal témoigne de la présence d'un flux résiduel appliqué pendant le refroidissement. Ce flux résulte du pilotage automatique du générateur, afin de reproduire des cycles identiques durant tout le test. L'erreur induite par ces « anomalies » devient importante par rapport à la valeur de la tension mesurée aux faibles amplitudes. Ceci peut être à l'origine de l'écart trouvé entre la courbe révélée expérimentalement et l'évolution retenue pour la simulation, sachant qu'en simulation, la non considération de ces flux induit des écarts entre les températures mesurées et calculées, en fin de cycle (cf. Figure V.10), bien que la différence reste négligeable.

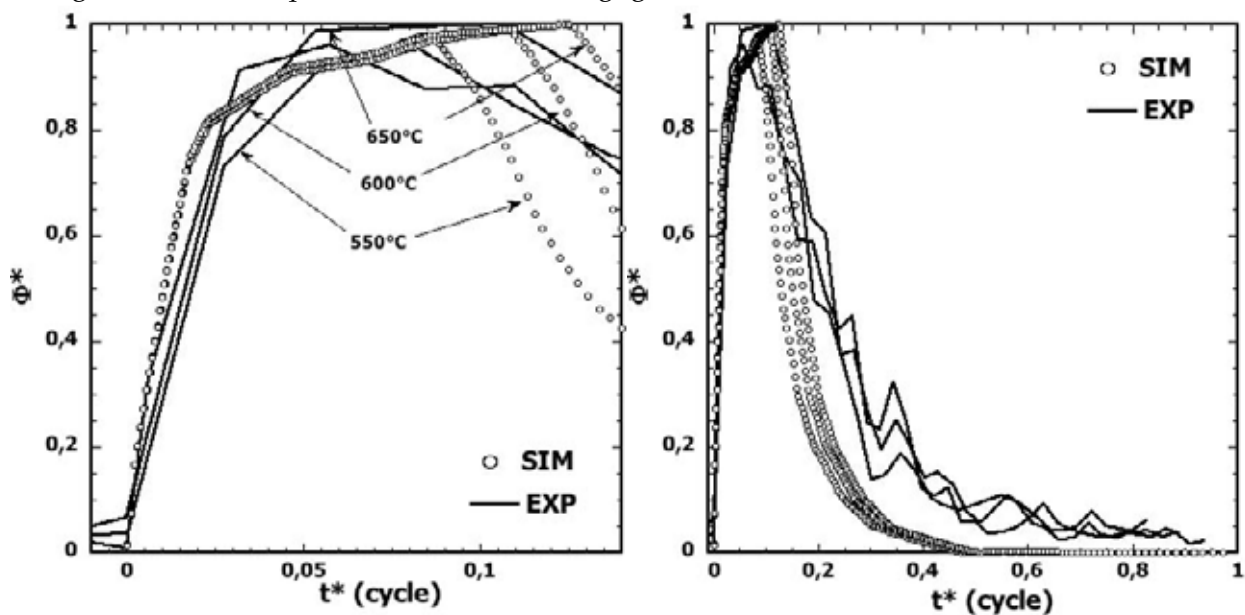
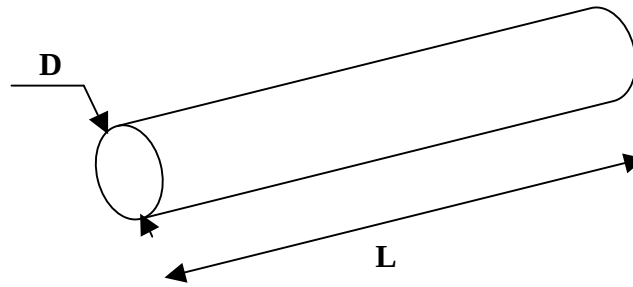


Figure D1.2: Evolution de l'amplitude en valeur normalisée, de la tension du signal électromagnétique mesuré et celle de la densité de flux de chaleur utilisée dans la simulation au cours des cycles de FT

D1.2. Détermination du coefficient d'échange thermique

D1.2.1. Énoncé

Le coefficient d'échange thermique entre la paroi interne de l'éprouvette de FT et l'eau de refroidissement désigné par « h_{eau} », a été déterminé analytiquement. Le calcul consiste à appliquer des formules empiriques spécifiques à la convection forcée dans le cas d'une conduite cylindrique solide (cf. Figure D1.3), traversée par un fluide dont l'écoulement est en régime turbulent [1].



