

CONTRIBUTION A LA CARACTERISATION ET A LA MODELISATION DU COMPORTEMENT D'UN ACIER A L'ETAT SEMI-SOLIDE – APPLICATION AU THIXOFORGEAGE

Carole Rouff

▶ **To cite this version:**

Carole Rouff. CONTRIBUTION A LA CARACTERISATION ET A LA MODELISATION DU COMPORTEMENT D'UN ACIER A L'ETAT SEMI-SOLIDE – APPLICATION AU THIXOFORGEAGE. Autre. Arts et Métiers ParisTech, 2003. Français. NNT : . tel-00005706

HAL Id: tel-00005706

https://pastel.hal.science/tel-00005706

Submitted on 5 Apr 2004

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.

N° d'ordre : 2003-03 ECOLE DOCTORALE 432

Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Centre de Metz

THÈSE

présentée pour obtenir le titre de

DOCTEUR
de
L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE D'ARTS ET MÉTIERS

Spécialité : Mécanique et Matériaux

par

Carole ROUFF

CONTRIBUTION A LA CARACTERISATION ET A LA MODELISATION DU COMPORTEMENT D'UN ACIER A L'ETAT SEMI-SOLIDE APPLICATION AU THIXOFORGEAGE

---

soutenue le 24 mars 2003 devant le jury composé de

M.	SUERY	Directeur Recherche CNRS, St Martin d'Hères	Président
J.P.	CORDEBOIS	Responsable Chaire de Fabrications Mécaniques, Paris	Rapporteur
J.L.	CHENOT	Directeur CEMEF Sophia Antipolis	Rapporteur
M.	BERVEILLER	Professeur d'Université, Metz	Examinateur
V.	FAVIER	Maître de Conférence, Metz	Examinateur
R.	BIGOT	Maître de Conférence, Metz	Examinateur
M.	ROBELET	Ingénieur Process ASCOMETAL CREAS, Hagondange	Invité
P.	SECORDEL	Responsable Division Technique, ASCOFORGE SAFE, Hagondange	Invité

L'ENSAM est un Grand Etablissement dépendant du Ministère de l'Education Nationale, composé de huit centres :
AIX-EN-PROVENCE ANGERS BORDEAUX CHÂLONS-EN-CHAMPAGNE CLUNY LILLE METZ PARIS

CONTRIBUTION A LA CARACTERISATION ET A LA MODELISATION DU COMPORTEMENT D'UN ACIER A L'ETAT SEMI-SOLIDE – APPLICATION AU THIXOFORGEAGE

RESUME: L'objectif de cette thèse est de mieux comprendre les mécanismes de déformation intervenant durant l'étape de mise en forme par thixoforgeage. L'étude porte sur un alliage à bas point de fusion, un alliage de Plomb-Etain (Sn-15%Pb) et sur des alliages à haut point de fusion, deux aciers (C38 et C80). L'état semi-solide et la structure globulaire sont obtenus par refusion partielle. Divers essais rhéologiques (indentation, filages axial et radial) ont été menés afin de connaître les différents facteurs ayant une influence forte sur les mécanismes de déformation. Ainsi, la structure primaire a une influence directe sur la valeur de l'effort durant la mise en forme et deux domaines d'écoulement, dépendant de la vitesse de déformation, ont été mis en évidence. Suite à un travail bibliographique, aux observations microstructurales et aux essais expérimentaux réalisés, une modélisation du comportement des matériaux semi-solides a été développée. Elle repose sur un nouveau modèle trois phases basée sur une transition d'échelle. Celui-ci prend en compte une distribution bimodale des phases liquide et solide permettant de mettre en avant les mécanismes de déformation très localisés mais contrôlant le comportement global du matériau semi-solide. L'introduction d'une variable interne et le choix spécifique d'un motif morphologique représentatif permettent de traduire l'évolution de la microstructure durant la déformation et la localisation de la déformation. Le modèle a été appliqué à divers alliages (Plomb-Etain, Magnésium, Aluminium, Acier) et donne des résultats prédictifs très satisfaisants.

Mots-clés: *semi-solide, mise en forme, rhéologie, modélisation, acier, thixoforgeage, écoulement, vitesse de déformation, microstructure*

CONTRIBUTION TO THE CHARACTERISATION AND MODELING OF SEMI-SOLID STEEL BEHAVIOUR APPLICATION TO THIXOFORGING

***ABSTRACT**:* The aim of this work is to better understand the deformation mechanisms occuring during the forming process by thixoforging. A low melting point alloy, Tin-Lead (Sn-15%Pb) and high melting point alloys, two steels (C38 and C80) were studied. The semi-solid state and the globular structure are obtained by partial remelting. Various rheological tests were carried out in order to emphasize the different parameters having a strong influence on the deformation mechanisms. Thus, the primary structure has a direct influence on the load during the forming process and two flows depending on strain rate, were highlighted. Following a bibliographical work, the microstructural observations and the experimental tests carried out, a modeling of the semi solid behaviour was developed. It is based on a new three phase model based on a scale transition. This one takes into account a bimodal distribution of the phases liquid and solid making it possible to propose the very localised mechanisms of deformation but controlling the total behaviour of semi-solid material. The introduction of an internal variable and the specific choice of a representative morphological scheme allow to take into account the microstructure during the deformation and the localization of the deformation. The model was applied to various alloys (Tin-Lead, Magnesium, Aluminium, Steel) and gives very good predictive results.

Keywords: *semi-solid, forming process, rheology, modeling, steel, thixoforging, flow, strain rate, microstructure*



REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein de l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers de Metz dans le Laboratoire de Physique et de Mécanique des Matériaux et le Laboratoire de Génie Industriel et Production Mécanique sous la direction de Marcel Berveiller. Cette étude a été cofinancée par le CNRS et ASCOMETAL CREAS (Centre de Recherche et d'Etude des aciers spéciaux, Hagondange).

Je remercie Marcel Berveiller d'avoir accepté de diriger cette thèse. Ma gratitude et profonde reconnaissance s'adressent à Véronique Favier et Régis Bigot, enseignants chercheurs à l'ENSAM de Metz, ainsi qu'à Marc Robelet, ingénieur process chez ASCOMETAL CREAS, qui, grâce à leur rigueur, leur expérience et compétences, m'ont permis de mener à bien cette étude.

Je tiens à remercier M. Suéry de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de cette thèse et MM. Cordebois, Chenot et Chastel d'avoir accepté la charge d'être rapporteurs de ce travail ainsi que M. Secordel pour l'intérêt qu'il a porté à cette étude en acceptant d'être membre du jury.

Un merci tout particulier à S. Mathieu, M. Mattei et A. Nachit pour leur aide technique et leur enthousiasme. De nombreuses discussions, plus ou moins sérieuses, se sont déroulées autour de la « grande presse verte » : je les garderai en mémoire…enfin pas toutes ! Une petite pensée pour le Bavarium, lieu devenu culte…ce n'est pas Michel qui me contredira !

Je n'oublie pas tous les PFE et Studienarbeit qui se sont succédés au cours de ces années de recherches et qui m'ont apporté une aide précieuse.

Je tiens à remercier tous ceux qui, au sein de l'ENSAM, par leurs conseils, leur amitié, leurs compétences ou leur amitié, m'ont été d'un grand secours dans les moments parfois difficiles rencontrés tout au long de ce travail.

Une petite pensée pour la tribu Alisé : une amitié forte et inoubliable est née, merci. Enfin je remercie ma maman, mon frère, Nelly et Jean qui ont cru en moi et qui croient encore en moi. Sans oublier David… ça y est : après deux années de séparation nous nous retrouvons pour regoûter au bonheur de la vie à deux. Merci de m'avoir soutenue, encouragée même si les kilomètres qui nous séparaient étaient souvent pénibles, trop pénibles !… Merci aussi pour tout l'amour que tu m'apportes. Maintenant, nos divers projets vont pouvoir se réaliser petit à petit… Et pour terminer, un petit clin d'œil à Grisou.

Introduction générale 1

Chapitre I : Caractérisation de l'état semi-solide

1 INTRODUCTION 8

2 ETAT SEMI-SOLIDE EN COURS DE SOLIDIFICATION 9

2.1 MECANISMES DE SOLIDIFICATION TRADITIONNELLE [LES86] 9
2.1.1 La germination *10*
2.1.2 La croissance *11*
2.2 STRUCTURE DE SOLIDIFICATION DE PRODUITS COULES [LES89] 11
2.2.1 Zone de peau *12*
2.2.2 Zone colonnaire *13*
2.2.3 Zone équiaxe *13*

3 OBTENTION DE L'ETAT SEMI-SOLIDE 13

3.1 PAR SOLIDIFICATION PARTIELLE 14
3.2 PAR REFUSION PARTIELLE 14

4 OBTENTION DE LA MICROSTRUCTURE DES MATERIAUX SEMI-SOLIDES 15

4.1 EN COURS DE SOLIDIFICATION 15
4.2 REFUSION PARTIELLE 18

5 RHEOLOGIE DES SEMI-SOLIDES 21

5.1 LES DIVERS ESSAIS RHEOLOGIQUES 21
5.1.1 Description des essais rhéologiques *21*
5.1.2 Tableau récapitulatif *24*
5.2 RHEOLOGIE DES SEMI-SOLIDES A MICROSTRUCTURE DENDRITIQUE 25
5.3 RHEOLOGIE DES SEMI-SOLIDES A MICROSTRUCTURE NON DENDRITIQUE 32
5.3.1 Analyse de la viscosité *32*
5.3.2 Analyse des courbes contrainte-déformation *43*

6 CONCLUSION 47

7 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 48

Chapitre II : Caractérisation rhéologique de l'acier lors de sa mise en forme par thixoforgeage

1 INTRODUCTION 52

2 MATERIAUX, SYSTEMES DE CHAUFFAGE ET OBTENTION DES STRUCTURES PRIMAIRES GLOBULAIRES 53

2.1 MATERIAUX 53
2.1.1 Bas point de fusion : alliage Plomb-Etain Sn-15%Pb *53*
2.1.2 Haut point de fusion : aciers C80 et C38 ..... *55*
2.2 ELABORATION DES ECHANTILLONS 58
2.2.1 Sn-15%Pb *58*
2.2.2 Acier *58*
2.3 OBTENTION DE LA STRUCTURE PRIMAIRE GLOBULAIRE 59
2.3.1 Sn-15%Pb *60*
2.3.2 Acier *63*

3 MOYENS ET PRINCIPES EXPERIMENTAUX 65

3.1 PRINCIPE DE L'INDENTATION 65
3.2 PRINCIPE DU FILAGE AXIAL 67
3.3 PRINCIPE DU FILAGE RADIAL 70

3.3.1 Pourquoi un nouvel essai rhéologique ? ... *70*
3.3.2 Présentations des différentes phases de fonctionnement ... *71*
3.3.3 Mise en place d'un capteur d'effort ... *76*

4 RESULTATS EXPERIMENTAUX ... **77**

4.1 INDENTATION SUR UN ALLIAGE SN-15%PB ... 77
4.1.1 Influence de la microstructure ... *78*
4.1.2 Influence de la vitesse de l'indenteur ... *79*
4.1.3 Influence de la température de l'indenteur ... *84*
4.2 FILAGE AXIAL SUR UN ACIER DE NUANCE C80 ... 86
4.2.1 Géométrie des pièces ... *86*
4.2.2 Allure des courbes ... *88*
4.2.3 Détermination des paramètres rhéologiques de l'acier ... *91*
4.3 FILAGE RADIAL SUR UN ACIER DE NUANCE C38 ... 92
4.3.1 Géométrie des pièces ... *93*
4.3.2 Allure des courbes ... *96*

5 PIECES REALISEES ET PERSPECTIVES TECHNOLOGIQUES ... **98**

6 CONCLUSION ... **102**

7 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES ... **104**

Chapitre III : Modélisation micro-macro du comportement isotherme et stationnaire des semi-solides

1 INTRODUCTION ... **107**

2 LES MODELES DE LA LITTERATURE ... **109**

2.1 INTRODUCTION ... 109
2.2 MODELES BASES SUR LA MECANIQUE DES SOLS ... 109
2.2.1 Présentation de divers modèles ... *109*
2.2.2 Tableau récapitulatif ... *114*
2.3 MODELES TRAITANT DE L'ECOULEMENT DES SUSPENSIONS ... 115
2.3.1 Rhéologie ... *115*
2.3.2 Présentation de divers modèles ... *117*
2.3.3 Tableaux récapitulatifs ... *125*
2.4 MODELES A VARIABLE INTERNE ... 127
2.4.1 Présentation de divers modèles ... *127*
2.4.2 Tableau récapitulatif ... *132*
2.5 CONCLUSION ... 133

3 MODELISATION MICRO-MACRO : MODELE TROIS PHASES ... **134**

3.1 INTRODUCTION ... 134
3.2 PRINCIPE DE LA MODELISATION MICRO-MACRO ... 135
3.2.1 Représentation géométrique et mécanique du matériau ... *136*
3.2.2 Description du motif morphologique représentatif ... *137*
3.2.3 Localisation ... *137*
3.2.4 Homogénéisation ... *141*
3.2.5 Cas d'un comportement viscoplastique isotrope incompressible ... *141*
3.2.6 Conclusion ... *143*
3.3 MODELISATION TROIS PHASES DU COMPORTEMENT ISOTHERME ET STATIONNAIRE DES SEMI-SOLIDES 144
3.3.1 Détermination du VER ... *144*
3.3.2 Variable interne ... *148*
3.3.3 Comportement local ... *151*
3.3.4 Détermination de la viscosité effective du matériau semi-solide ... *152*
3.4 CONFRONTATION MODELE/POINTS EXPERIMENTAUX ... 156
3.4.1 Confrontation modèle/Sn-15%Pb ... *156*

3.4.2 Confrontation modèle / AZ91 ..... *164*
3.4.3 Confrontation modèle / Aluminium *167*
3.4.4 Confrontation modèle/acier *169*
3.4.5 Discussion *171*

4 CONCLUSION **175**

5 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES **177**

Conclusion générale **183**

Les industriels portent un intérêt majeur et croissant à la mise en forme des matériaux métalliques. Leurs exigences deviennent de plus en plus sévères en terme de complexité géométrique des pièces à réaliser (afin de réduire poids et encombrement) ainsi qu'en terme de qualité. Réduire les coûts en produisant du premier coup des pièces au plus près des cotes finales (near net shaping) en réduisant, voire en supprimant les reprises, devient l'un des objectifs premiers. Afin de répondre à ces besoins, l'amélioration des « anciennes » techniques de mise en forme ainsi que l'émergence de nouveaux procédés devient une nécessité.