L : longueur de la conduite

D : diamètre intérieur du cylindre

Figure D1.3 : Cas d'application pour le calcul du coefficient d'échange thermique

Le coefficient d'échange est calculé à partir du nombre de Nusselt « Nu », de la conductivité thermique « λ » du fluide à l'interface d'échange, et du diamètre interne de la conduite suivant l'Equation D1.1 :

$$Nu = \frac{D h_{eau}}{\lambda} \Rightarrow h_{eau} = \frac{\lambda Nu}{D} \quad (D1.1)$$

Le nombre de Nusselt est déterminé par la corrélation de Colburn (Equation D1.2) en vérifiant les conditions reportées ci-dessous:

$$Nu = 0.023 \cdot Re^{0.8} \cdot Pr^{1/3} \quad (D1.2)$$

Re : nombre de Reynolds avec $10^4 > Re > 2300$ (écoulement turbulent)

Pr : nombre de Prandlt avec $0.7 > Pr > 120$

et pour : $L/D > 60$

Les nombres adimensionnels de Reynolds et de Prandlt sont définis respectivement par les Equations (D1.3) et (D1.4),

$$Re = \frac{V D}{\nu} \quad (D1.3)$$

$$Pr = \frac{\eta C_p}{\lambda} \quad (D1.4)$$

où :

η : viscosité dynamique $\eta = \nu \cdot \rho$, ν : viscosité cinématique, ρ : masse volumique

C_p : chaleur massique, V : vitesse du fluide $V = \frac{4 \cdot Q}{\pi D^2}$, Q : débit du fluide

λ , η , ν et ρ sont les propriétés physiques du film visqueux formé par l'eau à l'interface de l'échange et dépendent de la température. Cette dernière est estimée en moyennant la température de l'eau de refroidissement et celle de la frontière du solide aux minima et maxima du cycle thermique. Les propriétés de l'eau à différentes températures sont données par la référence [2].

D1.2 2. Application numérique au cas de l'essai de FT

Dans les conditions d'essais de FT réalisés, les données expérimentales nécessaires pour le calcul du coefficient d'échange thermique sont :

- ✓ Le diamètre intérieur des éprouvettes de FT qui est égal à 10 mm,
- ✓ Le débit d'eau de refroidissement qui est en réalité fluctuant entre 5 et 10 l/min,
- ✓ La vitesse de l'eau à l'intérieur de l'éprouvette,
- ✓ La température de l'eau de refroidissement : $T_{\text{eau}} = 293 \text{ °K}$ (20 °C),
- ✓ La température du film : $T_{\text{film}} = \frac{T_p + T_{\text{eau}}}{2}$. La température de la paroi interne de l'éprouvette

(T_p) a été estimée, par les mesures thermiques réalisées sur une éprouvette (CFT) instrumentée, varier entre 40 et 100 °C durant le cycle thermique de référence 100-650 °C avec un temps de chauffage égale à $t_{\text{ch}} = 1.2 \text{ s}$.

Le coefficient d'échange par la convection à l'eau forcée a été déterminé par l'approche citée ci-dessus, dans une plage de température comprise entre 20 et 60 °C et pour des valeurs du débit d'eau allant de 5 à 20 l/min. Les bornes de l'intervalle thermique sont considérées comme les valeurs minimale et maximale que peut atteindre la température de l'eau aux interfaces. Dans le calcul thermique par MEF, la valeur de h_{eau} est ajustée dans la fourchette des valeurs de h_{eau} ainsi déterminées (cf. Tableau D1.1).