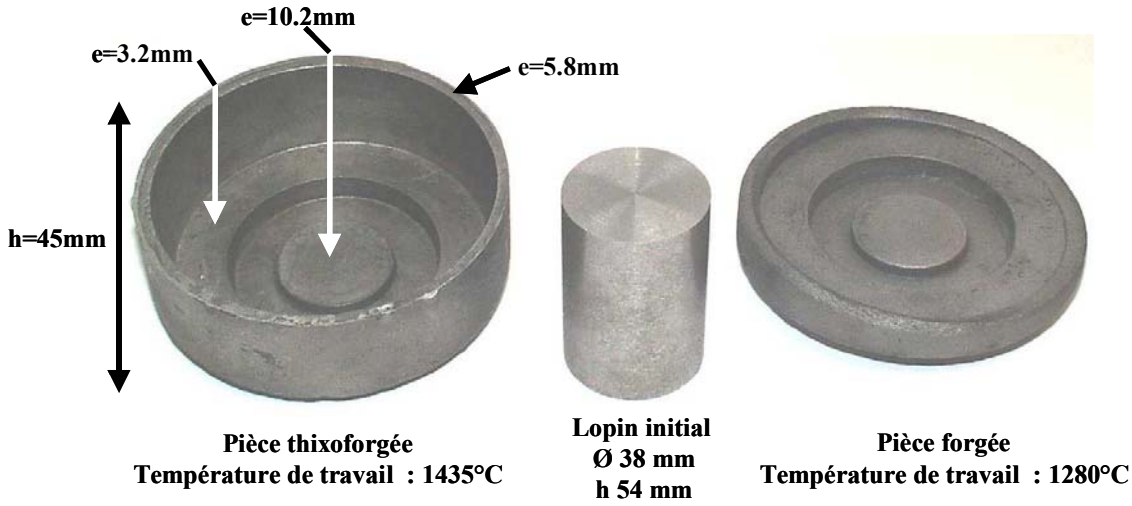
Les procédés classiques de mise en forme se font à partir de :

- l'état solide (forgeage, extrusion, laminage, frittage, emboutissage…) engendrant des défauts internes (limite des propriétés mécaniques), l'usure des outillages et limité par les capacités des presses (efforts importants et coûts)
- l'état liquide (fonderie, coulée sous pression, coulée gravitaire,….) engendrant la formation de porosités (liées à l'emprisonnement de gaz lors des écoulements turbulents et responsables de l'hétérogénéité des propriétés mécaniques), de retassures, de ségrégations ainsi que l'usure de l'outillage.

Un procédé hybride comportant des éléments de fonderie et de forgeage se présente alors comme une alternative intéressante : la mise en forme à l'état semi-solide. En effet, ce compromis présente divers avantages : d'une part, par rapport à l'état liquide les températures mises en jeu sont plus faibles (économie d'énergie, augmentation de la durée de vie de l'outillage car chocs thermiques réduits), d'autre part, par rapport à l'état solide, les efforts à exercer sont plus faibles et les formes qui peuvent être obtenues plus variées.

La **figure 1** permet de comparer une pièce en acier obtenue en une seule passe par thixoforgeage (mise en forme à l'état semi-solide) et la même pièce obtenue en une seule

passe par forgeage. Il apparaît que la mise en forme à l'état semi-solide permet d'accéder immédiatement à la pièce finie alors que la mise en forme par déformation plastique n'en est qu'au stade de l'ébauche et demande encore d'autres opérations avant d'obtenir la géométrie désirée. Cette figure montre également la diversité de sections pouvant être obtenue par



thixoforgeage.

Figure 1 : Comparaison de la géométrie d'une « assiette » réalisée en une seule passe en acier C80 par thixoforgeage et par forgeage

En Europe, de nombreux laboratoires portent leurs recherches sur la mise en forme à l'état semi-solide. Il est possible de citer l'université RWTH Aachen et l'IFUM en Allemagne, l'université de Sheffield en Grande-Bretagne ou encore l'INPG et le CEMEF en France. En matière d'applications industrielles, la mise en forme à l'état semi-solide s'est également développée mais principalement sur les alliages d'aluminium et de magnésium, alliages à bas point de fusion. Le secteur industriel s'y étant intéressé de manière « active » est l'industrie automobile. A titre d'exemples, le châssis du spider d'Alfa Roméo ainsi que la rampe d'injection des moteurs Ford sigma sont produits par Stampal (Italie). Magneti Burelli produit une rampe d'injection pour Fiat. Les autrichiens de SAG, les suisses d'Alusuisse et les français de Pechiney sont également présents sur le marché en particulier pour la fabrication

de barres d'aluminium thixotropes. Les figures 2 et 3 illustrent d'autres pièces issues de l'industrie automobiles ainsi que le boîtier d'un téléphone portable, devenu objet de la vie courante, produites par ce procédé.

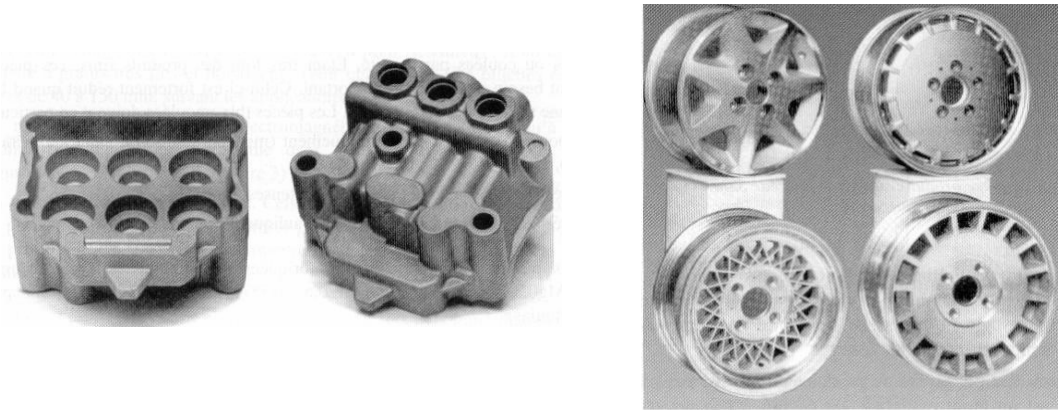


Figure 2 : Exemples de pièces en alliage d'aluminium (A356 ou A357) produites par le procédé SSM : pièce de frein anti-blocage et jantes de roues [KEN88]

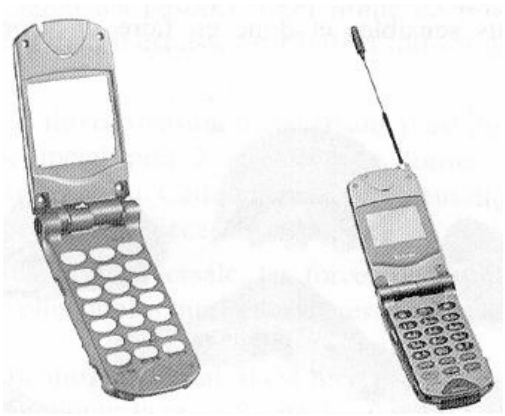


Figure 3 : Boîtier de téléphone portable réalisé par thixomolding en alliage de magnésium [LEB98]

On ne trouve que très peu de travaux sur les alliages à haut point de fusion tels que l'acier et les super-alliages. Ceci est dû à la difficulté de mise en œuvre d'essais rhéologiques, à la température de travail élevée, à la spécificité des outillages,…

Ce travail de thèse porte sur la mise en forme de l'acier par thixoforgeage. Ce travail a pu être réalisé grâce à divers partenaires : l'école doctorale de l'ENSAM Paris (Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers), les laboratoires LPMM (Laboratoire de Physique et de Mécanique des Matériaux) et LGIPM (Laboratoire de Génie Industriel….) et un industriel ASCOMETAL, sans oublier les contributions apportées par les studentarbeits, les stagiaires et élèves de PFE venant aussi bien de l'ENSAM que de l'ENIM (Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz) qui se sont succédés.

L'objectif de cette thèse est de mieux comprendre les mécanismes de déformation intervenant durant l'étape de mise en forme par thixoforgeage.

Le but premier est de déterminer les paramètres prédominants ayant une influence forte sur les mécanismes de déformation. Divers essais rhéologiques sont alors menés afin de mettre en évidence ces différents facteurs tels que, par exemple, la vitesse de déformation ou encore la microstructure.

Le second but est de modéliser le comportement des matériaux semi-solides en s'appuyant sur un travail bibliographique, sur les observations microstructurales et sur les résultats obtenus lors des essais réalisés.

Les mécanismes intervenant lors de la déformation étant bien compris et surtout bien pris en compte dans la modélisation développée, il faudra implémenter cette nouvelle loi de comportement dans un code de calcul afin de simuler au mieux la mise en forme à l'état semi-solide ce qui permettra à terme d'obtenir des pièces thixoforgées aux géométries optimisées avec un état de santé mécanique satisfaisant.

Ce mémoire est divisé en trois parties.

Le chapitre I présente une synthèse des connaissances acquises dans le domaine des matériaux semi-solides. La première partie de ce chapitre se concentre sur l'évolution

microstructurale au cours d'une solidification partielle ou d'une refusion partielle et la deuxième partie s'intéresse aux résultats expérimentaux obtenus lors de divers essais rhéologiques réalisés sur des semi-solides à microstructures dendritiques et à microstructures globulaires. Ce premier chapitre permet de mettre en évidence les aspects importants du comportement des semi-solides dans l'optique d'une analyse plus approfondie de ce comportement.

Le chapitre II présente les travaux expérimentaux réalisés au cours de cette thèse. Les divers matériaux étudiés (Sn-15%Pb, aciers C38 et C80), les dispositifs expérimentaux (indentation, filage axial et filage radial) ainsi que leurs principes y sont exposés. La dernière partie de ce chapitre propose une analyse des résultats obtenus. Ces essais expérimentaux doivent permettre de mettre en évidence l'influence de divers paramètres tels que la vitesse de déformation, la température de l'outillage, la microstructure,….et également suite aux simulations numériques, la non suffisance des lois de comportement existantes dans les codes de calcul pour simuler le comportement des semi-solides et donc la nécessité de développer une loi propre aux semi-solides qui devra être implémentée dans un code d'éléments finis. Les différentes pièces réalisées en acier par thixoforgeage sont également présentées en fin de chapitre.

Après une revue non exhaustive des modèles existants sur le comportement des matériaux semi-solides, la chapitre III présente une modélisation du comportement des semi-solides s'appuyant sur les connaissances acquises dans les chapitres précédents et employant des outils de micromécanique. Le modèle proposé a pour objectifs de décrire le comportement isotherme et stationnaire des matériaux semi-solides dans une large gamme de vitesses de déformation et de mieux comprendre le rôle mécanique des deux phases en présence (liquide et solide). L'application du concept de l'inclusion enrobée au modèle trois phases et la répartition spécifique de la phase solide et de la phase liquide, dont les rôles sont

individualisés, font l'originalité du modèle proposé. La déformation engendre une évolution de la distribution bimodale des phases. Celle-ci est prise en compte grâce à l'introduction d'une variable interne. Le modèle est alors appliqué à divers alliages à bas et haut points de fusion.

Finalement une conclusion générale permet de faire la synthèse des connaissances acquises sur l'acier semi-solide en terme de rhéologie et d'écoulement.

[KEN88] Kenney M.P., *Semi-solid metal casting and forging*, Metals handbook, 9e édition, ASM International, Metals park, Etats Unis, 15, 1988, pp327-338.

[LEB98] Lebeau S., Decker R., *Microstructural design of thixomolding magnesium alloys*, 5th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Golden, Etats Unis, 1998, pp387-395.

Caractérisation de l'état semi-solide

1 INTRODUCTION 8

2 ETAT SEMI-SOLIDE EN COURS DE SOLIDIFICATION 9

2.1 MECANISMES DE SOLIDIFICATION TRADITIONNELLE [LES86] 9
2.1.1 La germination 10
2.1.2 La croissance 11
2.2 STRUCTURE DE SOLIDIFICATION DE PRODUITS COULES [LES89] 11
2.2.1 Zone de peau 12
2.2.2 Zone colonnaire 13
2.2.3 Zone équiaxe 13

3 OBTENTION DE L'ETAT SEMI-SOLIDE 13

3.1 PAR SOLIDIFICATION PARTIELLE 14
3.2 PAR REFUSION PARTIELLE 14

4 OBTENTION DE LA MICROSTRUCTURE DES MATERIAUX SEMI-SOLIDES 15

4.1 EN COURS DE SOLIDIFICATION 15
4.2 REFUSION PARTIELLE 18

5 RHEOLOGIE DES SEMI-SOLIDES 21

5.1 LES DIVERS ESSAIS RHEOLOGIQUES 21
5.1.1 Description des essais rhéologiques 21
5.1.2 Tableau récapitulatif 24
5.2 RHEOLOGIE DES SEMI-SOLIDES A MICROSTRUCTURE DENDRITIQUE 26
5.3 RHEOLOGIE DES SEMI-SOLIDES A MICROSTRUCTURE NON DENDRITIQUE 33
5.3.1 Analyse de la viscosité 33
5.3.2 Analyse des courbes contrainte-déformation 44

6 CONCLUSION 48

7 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 49

1 Introduction

L'obtention de l'état semi-solide, état où cohabitent une phase solide et une phase liquide peut se faire suivant deux voies : la solidification partielle ou la refusion partielle. Au cours de ces processus d'obtention, la fraction de solide et la morphologie de la phase solide sont contrôlées. Ces deux paramètres ont une influence directe sur l'écoulement. La compréhension des phénomènes mis en jeu au cours de la transformation solide/semi-solide ou liquide/semi-solide est donc essentielle. De même, il est nécessaire de comprendre et de caractériser le comportement des matériaux semi-solides. Au début des années 1970, au cours de ses travaux, Spencer [SPE72] découvre qu'un brassage mécanique continu appliqué à un alliage en cours de solidification donne naissance non plus à une structure dendritique mais à la formation d'une nouvelle structure sphéroïdale encore appelée structure globulaire. Suite à cette découverte, de nombreux travaux ont été menés et ont montré que l'alliage semi-solide avec une telle morphologie de la phase solide présentait un comportement rhéofluidifiant et thixotrope. Ces études sont souvent menées sur des matériaux modèles bas point de fusion (Alliage de Plomb-Etain, de Magnésium, d'Aluminium) à partir d'essais rhéologiques tels que la compression entre plateaux parallèles ou encore le viscosimètre de Couette.

Ce premier chapitre a pour but de faire un point sur les connaissances déjà acquises, et d'introduire les notions nécessaires à la bonne compréhension de l'état semi-solide.

Dans un premier temps, nous nous intéresserons à l'état semi-solide obtenu en cours de solidification lors de la coulée de lingots, coulée en continue ou encore dans les procédés classiques de mise en forme. Les principaux mécanismes donnant lieu à la formation de dendrites sont présentés. Puis nous verrons les moyens d'atteindre l'état semi-solide et surtout comment l'obtention d'une structure globulaire, structure favorable au thixoformage, est possible à partir d'une structure dendritique classique. Afin de bien comprendre les

phénomènes physiques mis en jeu et les paramètres ayant une influence lors de la solidification, la rhéologie des alliages à l'état semi-solide à structure dendritique et à structure globulaire est présentée. Ces informations sont nécessaires à la bonne compréhension des choix faits dans la suite de ce mémoire en particulier pour la modélisation.

2 Etat semi-solide en cours de solidification

2.1 Mécanismes de solidification traditionnelle [LES86]

La structure dendritique est la microstructure qui se crée au cours d'une solidification conventionnelle. Elle se déroule suivant deux grandes phases qui sont en premier lieu une germination des particules solides dans le liquide, puis, une croissance de ces germes. Cette structure peut être plus ou moins fine suivant la vitesse de refroidissement. En effet, plus le refroidissement sera rapide, plus la structure sera fine (car le nombre de germes augmente).

Il existe deux morphologies pour les dendrites suivant les conditions de solidification : colonnaire ou équiaxe (**figure 1**). La formation d'une structure colonnaire nécessite un gradient de température macroscopique généré par un flux de chaleur unidirectionnel. Si ce gradient reste inférieur au gradient nécessaire pour stabiliser un front plan (surfusion constitutionnelle) alors des dendrites colonnaires peuvent croître. La solidification équiaxe est favorisée par la convection dans le liquide ou par inoculation dans un liquide en surfusion thermique.