Les résultats de calcul montrent que la température de la zone d'échange n'influe pas beaucoup sur le flux d'échange qui semble fortement dépendant du débit d'eau. La valeur de h_{eau} requise pour le calcul thermique est égale à 8000 W/(m².K).

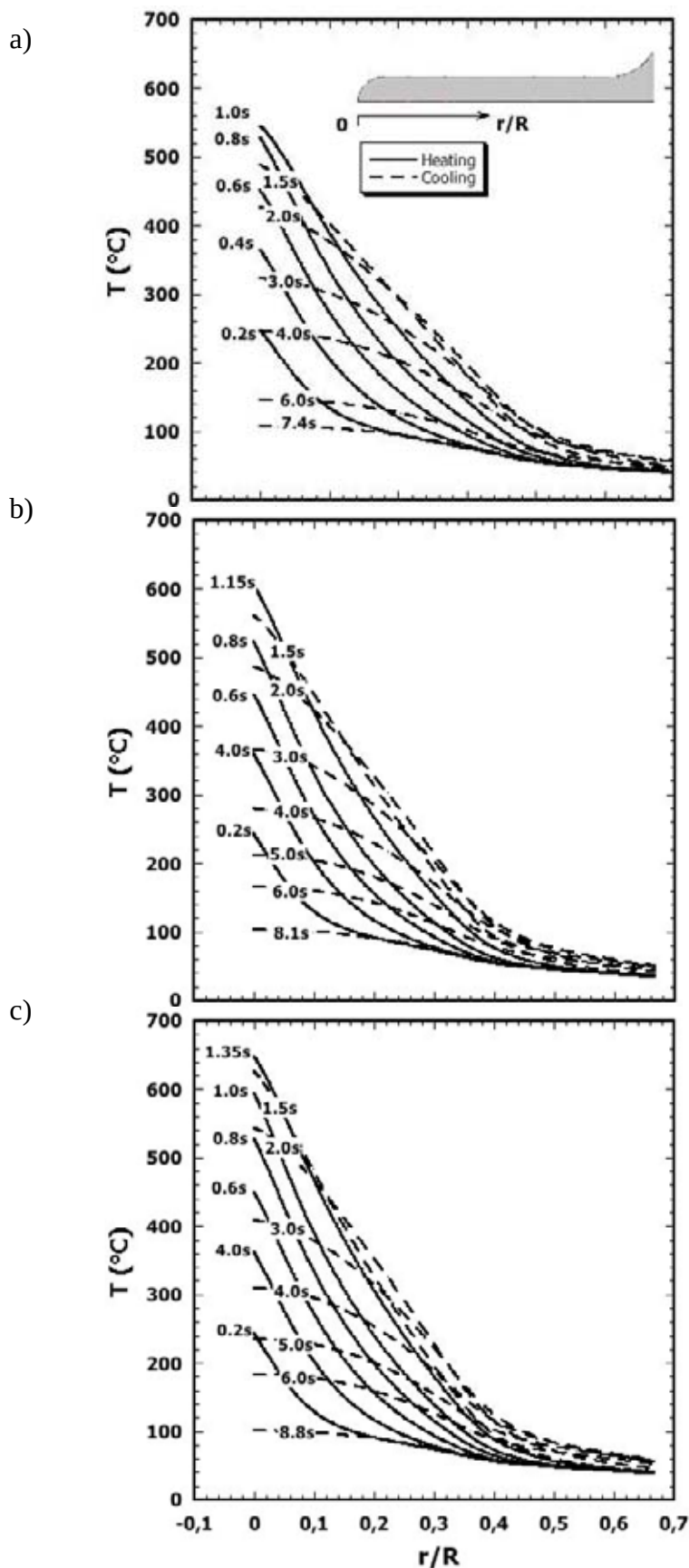
T_{film} °C	Q l.min ⁻¹	V m.s ⁻¹	ρ Kg.m ⁻³	C_p J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	η 10 ⁻⁶ .Pa.s	ν 10 ⁻⁶ .m ² .s ⁻¹	λ W. m ⁻¹ .K ⁻¹	Pr	Re	Nu	h_{eau} W. m ⁻² .K ⁻¹
20	5	1,060	998,2	4185	999,70	1,002	0,557	7,51	10583	74,19	4133
	10	2,120						7,51	21187	129,29	7201
	15	3,180						7,51	31780	178,80	9961
	20	4,240						5,51	42373	225,10	12539
30	5	1,060	995,6	4180	793,84	0,797	0,540	6,15	13294	83,36	4498
40			992,2	4179	647,87	0,652	0,520	5,20	16233	92,54	4818
50			988,0	4180	540,30	0,546	0,500	4,51	19384	101,79	5091
60			983,2	4183	458,50	0,466	0,478	4,01	22727	111,20	5315