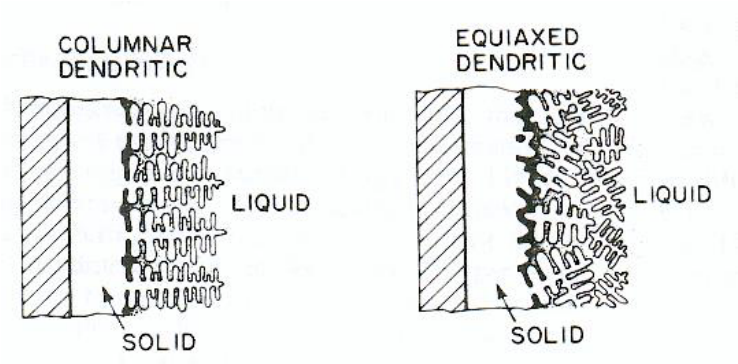


Figure 1 : structure dendritique colonnaire et dendritique équiaxe [FLE91]

2.1.1 La germination

Afin qu'un germe puisse se former, il a besoin d'une certaine force motrice. Celle-ci est appelée énergie d'activation et doit être égale à la variation d'énergie libre ΔG du système. ΔG est fonction de l'entropie de fusion ΔS_f, de la surfusion thermique $T_f - T$ (où T_f est la température de fusion et T la température d'équilibre du germe) et de l'énergie superficielle du germe créé.

En fait, au-dessous de la température de fusion, un germe nécessite une grosseur suffisante de rayon critique pour être stable. Dans ce cas, il peut alors se développer pour donner un cristal.

Il existe deux types de germination :

- la germination homogène
- la germination hétérogène

Dans le cas de la germination homogène, les germes solides se forment au sein de la phase liquide. Alors que, dans le cas de la germination hétérogène, ils se créent au contact de la paroi froide de la lingotière ou de particules étrangères baignant dans le liquide [POK67].

2.1.2 La croissance

Ce sont les germes solides créés au cours de la phase de germination qui vont croître. Leur morphologie initialement sphérique devient instable et se transforme en morphologie dendritique. Les dendrites grandissent alors jusqu'à se toucher.

Le développement des microstructures au cours de solidification est fortement dépendant de la stabilité de l'interface solide-liquide. Dès le début de la phase de croissance, une instabilité locale du front de solidification se développe donnant naissance à des dendrites.

Ainsi, si le gradient de température imposé par le refroidissement à l'interface solide-liquide est inférieur au gradient de température du liquidus, sur une certaine distance, nous sommes en présence d'une zone appelée zone de surfusion constitutionnelle. En fait, la température du liquide y est inférieure à la température du liquidus. Il y a alors formation de perturbations ou de protubérances locales.

L'obtention d'une structure dendritique se fait alors suivant deux étapes :

- La croissance des perturbations sous forme de cellules
- Le passage de la morphologie cellulaire vers la morphologie dendritique. Il y a croissance des dendrites selon des directions cristallographiques préférentielles et donc évolution vers une géométrie plus ramifiée. Les dendrites peuvent être de plusieurs types : orientées ou équiaxes.

2.2 Structure de solidification de produits coulés [LES89]

Les produits de coulée sont, de façon générale, composées de trois zones distinctes plus ou moins développées suivant le matériau et les conditions de coulée (**figure 2**). La zone de

peau, la zone colonnaire ainsi que la zone équiaxe sont chacune dépendantes de conditions de refroidissement différentes.

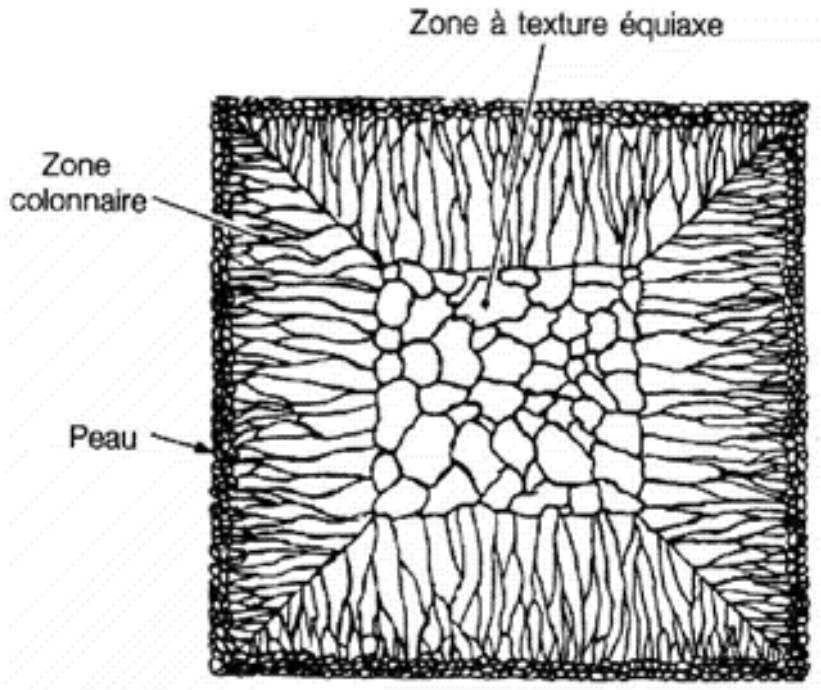


Figure 2 : Représentation schématique d'une coupe de lingot montrant les trois zones de cristallisation [LES89]

2.2.1 Zone de peau

La zone de peau, encore appelée zone trempée, est la zone où le gradient thermique est le plus important. Le contact moule/métal provoque une surfusion importante et donc une solidification rapide. De nombreux petits cristaux se forment par germination hétérogène. La texture de la zone de peau est dite équiaxe. Cette zone n'occupe, en général, qu'une épaisseur de quelques millimètres, ce qui empêche d'observer la nature dendritique des cristaux.

2.2.2 Zone colonnaire

Dans la zone colonnaire, le gradient thermique est plus faible que dans la zone de peau. Les grains se développent en dendrites dont l'orientation se fait souvent perpendiculairement à la surface du produit solidifié. Cette structure dendritique est fine, proche de la zone de peau et devient plus grossière vers le cœur du produit.

2.2.3 Zone équiaxe

La zone équiaxe peut être totalement absente dans le cas de produits de coulée de petite section. Mais en général, elle succède soit brutalement, soit progressivement à la texture colonnaire. Dans cette dernière zone, les grains sont équiaxes, orientés cristallographiquement au hasard et plus gros que ceux de la zone de peau. Ce sont généralement les fragmentations de bras de dendrites, entraînés par convection dans le liquide, qui sont à l'origine de ces grains.

Il s'agit de la zone la plus propice à la formation d'une structure dite globulaire de part la géométrie des dendrites de solidifications. C'est également la zone la moins ségrégée.

3 Obtention de l'état semi-solide

Il existe deux chemins opposés permettant d'atteindre l'état semi-solide (**figure 3**):

- La solidification partielle (en partant de l'état liquide)
- La fusion partielle (en partant de l'état solide)

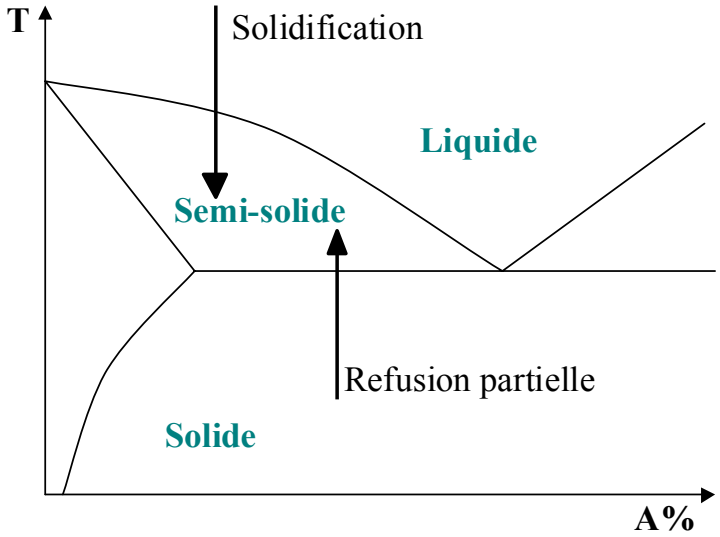


Figure 3 : Moyens d'obtention de l'état semi-solide

3.1 Par solidification partielle

Afin d'atteindre l'état semi-solide par solidification partielle, le matériau est refroidi en continu depuis une température supérieure au solidus jusqu'à une température intermédiaire de l'intervalle solidus-liquidus. Il est alors maintenu à cette température pendant un temps donné. Les caractéristiques microstructurales du semi-solide ainsi obtenu sont directement liées à la vitesse et aux conditions de refroidissement, la température choisie pour cet état semi-solide (fraction de solide) et le temps de maintien à cette température (microstructure).

Le procédé de mise en forme utilisant ce moyen d'obtention de l'état semi-solide s'appelle le rhéoformage.

3.2 Par refusion partielle

L'état semi-solide peut être également engendré par un autre moyen. Le matériau est en premier lieu totalement solidifié, puis il est ensuite partiellement refondu jusqu'à une

température supérieure au solidus et inférieure au liquidus où il est maintenu pendant un certain temps. Différents paramètres influent alors sur la microstructure :

- Les conditions initiales de solidification
- Les traitements thermomécaniques éventuellement subis (recuit, vieillissement, écrouissage mécanique)
- Les conditions de réchauffage
- La température et le temps de maintien dans l'intervalle solide-liquide

Le procédé de mise en forme se servant de la refusion partielle s'appelle le thixoformage.

4 Obtention de la microstructure des matériaux semi-solides

Lors d'une solidification traditionnelle, l'état microstructural observé est de type dendritique. Hors selon plusieurs études [SPE72, SUE82, VAL98, SEC84], la structure dendritique n'est pas la plus favorable pour l'opération de mise en forme à l'état semi-solide (ségrégations, porosités). Il est préférable de travailler avec des structures non dendritiques encore appelées globulaires ou thixotropes. Afin d'obtenir une telle microstructure, un brassage en cours de solidification ou une refusion partielle est nécessaire.

4.1 En cours de solidification

Flemings, de même que Spencer ont montré que la structure dendritique laisse place à une structure sphéroïdale sous l'action d'un cisaillement [SPE72, FLE76]. La croissance des dendrites est supprimée et les bras de dendrites subissent une fragmentation si une opération de brassage est effectuée durant le phénomène de solidification [VOG79]. Vogel [VOG79] explique que les mouvements de liquide induits par le brassage agissent sur les bras de

dendrites en les faisant se plier : les dendrites sont soumises à des mouvements de flexion. Une recristallisation, faisant apparaître des joints de grains de fortes désorientations, se crée suite à cette déformation plastique. Le joint de grain est ensuite dissout par le liquide, à condition que son énergie soit suffisamment élevée soit environ deux fois supérieure à l'énergie d'interface solide-liquide, et le bras de dendrite se détache du tronc [VOG79, DOH84].

Les différents paramètres servant à caractériser la microstructure globulaire sont [MIL83] :

- la morphologie des particules
- l'espacement entre les particules
- la taille des globules
- la fraction volumique de liquide piégé dans les particules

Il est évident que tous ces paramètres vont être fortement liés aux conditions de brassage.

Il existe différents systèmes de brassage permettant d'obtenir cette structure globulaire:

- le brassage mécanique tel que Flemings et al [FLE76] ont utilisé dans leurs études des semi-solides. Le principe consiste à éviter la formation des dendrites en imposant un cisaillement suffisamment important. Ce cisaillement permet de briser le réseau dendritique en formation. La **figure 4** illustre deux dispositifs de brassage mécanique. Le brassage mécanique ne peut être employé industriellement pour diverses raisons : faible productivité, emprisonnement de gaz, contamination du bain, érosion du système de brassage par les métaux liquides.

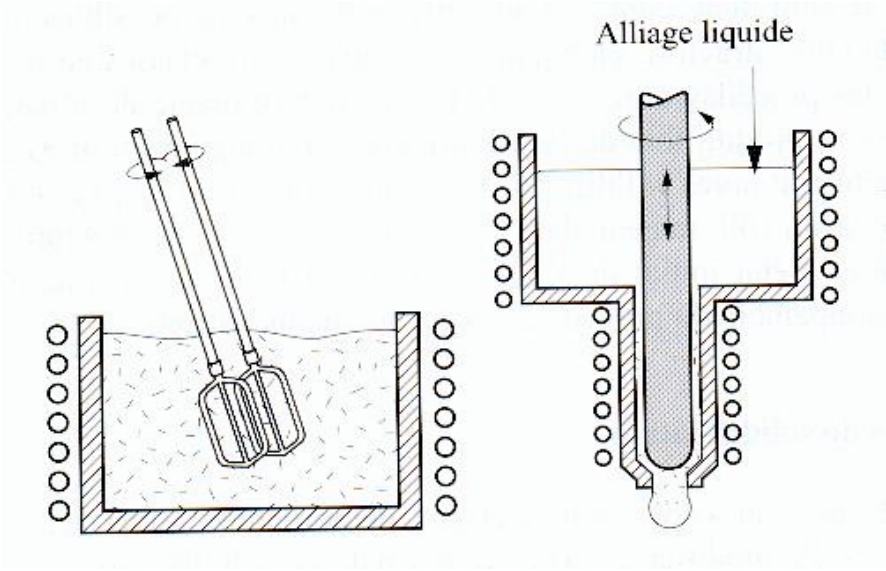


Figure 4 : Dispositifs de brassage mécanique : (a) monocharge, (b) continu [FLE76]

- le brassage passif consiste à faire passer le métal en cours de solidification au travers de chicanes afin de briser les dendrites. En effet, la géométrie des chicanes est conçue de sorte que le métal liquide soit cisaillé un maximum [ABI92]. La **figure 5** illustre deux dispositifs de brassage.

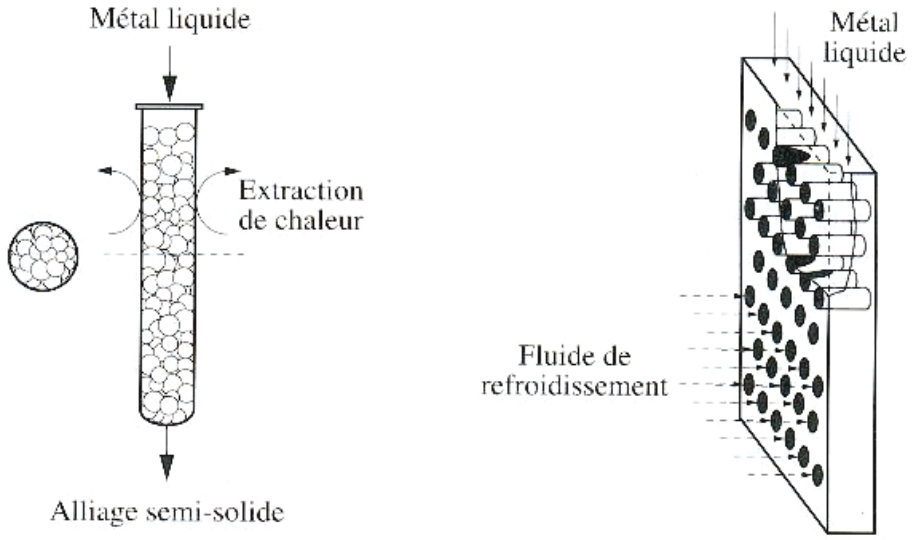


Figure 5 : Dispositifs de brassage passif [ABI92]

- le brassage électromagnétique a également été développé. Il permet de briser la structure dendritique en formation par cisaillement, comme dans les exemples précédents, mais ce sont ici des champs électromagnétiques qui sont à l'origine de ces cisaillements. La production industrielle fait appel à ce type de brassage. La **figure 6** illustre trois types de brassage électromagnétique.