Tableau D1.1 : Données utilisées dans le calcul du coefficient d'échange thermique h_{eau}
(Propriétés de l'eau [2])

D1.3. Références bibliographiques

1. Ozisik, M., *Heat transfer: a basic approach*. 1985: McGraw-Hill Companies.
2. Wagner, W., et al., *The IAPWS industrial formulation 1997 for the thermodynamic properties of water and steam*. Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, 2000. **122**: p. 37.

Annexe D2. Profils thermiques lors des cycles de FT



Annexe D3. Principe de superposition

Le principe de superposition est utilisé dans les cas complexes, préconisant de ramener le problème traité à une série de problèmes déjà résolus (cf. Figure D3.1).

Le principe consiste à rechercher tout d'abord la solution pour la structure saine (sans fissure) dans laquelle seront déterminées les distributions des contraintes et déformations en tout point et à chaque instant du cycle en considérant les mêmes conditions aux limites. Ensuite, des solutions spécifiques à des formes particulières, que l'on peut retrouver dans des livres de références [1], seront utilisées pour établir le FIC pour un chargement interne donné, appliqué sur les lèvres de la fissure.

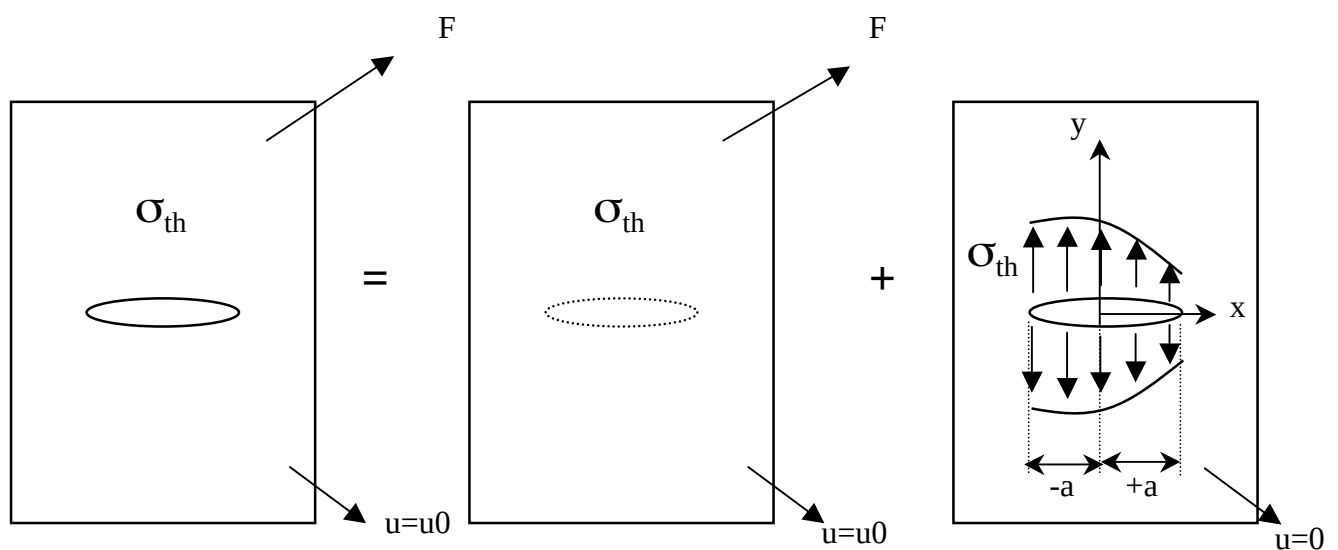


Figure D3.1 : Schéma représentatif du principe de la superposition [2]