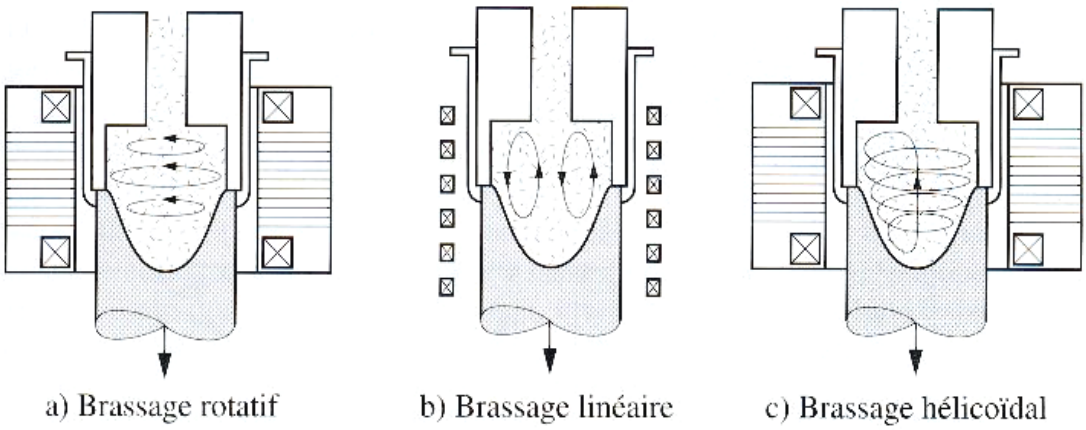


Figure 6 : Dispositifs de brassage électromagnétiques [KEN88, GRA99]

- les ultrasons permettent également d'accéder à une structure globulaire. L'action se localise au niveau de la germination de la phase solide [COL93]. Le traitement par décharge électrique est proche du traitement par ultrasons.

4.2 Refusion partielle

Kattamis [KAT91] décrit la formation d'une structure globulaire à partir d'une structure dendritique lors d'une refusion partielle. Deux mécanismes, générés par la réduction de l'énergie de surface, en sont à l'origine : la redissolution des dendrites fines ainsi que le détachement des bras de dendrites.

Par contre, si un brassage a eu lieu durant la solidification, le matériau présente déjà une structure non dendritique. La structure globulaire est alors plus rapidement atteinte en

imposant une refusion partielle. Si un temps de maintien dans l'intervalle solide liquide est appliqué, un grossissement des globules par coalescence sera observé.

La taille des particules globulaires évolue donc suivant le temps du traitement thermique appliqué. En effet, plus le temps de traitement sera long, plus les globules vont avoir tendance à grossir [NGU91, MAR95, VAL98] (**figure 7**). Néanmoins, il faut préciser que la taille finale pour un même temps de maintien va fortement dépendre de la structure de départ (taille des dendrites fines). La comparaison a été faite par Martin [MAR95] entre ses résultats expérimentaux et ceux de Nguyen [NGU91].

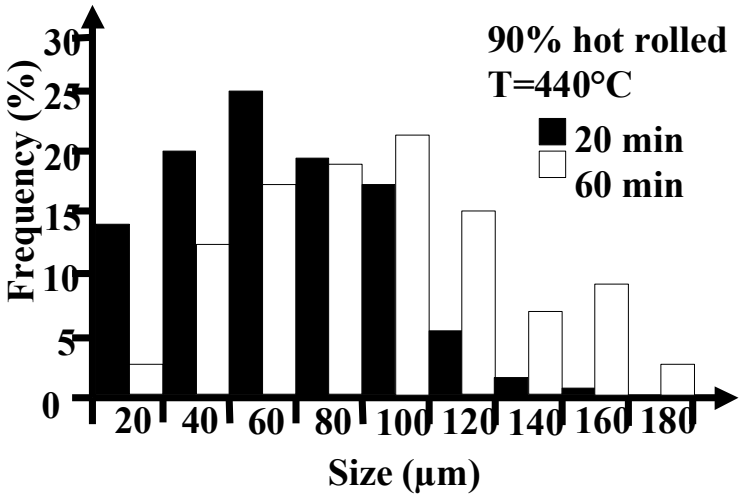


Figure 7 : Influence du temps de traitement thermique sur la taille des globules [VAL98]

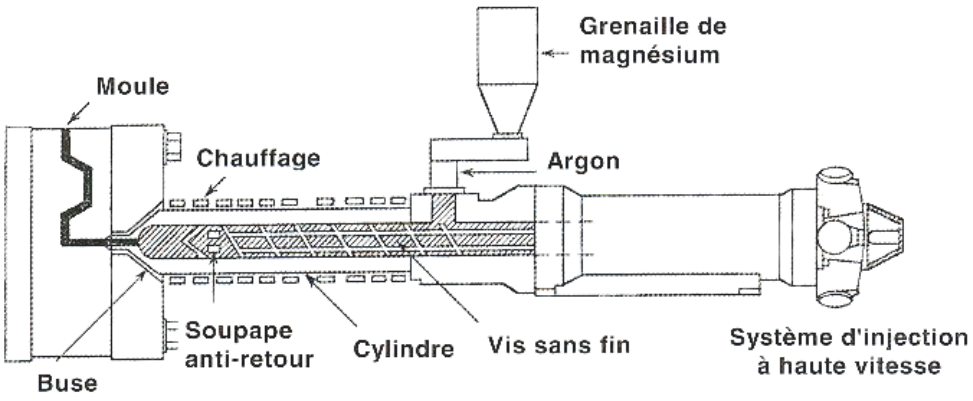
Il existe différents procédés permettant d'accéder à une structure globulaire plus facilement et surtout plus rapidement :

- des agents d'affinages sont parfois utilisés durant le processus de solidification. Ils ont pour action d'empêcher la formation de dendrites colonnaires et de favoriser la formation de structures dendritiques équiaxes et dégénérées. Ainsi, lors de la refusion, l'évolution de la structure vers une structure globulaire sera plus rapide. L'ajout

d'agents d'affinage est régulièrement associé au brassage électromagnétique dans le but d'obtenir des structures globulaires très fines.

- la solidification rapide constitue également une bonne méthode. En effet, plus la structure dendritique de départ est fine, plus l'évolution vers une structure globulaire sera rapide. Or, pour obtenir une structure dendritique fine, il faut que la vitesse de refroidissement soit suffisamment rapide. Divers procédés répondent à cette exigence tels que le procédé Osprey, intéressant dans le cas d'alliages à haut point de fusion, qui consiste à vaporiser un gaz sur le métal liquide qui se dépose alors à l'état semi-solide sur un substrat refroidi [LEA93] ou encore le procédé PID (Pressure Ingot Die-Casting)
- l'obtention d'une structure globulaire peut se faire à partir de la refusion partielle de poudres fines compactées de deux alliages [YOU86]. L'idée consiste à travailler à une température permettant de faire fondre l'un des composants et conserver l'autre à l'état solide.
- Avant la refusion partielle, le matériau peut être soumis à une déformation plastique suffisante pour provoquer une recristallisation à grains fins lors du réchauffage et des interfaces solide-liquide par pénétration du liquide aux joints de grains de forte énergie [KEN88]. Le procédé SIMA (Strain Induced Melt Activated), utilisé industriellement, est basé sur cette méthode de déformation avant refusion partielle.
- le thixomolding est un autre procédé déjà industrialisé pour les alliages de magnésium. Son principe, schématisé sur la **figure 8**, consiste à chauffer le matériau de départ pendant son déplacement dans la machine jusqu'à son injection dans le moule d'arrivée. Un cisaillement intense et constant est imposé au matériau, à l'état semi-solide durant

tout son déplacement ce qui permet de briser les dendrites et de favoriser la formation



de particules solides fines et sphériques.[DEC90]

Figure 8 : Schéma d'un dispositif de thixomolding [DEC90]

5 Rhéologie des semi-solides

5.1 Les divers essais rhéologiques

5.1.1 Description des essais rhéologiques

Afin d'étudier le comportement rhéologique des semi-solides, il existe différentes techniques expérimentales :

- L'essai de compression entre plateaux parallèles consiste à écraser un lopin cylindrique entre deux plateaux (**figure 9**). Cet essai est largement utilisé car très simple à mettre en œuvre et permet de déterminer la viscosité du semi-solide, le taux de cisaillement et de visualiser les écoulements. Il faut toutefois noter la difficulté d'obtenir un champ de déformation homogène. La technique expérimentale classique ne peut être employée que pour des faibles vitesses de cisaillement ($\dot{\gamma} < 10 s^{-1}$). Toutefois un nouvel essai de

compression a été développé par Yurko et Flemings [YUR01] permettant d'atteindre une gamme de vitesse de déformation plus large (jusqu'à $\dot{\gamma} = 10^4 s^{-1}$). Le dispositif consiste à faire tomber par gravité le plateau supérieur.

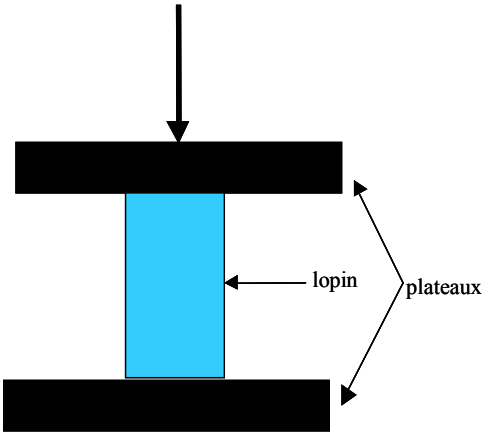


Figure 9 : Schéma de principe du test de compression entre plateaux parallèles

- L'essai d'indentation consiste à piloter une aiguille cylindrique (l'indenteur) en vitesse de déplacement ou en effort et à la faire pénétrer dans un matériau semi-solide. Ce dernier est contenu dans un « moule » qui permet de le maintenir à température constante (**figure 10**). Selon le pilotage choisi, l'évolution de l'effort en fonction du temps ou de la vitesse de déplacement peut être enregistrée. Tout comme l'essai de compression, cet essai ne peut être appliqué que pour de faibles vitesses de déplacement.

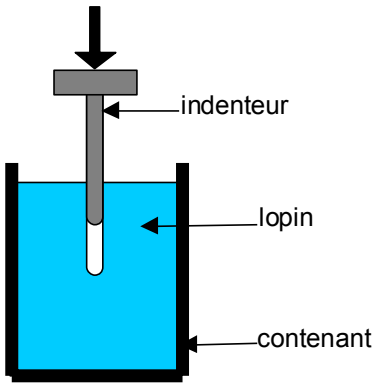
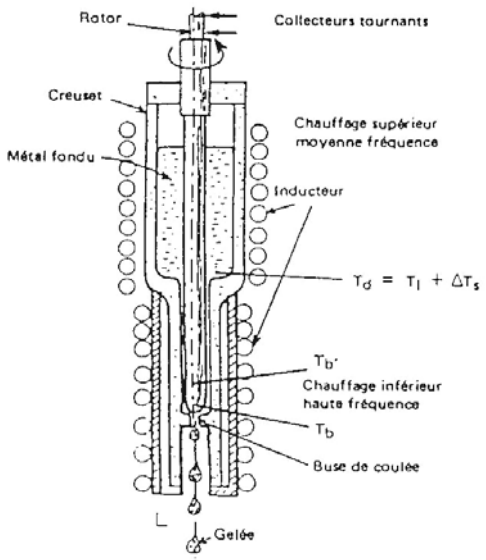


Figure 10: Schéma de principe du test d'indentation

- Le viscosimètre de Couette (**figure10a**) ou encore rhéomètre de Couette, par opposition aux deux premiers essais permet d'atteindre une gamme de vitesse de cisaillement plus élevée ($\dot{\gamma} > 10s^{-1}$). Le principe, généralement utilisé en solidification, consiste à cisailler un matériau liquide entre les parois d'un moule et d'un cylindre tournant. Connaissant alors la vitesse de rotation du cylindre et du couple appliqué, il est possible d'obtenir la viscosité et le taux de cisaillement. Dans le cas d'un viscosimètre de Couette, le cylindre intérieur est fixe et c'est le cylindre extérieur qui



tourne par opposition au rhéomètre de type Searle où le mouvement des cylindres est inversé.

Figure 10a : viscosimètre de type Couette

- Une autre technique expérimentale permettant d'atteindre de forts taux de cisaillement ($\dot{\gamma} > 10s^{-1}$) est le filage. On parle généralement de filage direct ou de filage inverse.

  - Dans le cas du filage direct, un lopin de section donnée va être forcé de s'écouler dans une filière de section plus faible sous l'action d'un poinçon (**figure 11**). La

viscosité et le taux de cisaillement s'expriment en fonction de la vitesse d'avancée du piston et des variations de la force. Cet essai permet de déterminer les domaines expérimentaux pour lesquels il y a éjection de liquide, par contre les frottements existants entre le piston et le container ne permettent pas une caractérisation rhéologique très satisfaisante du semi-solide.

- Dans le cas du filage inverse, le lopin va devoir, sous l'effet du piston qui s'y enfonce, s'écouler entre le piston et le container (**figure 11**).

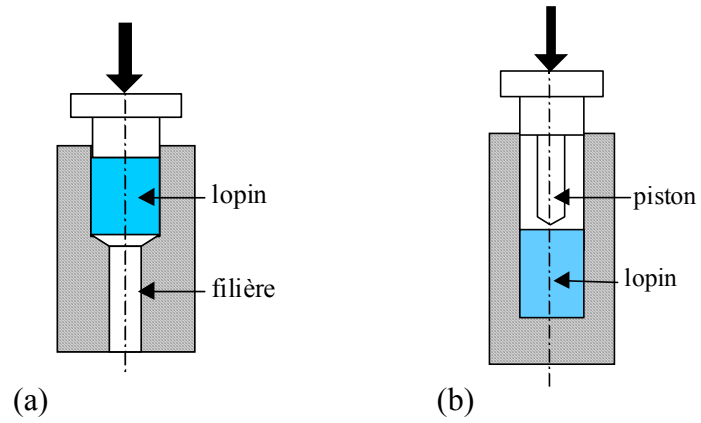


Figure 11: Schémas de principe du (a) filage direct et (b) filage inverse

5.1.2 Tableau récapitulatif

Essais rhéologiques	**Limites en terme de vitesses de cisaillement**	**Avantages**	**Inconvénients**
Essai de compression	$<10\ s^{-1}$	Aisé à mettre en oeuvre	Champ de déformation non homogène Taux de déformation limité Ecoulement de liquide
Essai de compression rapide	$<10^4\ s^{-1}$	Aisé à mettre en oeuvre	Champ de déformation non homogène Taux de déformation limité
Indentation	$<10\ s^{-1}$	Aisé à mettre en oeuvre	Déformation localisée (sous l'indenteur) Effets de frottement

Viscosimètre de Couette	$>10\ s^{-1}$	Champ de déformation unidimensionnel Taux de déformation bien déterminé	Gradients thermiques difficiles à éviter Alignement des cylindres à respecter
Filage	$>10\ s^{-1}$	Aisé à mettre en oeuvre	Un outillage pour un essai

5.2 Rhéologie des semi-solides à microstructure dendritique

Des essais isothermes de viscosimètre et de compression pour diverses fractions de solide (<0.65) ont été réalisés par Metz et Flemings [MET69, MET70] sur des alliages Al-Cu et Al-Si partiellement solidifiés présentant des microstructures dendritiques de différentes tailles. Ils observent que quelque soit l'essai, la contrainte d'écoulement est une fonction croissante de la déformation, de la taille de grains et de la fraction de solide (à partir de 0.2) comme le montrent les **figures 12, 13, 14**.