D3.1. Références bibliographiques

1. Sih, G., *Handbook of stress-intensity factors: Stress-intensity factor solutions and formulas for reference*. Bethlehem, Pa., Lehigh University, 1973. p. 815.
2. Rooke, D., F. Baratta, et D. Cartwright, *Simple methods of determining stress intensity factors*. Engineering Fracture Mechanics, 1981. 14(2): p. 397-426.

TITRE : Study of thermal fatigue Aluminium Die –Casting Dies damage : effect of interaction with aluminizing and oxydation

Hot work tool steels damage results of a combination of Thermal Fatigue (TF) and various environmental mechanisms, especially in the case of Aluminium Die Casting. This complex damage mechanism has been observed in real life conditions as well as in laboratory tests. Beyond 500 °C, a duplex oxide layer grows on the surface of H11-13 steels exposed to ambient air. The inner layer is rich in chromium whereas the outer layer is poor. Otherwise, during contact with molten aluminium alloy, the iron from the steel interacts with aluminium atoms and forms a multiphase intermetallic layer at their interface. An experimental approach based on the decoupling of loading was designed to study damage mechanisms individually and under complex conditions.

In a first step, a immersion test is carried out to examine the interaction between X38CrMoV5 tool steel and a molten AlSi9Cu3 alloy under static and isothermal conditions. The growth of the intermetallic layer is governed by diffusion and is largely dependent on a dissolution phenomenon which accelerates beyond 650 °C.

In the second step, a new induction thermal fatigue rig used in air and/or inert atmospheres with reduced PO₂, has been set up to study the combined effects of thermal fatigue and oxidation. Disk shaped axi-symmetric test specimens made from pre-aluminised or virgin X38CrMoV5 steel were used. Thermal fatigue experiments are performed with different thermal cycle at the edge, where T_{min} = 100 °C and T_{max} = 550 to 650 °C with heating rates of 420 °C.s⁻¹. At 550 °C, damage in the case of virgin steel is due to cyclic scaling of the oxide layer and no macro-cracking is observed until 400,000 cycles. Beyond 550 °C, when the superficial layer (oxide or intermetallic) is compact and has strong adhesion to the base metal, it first undergoes regular and parallel micro-cracking. From these “un-iaxial heat checking”, several macroscopic cracks propagate in the steel. However, in the absence of a compact outer layer, macro-cracks appear simultaneously as soon as the steel reaches a critical cyclic softening. At macroscopic scale, the macro-cracks propagate in mode I perpendicularly to the ortho-radial axis. The depth of these macro-cracks depends on their number.

A finite element thermo-mechanical analysis was performed. The material models used in this analyses were based on “thermo elastic-plastic” (EP) and “thermo-elasto-visco plastic” (EVP) behaviour. It is shown that the behaviour model selection is not significant if the stress life approach of prediction is used. However, the EVP model is found to be better adapted if other parameters (such as the maximum stress at crack initiation) is considered, because it takes into account time-related effects (e.g. loading rate and microstructure evolution). The concept of linear fracture mechanics was used as the crack propagation criterion. The Stress Intensity Factor (SIF) was calculated using the weight function of Bueckner and was validated through measurement of residual crack opening distance at ambient temperature.

KEY-WORDS : Aluminium High Pressure Die Casting, tool steels, thermal fatigue, oxidation, aluminisation, crack initiation, crack propagation, stress intensity factor, crack opening.

AUTEUR : Mehdi SALEM

TITRE : Étude de l'endommagement par fatigue thermique des moules de fonderie sous pression d'aluminium : effet de l'interaction avec l'aluminisation et l'oxydation.

DIRECTEUR DE THESE : Farhad rézaï-Aria

LE LIEU ET LA DATE DE LA SOUTENANCE : Albi le 16 novembre 2009

Dans les conditions industrielles comme dans les essais de laboratoire, l'endommagement des aciers à outils de mise en forme à chaud, en particulier en fonderie sous pression d'aluminium, se fait par un couplage complexe entre Fatigue Thermique (FT) et mécanismes de dégradation sous l'effet de l'environnement. En effet, à partir de 500 °C sous air ambiant, une couche d'oxyde de fer duplex, constituée d'une partie interne riche en chrome et d'une partie externe pauvre en chrome, se forme sur la surface de l'acier. Par ailleurs, lors du contact avec l'alliage d'aluminium en fusion, l'interaction entre l'aluminium et le fer entraîne la croissance d'une couche intermétallique polyphasée.

Nous avons développé une approche expérimentale consistant à découpler les sollicitations afin d'étudier les différents mécanismes d'endommagement de manière distincte ainsi que sous conditions complexes. Un essai de corrosion dans un bain fondu a permis d'étudier l'aluminisation entre l'alliage d'aluminium AlSi9Cu3 et l'acier à outil X38CrMoV5, en conditions statique et isotherme. L'évolution de l'épaisseur totale de la couche intermétallique, régie par la diffusion, est considérablement influencée par les phénomènes de dissolution notamment au-delà de 650 °C. D'autre part, un banc d'essai de FT par induction, travaillant sous différentes atmosphères et pressions partielles d'oxygène, a permis d'étudier les effets de l'oxydation. Des éprouvettes axisymétriques en forme de disque, vierges ou pré-aluminisées, ont été soumises à différents cycles thermiques ($T_{\min} = 100$ °C, $T_{\max}$ de 550 à 650 °C à l'extrémité de l'éprouvette), avec une vitesse de chauffage constante (420 °C.s⁻¹). À 550 °C, l'endommagement se fait par écaillage cyclique de la couche d'oxyde ; aucune macro-fissuration n'est observée jusqu'à 400 000 cycles. Au delà de cette température, lorsque la couche superficielle est compacte et adhérente, elle subit d'abord une micro-fissuration périodique et parallèle. À partir de ce réseau de « faïençage uni-axial », plusieurs fissures macroscopiques se propagent successivement dans l'acier. En revanche, en l'absence de couche superficielle compacte, on n'observe pas de micro-fissuration préalable et les macro-fissures apparaissent simultanément lorsque la dureté de l'acier atteint un seuil d'adoucissement critique. La propagation des macro-fissures à l'échelle macroscopique se fait en mode I perpendiculairement à l'axe ortho-radial. Les macro-fissures atteignent des profondeurs différentes en fonction de leur nombre.

Une analyse thermique et thermo-mécanique par éléments finis utilisant des lois de comportement « thermo-élasto-plastique » (EP) et « thermo-élasto-visco-plastique » (EVP) a été réalisée. Elle a montré que le choix du modèle est sans conséquence si le critère de durée de vie est basé sur l'amplitude de contrainte. Par contre, le modèle EVP se révèle plus adapté lorsque d'autres paramètres sont considérés (comme la contrainte maximale pour l'estimation de l'amorçage), car il tient compte des effets liés au temps (vitesse de sollicitation et évolution microstructurale). Le concept de la mécanique linéaire de la rupture a été utilisé pour modéliser les cinétiques de fissuration. Le Facteur d'Intensité de Contrainte (FIC) a été calculé en utilisant la fonction de poids développée par Bueckner. L'ouverture résiduelle des fissures mesurée à froid a permis de valider le calcul de FIC.

MOTS CLES : Fonderie sous Pression d'Aluminium, aciers à outils, fatigue thermique, oxydation, aluminisation, amorçage de fissure, propagation de fissure, facteur d'intensité de contrainte, ouverture de fissure.

INTITULE ET ADRESSE DE LABORATOIRE : Centre de Recherche Outillages, Matériaux et Procédés (C.R.M.e.P.) - École des Mines d'Albi-Carmaux, Campus Jarlard - Route de Teillet 81013 ALBI CT Cédex 09.