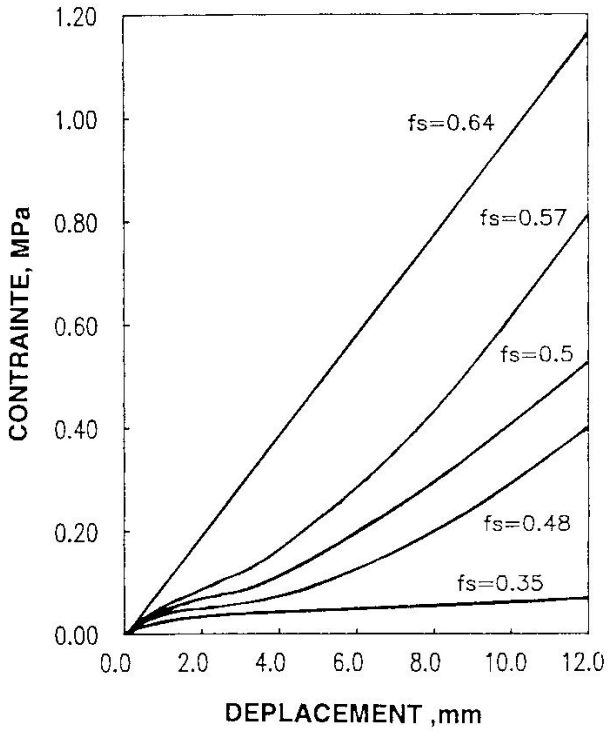


Figure 12 : Evolution de la contrainte en fonction du déplacement pour diverses fractions de solide pour un alliage Al-4%Cu semi-solide lors d'un essai de cisaillement [MET69]

Deux mécanismes de déformation ont principalement été mis en évidence d'après des observations métallographiques :

- Lors des essais de compression, un phénomène de pliage des dendrites a été observé
- Lors des essais de cisaillement, un glissement relatif des grains a été observé.

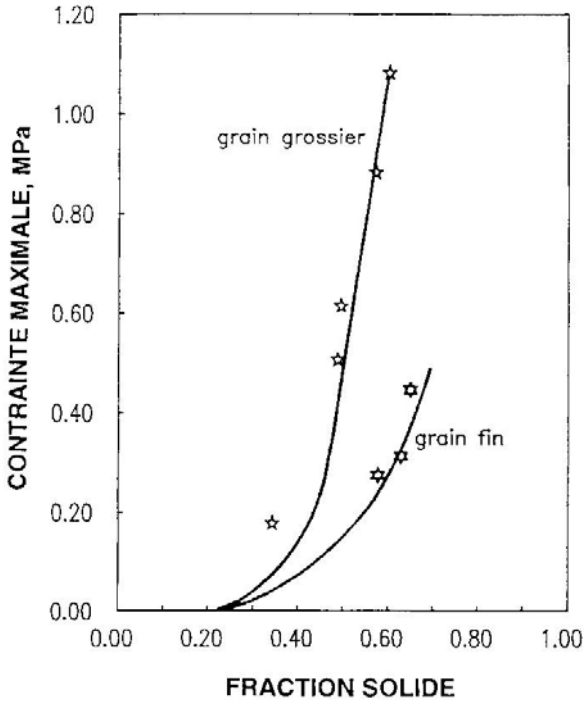


Figure 13 : Contrainte maximale en fonction de la fraction de solide pour un alliage Al-4%Cu semi-solide lors d'un essai de cisaillement pour des structures fines et des structures grossières[MET69]

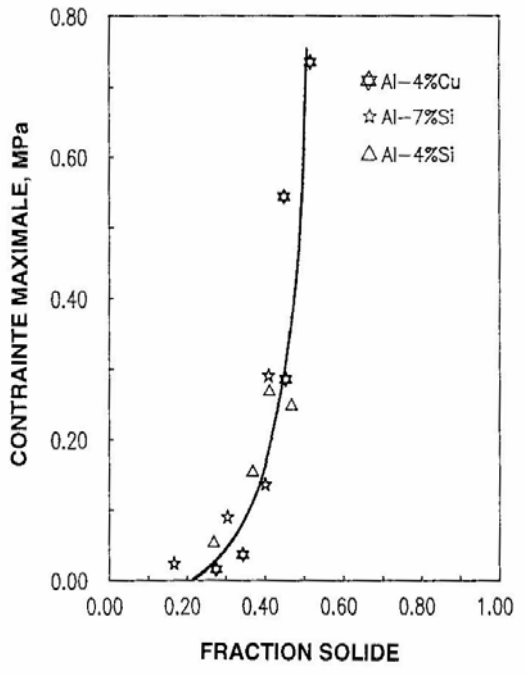


Figure 14 : Contrainte maximale en fonction de la fraction de solide pour divers alliages à base d'aluminium semi-solides à structures grossières lors d'un essai de compression [MET69]

Comme le montre en particulier la **figure 14**, l'influence de la fraction de solide n'est observée qu'à partir d'une valeur supérieure à 0.2. Les auteurs supposent qu'en deçà de cette valeur seuil, les grains ont la possibilité de se mouvoir ou de se déformer facilement. De plus, les observations métallographiques montrent qu'il n'y a pas de pliage de dendrites avant ce seuil. L'accroissement abrupt de la contrainte à partir d'une fraction de solide de 0.3 est observé pour tous les alliages. Il serait dû à l'interaction des dendrites (enchevêtrement des dendrites + processus simultané de soudage + grossissement des grains solides) [KAT67]. L'augmentation de la contrainte telle qu'elle est observée sur la **figure 12** est associée à l'interpénétration des dendrites et à d'éventuels soudages. Pour des fractions de solide élevées, Metz et Flemings observent des fissures à la surface de leurs échantillons. Ils associent ce phénomène à un écoulement insuffisant du liquide pour combler ces fissures.

La **figure 13** met en évidence une différence significative de comportement entre les alliages à grains fins et les alliages à grains grossiers. Les auteurs expliquent que dans le cas de structures dendritiques fines, la déformation est plus aisée car l'action d'un grain sur le mouvement des autres n'est pas limitée par la présence de ramifications dendritiques longues. Par contre dans le second cas (grains grossiers), la mobilité des dendrites est réduite. De ce fait, la résistance à la déformation est plus grande.

Des essais similaires ont été effectués par Spencer et al [SPE72] sur des alliages de Sn-Pb dendritiques en viscosimètre. Les auteurs aboutissent aux mêmes conclusions que Metz et Flemings [MET69, MET70], en particulier que la résistance ne devient significative qu'à partir d'une fraction de solide de 0.2.

Les essais de compression entre plateaux parallèles, à température et charge contantes, de Laxmanan et Flemings [LAX80] sur un alliage Sn-Pb semi-solide à structure dendritiques

équiaxes et colonnaires pour des fractions de solide comprises entre 0.15 et 0.6, confirment et complètent les essais de Metz et Flemings [MET69, MET70] au sujet de l'importance de la morphologie de la phase primaire solide.

Suery et Flemings [SUE82] ont réalisé des essais de compression simple sur les lopins cylindriques d'alliages Sn-15%Pb semi-solides dendritiques comportant une fraction de solide de 0.37 pour une température de 184°C (déterminée à partir de l'équation de Scheil [SUE96]). Les auteurs ont alors fait varier la vitesse de déformation dans une large gamme allant de $1.3x10^{-3}$ à $1.2x10^{-2}$ s^{-1}. Dans la gamme des faibles vitesses de déformation, le matériau se déforme de manière très hétérogène avec une expulsion du liquide de la région centrale vers la périphérie de l'éprouvette. Les courbes contrainte-déformation relatives à la structure dendritique ont une allure typique dans la gamme des faibles vitesses de déformation comme le montre la **figure 15**. La contrainte croit jusqu'à une déformation de l'ordre de 0.3 environ puis se met à décroître. Les auteurs expliquent que le squelette dendritique initial est détruit conduisant ainsi à une microstructure du matériau plus équiaxe, et par ce fait un adoucissement progressif est observé.

La forte influence de la morphologie de la phase solide sur le comportement à l'état semi-solide d'un alliage Sn-Pb dendritique partiellement refondu a été mis en évidence par Suéry et Flemings [SUE82] ainsi que par Secondé et Suéry [SEC84]. Les **figures 16 et 17** montrent que la contrainte de compression ainsi que la ségrégation liquide au sein de l'échantillon diminuent avec une réduction de l'espacement interdendritique initial, elle-même obtenue en augmentant la vitesse de solidification. Comme Metz et Flemings [MET69] l'ont déjà observé, une structure dendritique plus fine se déforme plus facilement.

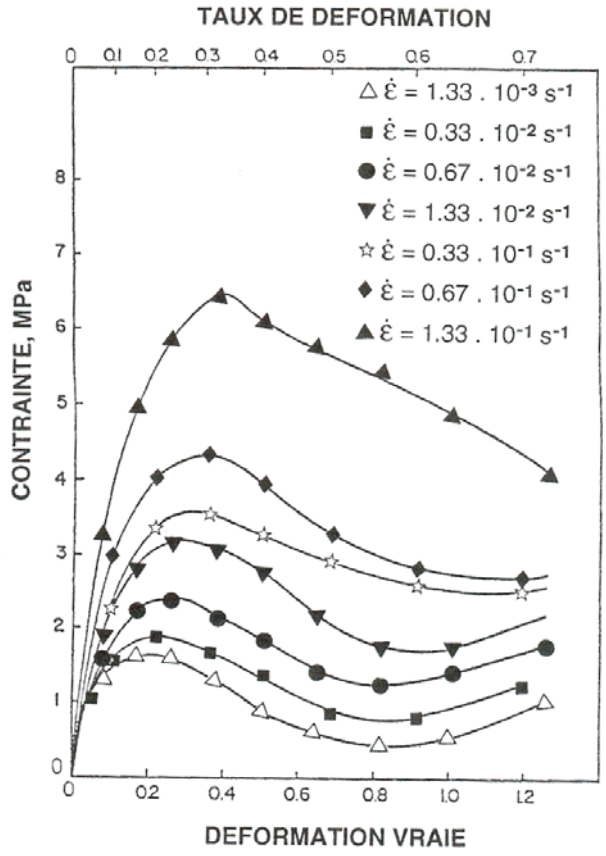


Figure 15 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour des alliages Sn-Pb lors d'un essai de compression (faibles vitesses) [SUE82]

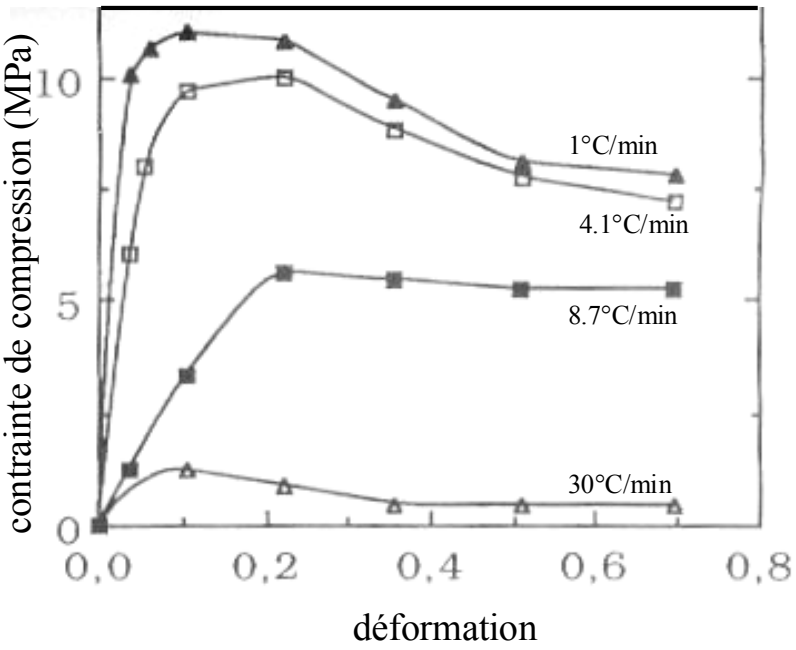


Figure 16 : Evolution de la contrainte de compression en fonction de la déformation pour un alliage Sn-15%Pb dendritique partiellement refondu (fs=0.37) [SEC84]

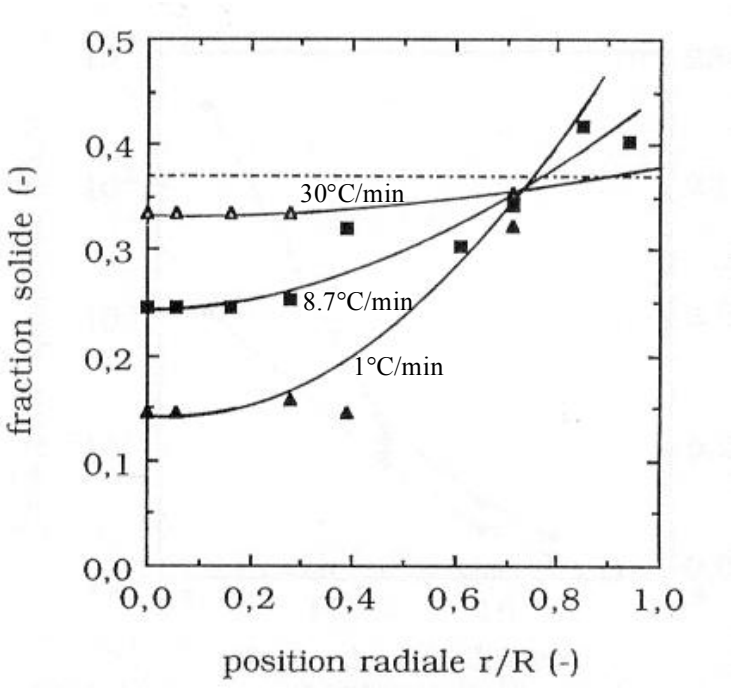


Figure 17 : Distribution radiale de la fraction de solide lors d'un essai de compression d'un alliage Sn-15%Pb dendritique partiellement refondu (fs=0.37) [SEC84]

Pinsky et al [PIN84] se sont intéressés à l'effet du frottement sur les mécanismes de ségrégation. Ils ont réalisé des essais de compression sur des échantillons cylindriques de Sn-15%Pb à structure dendritique, à 184°C, afin d'étudier l'essorage. La **figure 18** montre l'importance de l'éjection liquide dans un échantillon à structure dendritique. Lorsque le frottement est élevé, un fort essorage est induit et la contrainte ne cesse de croître avec la déformation. Par contre, pour un frottement faible, l'essorage est limité et, plus le frottement sera faible, plus la chute de la contrainte après avoir atteint la contrainte maximale sera rapide (**figure 19**).

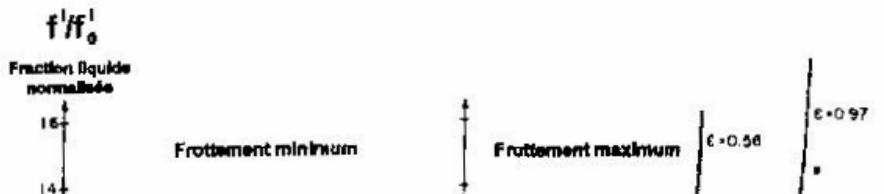


Figure 18 : Fraction de liquide mesurée le long d'un échantillon de Sn-15%Pb à structure dendritique (fs=0.37) lors de divers essais de compression [PIN84]

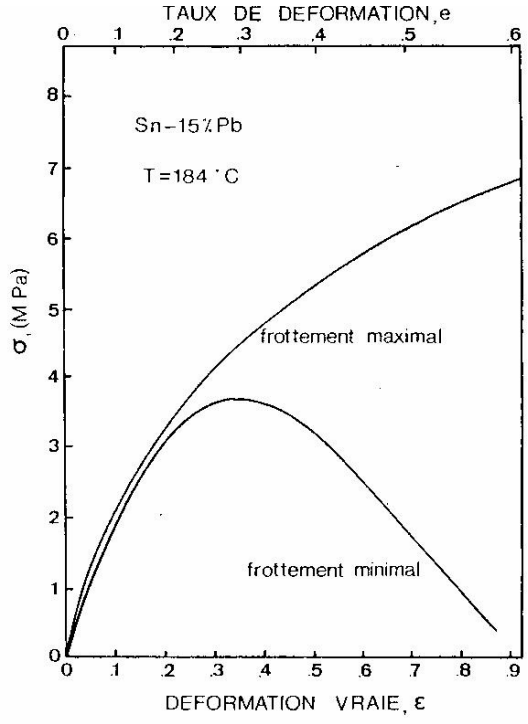


Figure 19 : Effet du frottement sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un essai de compression d'un alliage Sn-Pb semi-solide dendritique [PIN84]

5.3 Rhéologie des semi-solides à microstructure non dendritique

5.3.1 Analyse de la viscosité

En 1972, Spencer et al [SPE72] réalisent des essais en viscosimètre sur des alliages Plomb –Etain. Le but initial de ces essais était de mesurer la résistance au cisaillement du matériau étudié durant la solidification. Suite au brassage, la structure de solidification n'est non pas dendritique mais globulaire. Les auteurs ont alors observé pour la première fois, une chute de la viscosité apparente avec une vitesse de cisaillement croissante (**figure 20**). Ce type de comportement est appelé comportement rhéofluidifiant. Les auteurs constatent également que, pour une structure non dendritique, la viscosité et la contrainte sont de plusieurs ordres de grandeur plus faibles (environ 100) que pour une structure dendritique, pour une fraction de solide donnée, comme le montre la comparaison entre les **figures 21 et 22**.

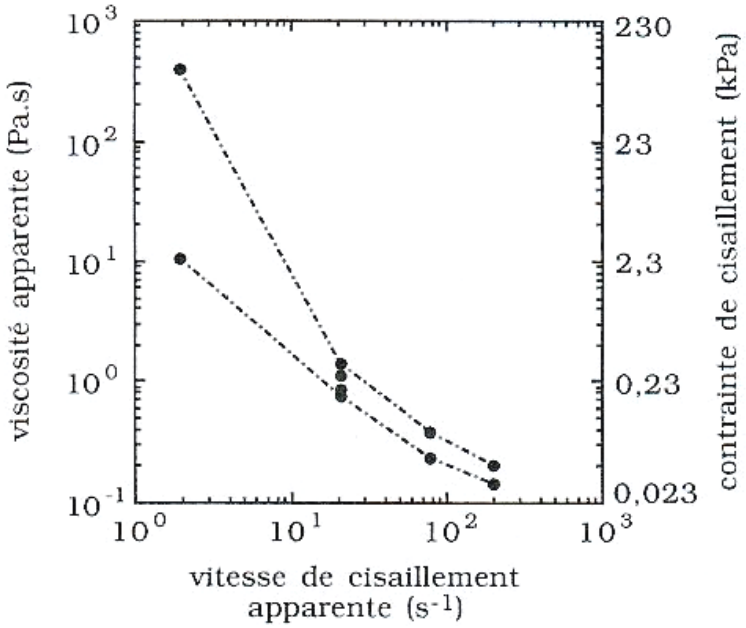


Figure 20 : Evolution de la viscosité et de la contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement d'un alliage Sn-15%Pb présentant une structure globulaire [SPE72]

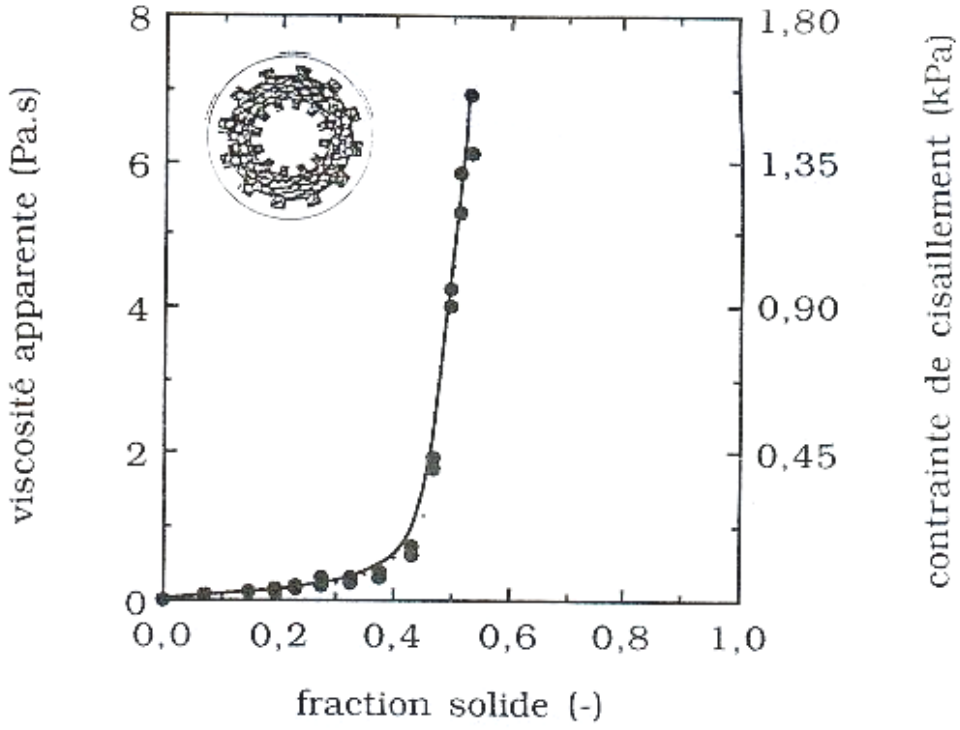


Figure 21 : Evolution de la viscosité et de la contrainte en fonction de la fraction de solide d'un alliage Sn-15%Pb présentant une structure globulaire [SPE72]

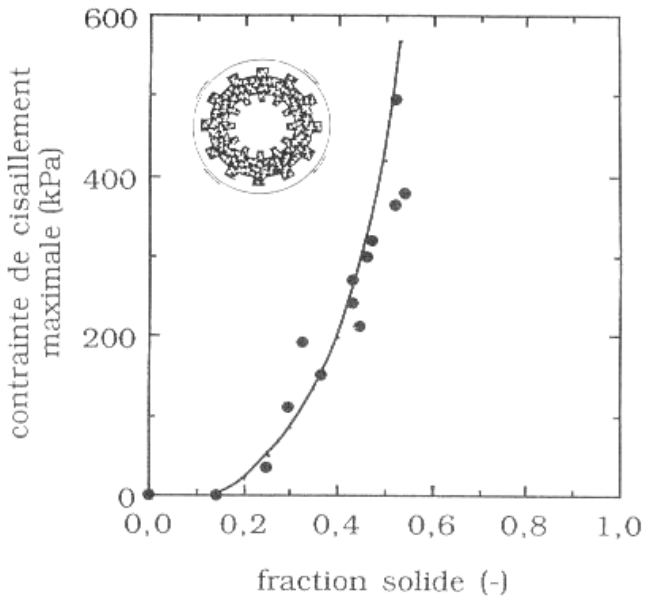


Figure 22 : Evolution de la contrainte en fonction de la fraction de solide pour un alliage Sn-15%Pb présentant une structure dendritique [SPE72]

Quelques années plus tard, en 1976, Joly et Mehrabian [JOL76] proposent une étude plus approfondie du comportement d'un alliage de Sn-15%Pb semi-solide dont la structure globulaire est obtenue par brassage dans un viscosimètre. Tout comme Spencer et al [SPE72], les auteurs observent une chute de la viscosité avec une croissance de la vitesse de cisaillement comme l'illustre la **figure 23**, et une chute de la viscosité avec une chute de la vitesse de refroidissement comme le montre la **figure 24**. Joly et Mehrabian [JOL76] associent immédiatement, et pour la première fois, ce comportement rhéofluidifiant à la microstructure et plus précisément aux phénomènes d'agglomération et de désagglomération des globules solides. Les auteurs expliquent que les particules solides forment des agrégats solides par collision et coalescence des particules solides et que le cisaillement est responsable de la destruction de ces agrégats. Ce processus d'agglomération et de désagglomération est considéré comme étant plus ou moins réversible. Les auteurs approfondissent encore leur étude en choisissant de modifier les conditions d'essais. C'est à dire qu'une fois la fraction de solide désirée atteinte, le cisaillement est poursuivi sous maintien isotherme. Joly et Mehrabian [JOL76] montrent alors que la viscosité chute jusqu'à atteindre un régime stationnaire : les auteurs introduisent alors la notion de temps de restauration. Puis à partir de cet état, les auteurs décident d'annuler progressivement le taux de cisaillement, de maintenir un temps de repos et de réaugmenter progressivement le taux de cisaillement jusqu'à une valeur maximum avant de l'annuler une nouvelle fois. Lors de ces nouvelles expérimentations, l'évolution de la contrainte en fonction du taux de cisaillement est enregistrée. Les auteurs observent alors des boucles d'hystérésis dont ils associent l'aire au degré de thixotropie (**figure 25**). Ils expliquent que la structure des agrégats a besoin d'un certain temps pour s'adapter aux nouvelles conditions. La viscosité évolue donc avec le temps et cette dépendance est appelée thixotropie. De plus, l'augmentation de certains paramètres tels que la fraction de solide, le temps de repos, la vitesse de cisaillement maximum font

augmenter le degré de thixotropie, ce qui n'est pas le cas de la vitesse de cisaillement initiale. La **figure 26** montre que la thixotropie n'est pas toujours présente.

Turng et Wang [TUR91] ont observé, tout comme Joly et Mehrabian [JOL76], qu'au-delà d'une vitesse de cisaillement critique, dépendante de la fraction de solide, la viscosité tend vers une valeur asymptotique. Ils associent ce phénomène à une disparition du mécanisme d'agglomération : chaque particule devient une entité individuelle après cette valeur critique.

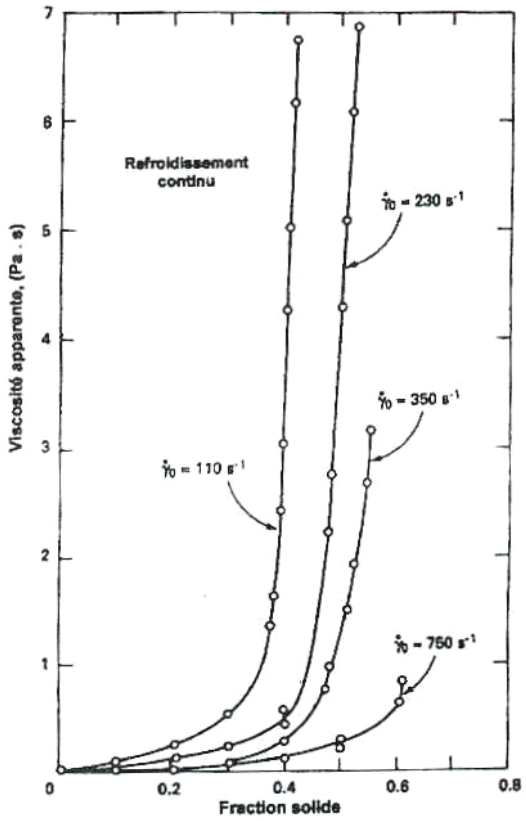


Figure 23 : Evolution de la viscosité en fonction de la fraction de solide pour un alliage Sn-15%Pb à structure globulaire à différentes vitesses de cisaillement[JOL76]

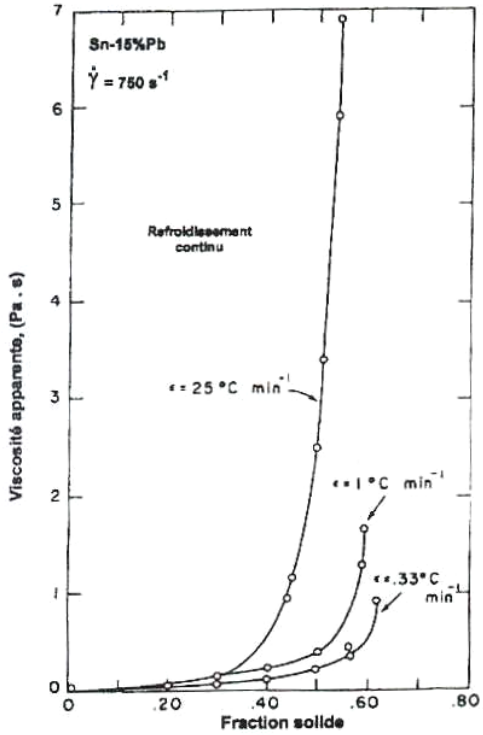


Figure 24 : Evolution de la viscosité en fonction de la fraction de solide suivant la vitesse de refroidissement pour un alliage Sn-15%Pb à structure globulaire [JOL76]

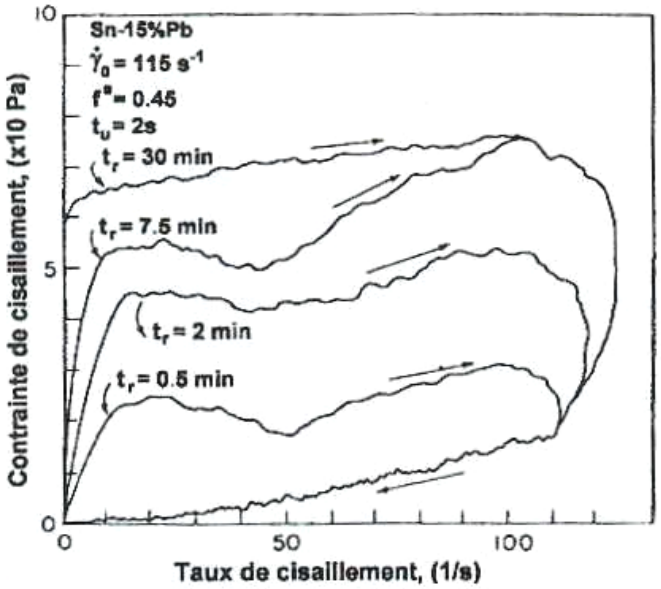


Figure 25 : Mesure du degré de thixotropie par l'aire des boules d'hystérésis et influence du temps de repos sur l'aire des boucles d'hystérésis pour un alliage Sn-15%Pb [JOL76]

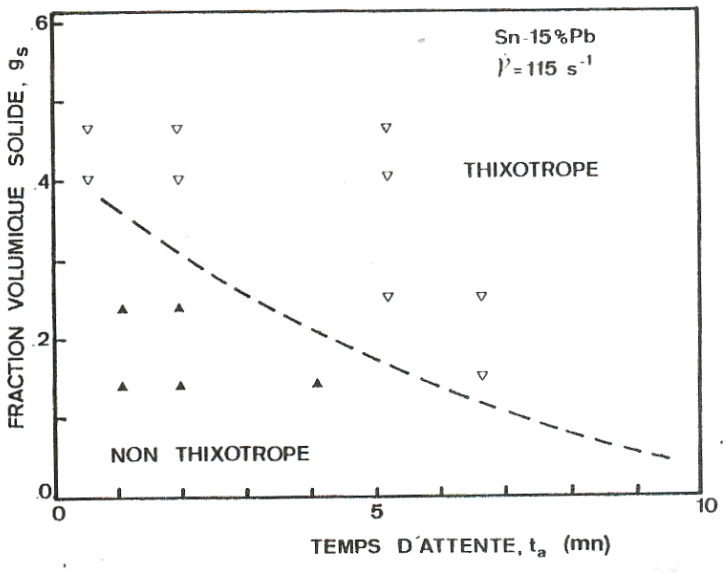


Figure 26 : Conditions requises pour observer la thixotropie d'un alliage de Sn-15%Pb à structure globulaire [JOL76]

Joly et Mehrabian [JOL76] ont essayé de mieux comprendre le comportement des semi-solides à structure globulaire en comparant l'évolution de la viscosité relative ($=\frac{\text{viscosité apparente}}{\text{viscosité du liquide}}$) d'un semi-solide en fonction de la fraction de solide avec l'évolution de la viscosité de suspensions de sphères non interactives et l'évolution de la viscosité de suspensions de kaolin comme le montre la **figure 27**.

Cette comparaison a donc principalement été faite dans le but de mieux comprendre l'origine de la thixotropie. Les auteurs remarquent que la viscosité relative du semi-solide n'est pas comparable à la viscosité des suspensions de sphères non interactives mais se rapproche de la viscosité relative des suspensions de kaolin. Or l'évolution de la viscosité du kaolin a été expliquée par la formation et la destruction d'agrégats. Les auteurs déduisent donc, à partir de ces observations, que l'origine de la thixotropie résulte de la formation et la destruction d'agrégats de particules solides.

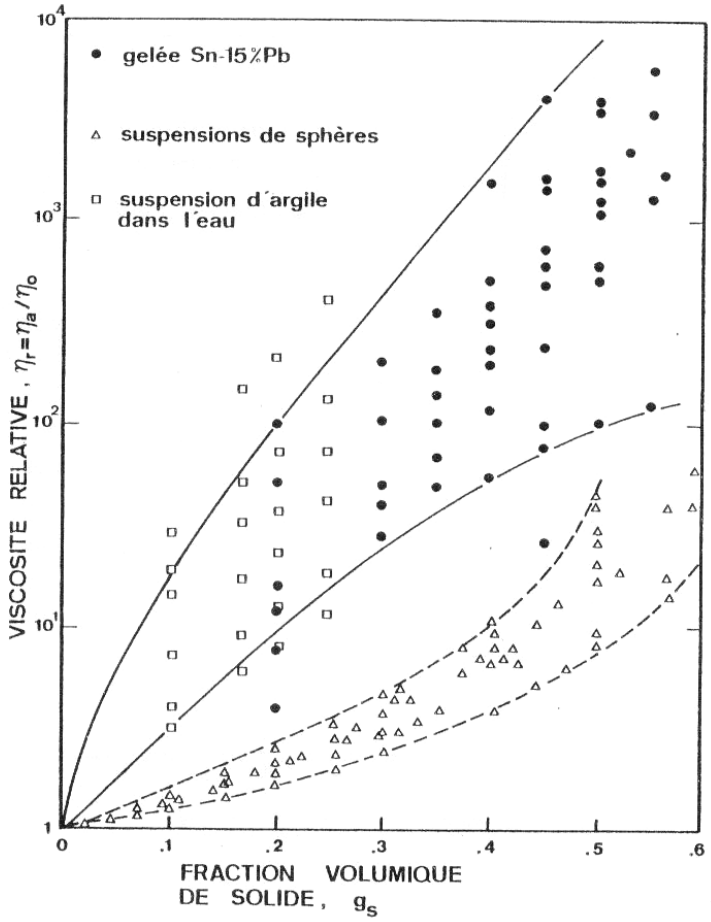


Figure 27 : Comparaison de la viscosité relative d'un alliage de Sn-15%Pb avec celle de suspensions de kaolin et des suspensions de sphères non interactives [JOL76]

Kattamis et Piccone [KAT91] associent également la thixotropie à la compétition d'agglomération et de désagglomération des particules solides.

En 1997, Mac Lelland et al [MAC97] traitent également des phénomènes d'agglomération et de désagglomération. Ces auteurs associent agglomération de particules solides et emprisonnement de liquide. En effet, ils supposent que lors du processus d'agglomération des particules solides, une partie de la phase liquide est piégée dans les agrégats, ce qui reviendrait à augmenter la fraction de solide effective (= fraction de solide + fraction de liquide piégé).

Ainsi la thixotropie est expliquée comme étant le résultat d'un phénomène d'agglomération et de désagglomération de particules solides : l'augmentation du taux de cisaillement entraîne

une rupture entre les particules solides, qui libèrent alors le liquide qui était piégé dans ces agrégats solides. De ce fait, la fraction de solide effective chute et par la même la viscosité chute. Le régime stationnaire correspond à l'état d'équilibre entre formation des agrégats et destruction des agrégats.

Une analyse métallographique poussée, réalisée par Ito et al [ITO92], sur des alliages d'aluminium Al-6.5%Si brassés vient conforter l'origine de la thixotropie. Les auteurs mettent par ailleurs en évidence une relation entre la viscosité et la fraction de solide effective comme le montre la **figure 28**. La fraction de liquide emprisonnée a été déterminée en observant des sections successives. La fraction de solide effective (ou efficace) est définie comme la somme de la fraction de solide réelle et de la fraction de liquide piégé dans les agrégats.

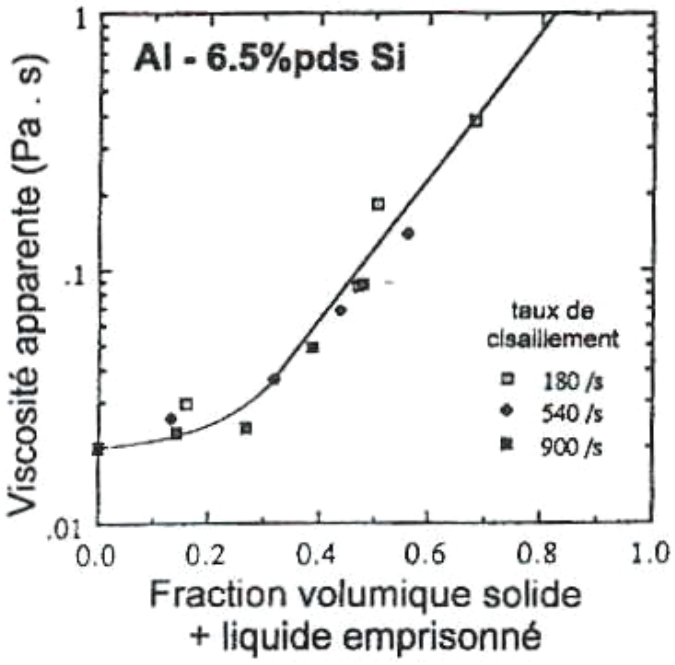


Figure 28 : Evolution de la viscosité en fonction de la fraction de solide effective(=fraction de solide + fraction de liquide emprisonné) [ITO92]

Afin de quantifier les cinétiques des processus d'agglomération et de désagglomération, des procédures expérimentales spécifiques ont été développées: il s'agit de réaliser un brusque

saut de la vitesse de cisaillement ou une brusque chute de la vitesse de cisaillement afin de "saisir" au mieux l'évolution microstructurale.

Kumar, Martin et Brown [KUM92, KUM93, KUM94, MAR94] se sont donc également intéressés aux phénomènes d'agglomération et de désagglomération. L'alliage étudié est du Sn-15%Pb subissant de soudains changements de vitesse de cisaillement. L'évolution de la contrainte en fonction du temps est relevée. La **figure 29** montre un pic de la contrainte qui se stabilise vers un régime stationnaire. Les auteurs suggèrent que le phénomène de désagglomération est plus rapide que le phénomène d'agglomération. Cette déduction est faite d'après l'observation suivante : le temps nécessaire pour atteindre le nouveau régime stationnaire est plus rapide après un saut de vitesse de cisaillement qu'après une chute (**figure 29**).

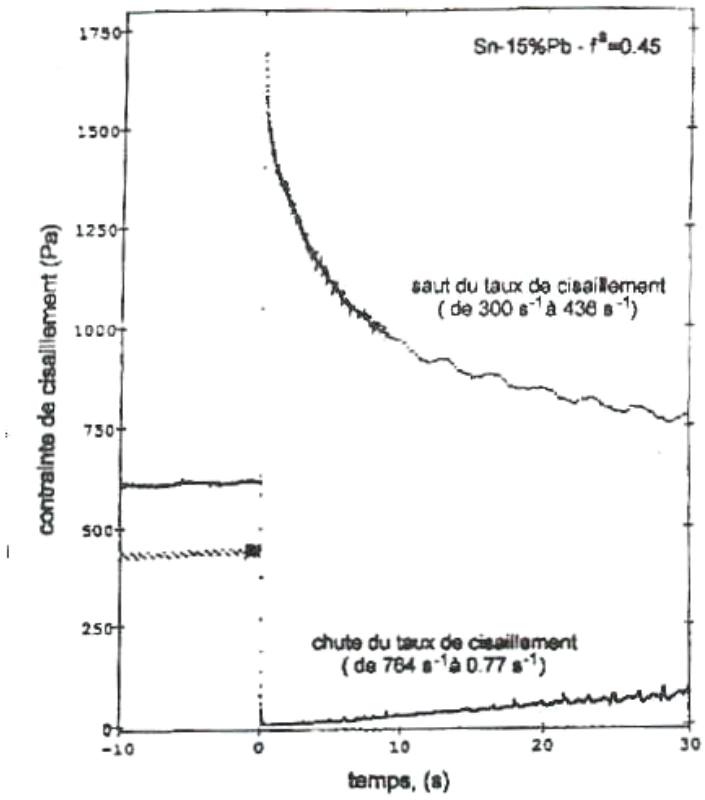


Figure 29 : Evolution de la contrainte en fonction du temps pour divers sauts de vitesse de cisaillement [MAR95]

Quaak et al [QUA96] sur un alliage d'aluminium A356, ainsi que Modigell et al [MOD99] sur un alliage Sn-15%Pb observent la même évolution de la viscosité pendant le temps de restauration avec une cinétique d'agglomération plus lente que la cinétique de désagglomération.

Certains auteurs développent des modèles théoriques à variable interne prenant en compte les processus d'agglomération et de désagglomération. Ceux-ci seront présentés dans le troisième chapitre.

En 1980, Laxmanan et Flemings [LAX80], sur un alliage Sn-15%Pb semi-solide présentant une structure non dendritique obtenue par refusion partielle en réalisant des essais de compression entre plateaux parallèles ($\dot{\varepsilon}<10^{-1}s^{-1}$), observent, tout comme dans les cas de solidification partielle, une chute de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement comme l'illustre la **figure 30**. Cette figure montre également que la viscosité chute avec la fraction de solide.

Ces auteurs ont également comparé leurs résultats avec ceux de Spencer et al [SPE72] et ceux de Joly et Mehrabian [JOL76]. La **figure 31** réunit ces résultats. Une forte discontinuité entre les résultats à faibles vitesses (compression [LAX80]) et ceux à fortes vitesses (viscosimètre [JOL76], [SPE72]) est observée. Cette même discontinuité est observée sur divers essais sur du magnésium AZ91 [GEB99, GOS94] comme le montre la **figure 32.** Ceci peut s'expliquer par la différence d'obtention des microstructures globulaires (refusion partielle[LAX80], solidification partielle [JOL76, SPE72]) ou encore les conditions d'essais et sera discuté dans le **chapitre 2**.

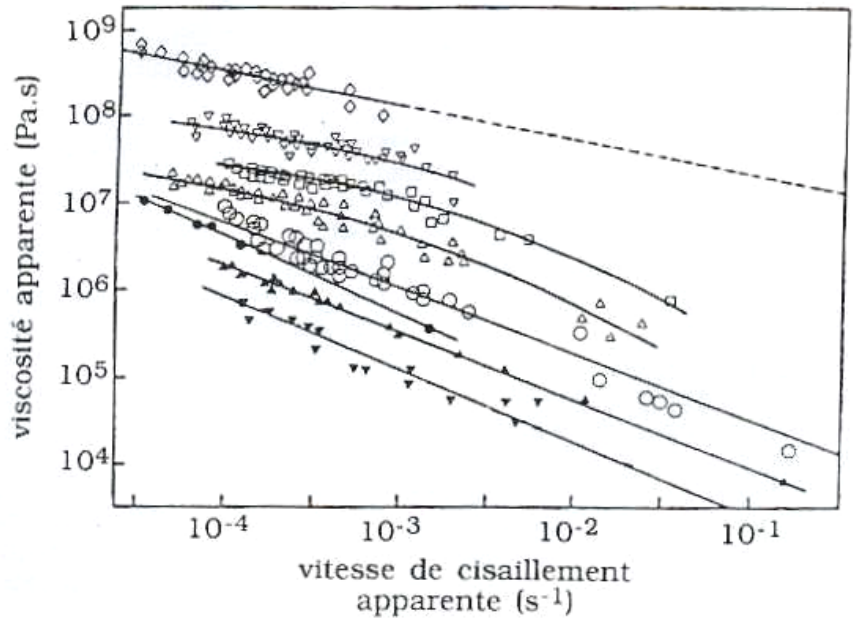


Figure 30 : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour différentes fractions de solide pour un alliage Sn-15%Pb globulaire au cours d'essais de compression [LAX80]

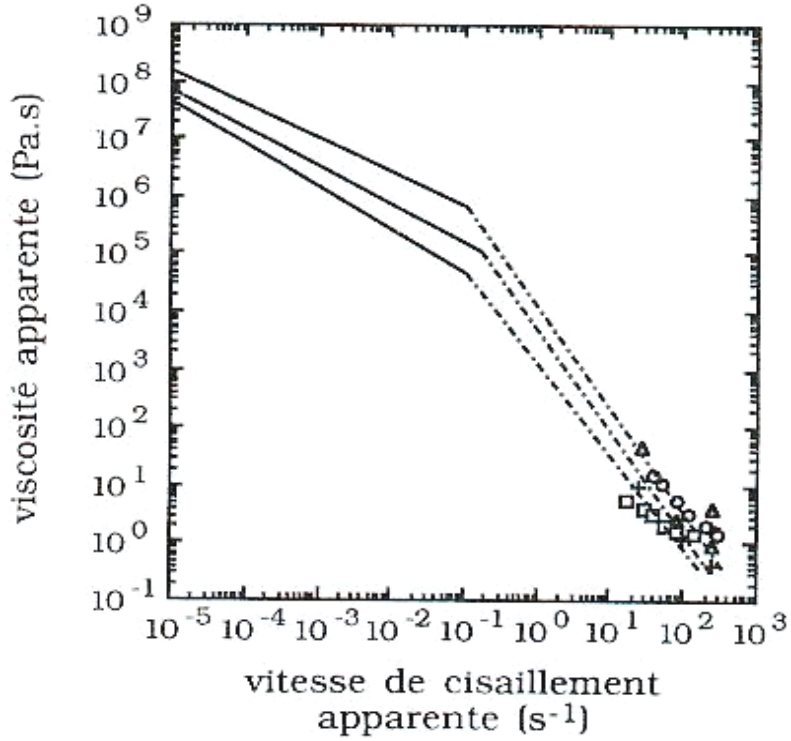


Figure 31 : Evolution de la viscosité d'un alliage de Sn-15%Pb globulaire en fonction de la vitesse de cisaillement [LAX80]

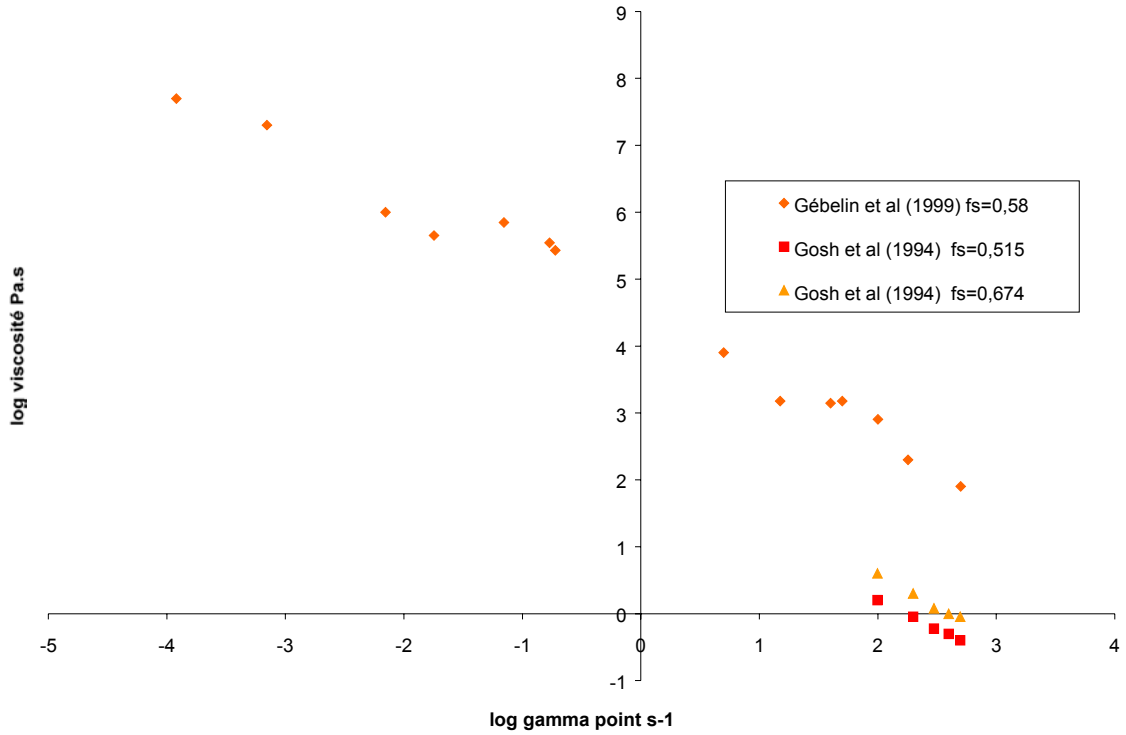


Figure 32 : Evolution de la viscosité d'un alliage de magnésium AZ91 globulaire en fonction de la vitesse de cisaillement [GEB98, GOS94]

5.3.2 Analyse des courbes contrainte-déformation

La résistance en compression pour un alliage semi-solide de Sn-15%Pb présentant soit une structure dendritique soit une structure globulaire brassée a été analysée par Suéry et Flemings [SUE82]. La **figure 33** montre que, pour une fraction de solide de 0.63 et pour une même déformation, la contrainte pour les structures dendritiques « ordinaires » est largement plus importante que pour les structures dendritiques fines et les structures globulaires.

En 1984, Secondé [SEC84a] réalise également des essais de compression et aboutit aux même conclusions : les structures dendritiques fines et les structures non dendritiques se déforment de manière quasi homogène jusqu'à des taux de déformation grands et sous contrainte faible, contrairement aux structures dendritiques.

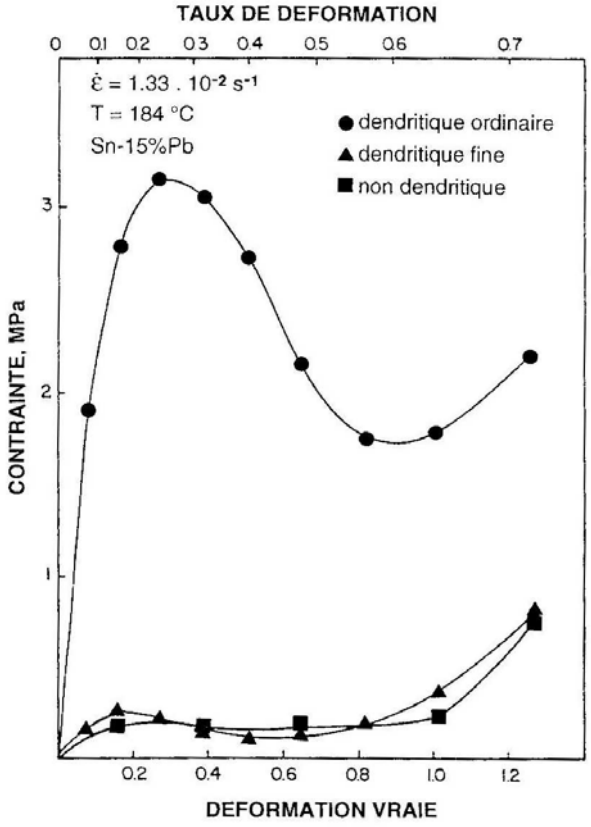


Figure 33 : Evolution de contrainte en fonction de la déformation pour des microstructures dendritiques et globulaires d'un alliage Sn-15%Pb au cours d'essais de compression uniaxiale (fraction de solide égale à 0.63) [SUE82]

Selon les auteurs la taille des globules influence ou non la contrainte de compression [NGU91, SEC84a, LEH85]. Nguyen [NGU91] a montré par exemple que la taille des particules a un effet certain sur la pression appliquée comme l'illustre la **figure 34**.

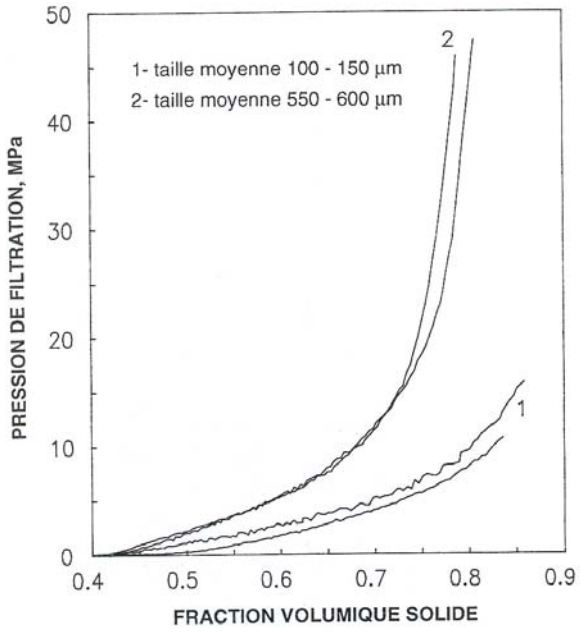


Figure 34 : Influence de la taille des particules globulaires sur la pression de filtration [NGU91]

L'auteur explique que les particules de taille plus petite peuvent "rouler" les unes sur les autres avec plus de facilité que les particules de grandes tailles avec en addition un cisaillement aux contacts pour accommoder la déformation. Les observations métallographiques de la **figure 35** montrent une ségrégation plus ou moins marquée de la phase liquide dans la direction radiale des pièces en compression libre.

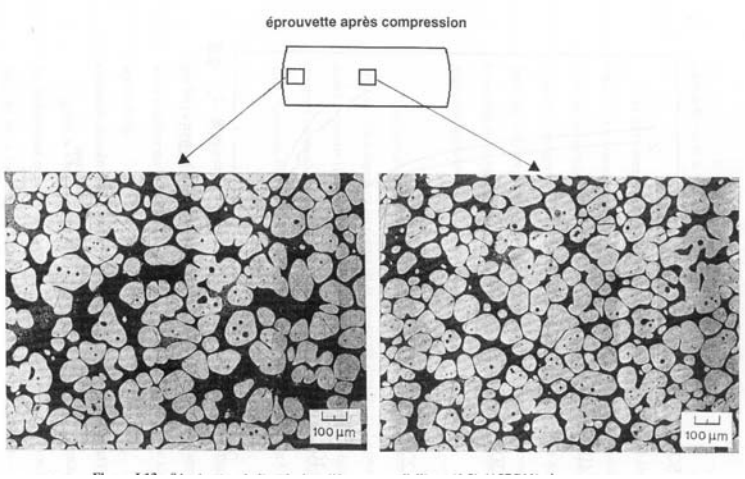


Figure 35 : Ségrégation liquide observée lors d'essais de compression uniaxiale d'un alliage Al-Si à 584°C [NGU91]

Le comportement rhéologique d'un semi-solide dépend du type de structure, de la fraction de solide et de la vitesse de déformation. Aussi, Valette. [VAL92] a établi un diagramme d'écoulement permettant de déterminer si un écoulement est homogène ou hétérogène (**figure36**). Aux faibles vitesses de déformation, l'écoulement est hétérogène. En effet, il y a ségrégation de la phase liquide [VAL92, SUE82]. Par contre, aux fortes vitesses de déformation l'écoulement semble être plus homogène.

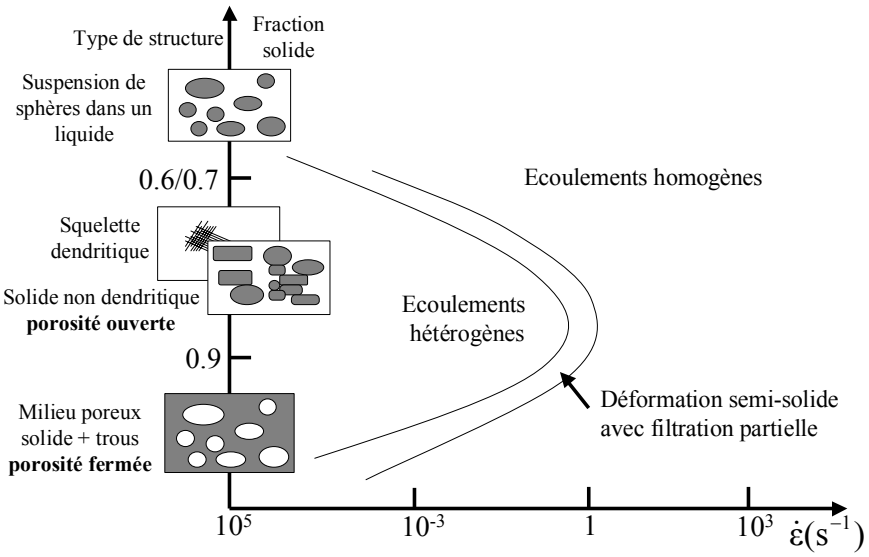


Figure 36: Diagramme d'écoulement [VAL92]

6 Conclusion

La formation et l'évolution des microstructures des alliages à l'état semi-solide ont été étudiées dans ce chapitre. Le temps passé dans l'intervalle de solidification a une forte influence sur la morphologie de la phase solide, que ce soit pendant une solidification ou pendant une refusion. Le comportement rhéologique des semi-solides à structure dendritique a été étudié mais l'accent a été mis sur les semi-solides présentant une structure globulaire car celle-ci est à la base d'un comportement rhéofluidifiant et thixotrope intéressant pour la mise en forme par thixoformage. Les phénomènes conduisant à ce type de comportement, interactions entre particules solides, ont également été étudiés. Le comportement rhéofluidifiant est dû à la variation de la fraction de solide effective, soit encore à la variation de la taille des agrégats des globules avec la vitesse de cisaillement. Le comportement thixotrope est associé à la différence de cinétique entre la formation des agrégats de globules et la destruction de ces agrégats de particules solides.

7 Références bibliographiques

[ABI92] Abis S., *Industrial production of semi-solid aluminium alloys billets by passive stirring (PS)*, 2nd International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, edition S.B. Brown and M.C. Flemings, Cambridge, Massachussetts, 1992

[COL93] Collot J., *Les différentes techniques de préparation et de mise en forme à l'état semi-solide des alliages métalliques : application aux alliages de magnésium*, Fonderie-fondeur d'aujourd'hui, 129, Novembre 1993, pp35-46.

[DEC90] Decker R.F., *Solid base for new technology*, Fondry Trade J., 7, September 1990, pp 634-635

[DOH84] Doherty R.D., Lee H.O., Feest E.A., *Microstructure of stir-cast metals*, Mater. Sci. Eng., vol. 65, 1984, p181-189

[FLE76] Flemings M.C, Riek R.G., Young K.P., *Rheocasting*, Mater. Sci. Eng., 25, 1976, pp 103-117

[FLE91] Flemings M.C*., Behavior of Metal alloys in the semisolid state*, Metall. Trans. A, 22, 1991, pp957-981.

[GEB99] Gébelin J.C., *Etude expérimentale et simulation numérique du comportement de l'alliage de magnesium AZ91 à l'état semi-solide*, Thèse, INP Grenoble, 1999.

[GOS94] Gosh D., Fan R., Vanschilt C., *Thixotropic properties of semi-solid magnesium alloys AZ91D and AM50*, 3rd International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, 1994, pp85-94.

[GRA99] Gräft T., Jürgens R., *Sichere Prozesssteeuerung beim thixoforming*, Gisserei, 1, 1999, pp 84-87

[ITO92] Ito Y., Flemings M.C., Cornie J.A., *Rheological behaviour and microstructure of Al-6wtpcSi. Nature and Properties of Semi-Solid materials*, edited by Shekar J.A. and Dantzig J.A., TMS, Warrendale, PA , 1992, pp. 3-17.

[JOL76] Joly P.A., Mehrabian R., *The rheology of a partially solid alloy*, J. Mat. Sci., 11, 1976, pp.1393-1418.

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

[KAT67] Kattamis TZ., Coughlin J.C., Flemings M.C., *Influence of coarsening on dendrite arm spacing of aluminium-copper alloys*, TMS AIME, 239, 1967, pp 1504-1511.

[KEN88] Kenney M.P., *Semi-solid metal casting and forging*, Metals handbook, 9e édition, ASM International, Metals park, Etats Unis, 15, 1988, pp327-338.

[KUM92] Kumar P., Martin C., Brown S.B., *Flow behavior of semi-solid alloys slurries*, 2nd International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, edition S.B. Brown and M.C. Flemings, Cambridge, Massachussetts, 1992, pp248-262.

[KUM93] Kumar P., Martin C., Brown S.B., *Shear rate thickening behavior of semisolid slurries*, Metall. Trans. A, 24, 1993, pp1107-1116.

[KUM94] Kumar P., Martin C., Brown S.B., *Constitutive modeling and characterization of the flow behavior of semi-solid metal alloy slurries – I The flow response*, Acta Metall. Mater., 42, 1994, pp3595-3602.

[LAX80] Laxmanan V., Flemings M.C., *Deformation of semi-solid Sn-15 pct Pb alloy*, Metall. Trans. A, 11A, 1980, pp. 1927-1937.

[LEA93] Leatham A.G., Lawley A., *The Osprey process : principles and applications*, Int. J. Powder Metal., 29, 1993, pp 321-329.

[LEH85] Lehuy H, Masounave J., Blain J, *Rheological behaviour and microstructure of stir-casting zinc aluminium alloys*, J. Mat. Sci., 20, 1, Janvier 1985, pp105-113.

[LES89] Lesoult G., *Solidification : macrostructures et qualité des produits*, Tech. Ing., MB, M59, 1989.

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

[MAC97] Mc Lelland A.R.A., Henderson N.G., Atkinson H.V., Kirkwood D.H., *Anomalous rheological behavior of semi-solid alloy slurries at low shear rates*, Mat Sci Eng, A232, 1997, pp110-118.

[MAR94] Martin C., Kumar P., Brown S.B., *Constitutive modeling and characterization of the flow behavior of semi-solid metal alloy slurries – II Structural evolution under shear deformation*, Acta Metall. Mater., 42, 1994, pp3603-3614.

[MAR95] Martin C., *Rhéologie et structure d'un alliage modèle Sn-Pb à l'état semi-solide*, Thèse INPG, Octobre 1995.

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

[MET70] Metz A., Flemings M.C, *A fundamental study of hot tearing*, Trans. Amer. Foundrymen's society, 78, 1970, pp.453-460.

[MIL83] Millière C., Seconde J.F., Secordel P., Suery M., *Structure, propriétés et mise en forme des alliages brassés à l'état semi-solide (suite)*, Mémoires et études scientifiques Revue de métallurgie, Juillet-Août 1983, pp 355-365.

[MOD99] Modigell M., Koke J., *Time dependant rheological properties of semi-solid metal alloys*, Mech Time Depend Mater., 3, 1999,pp.15-30.

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

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

[POK67] Pokorny A., Pokorny J., *De Ferri Metallographia*, tome3, Ed Berger-Levrault Paris, 1967.

[QUA96] Quaak C.J., Katgerman L., Kool W.H., *Viscosity evolution of partially solidified aluminium slurries after a shear rate jump*, 4th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Edited by D.H. Kirkwood and P. Kapranos, Univ. Of Sheffield, UK, 1996, pp35-39.

[SPE72] Spencer D.B., Mehrabian R. and Flemings M.C., *Rheological behavior of Sn-15%Pb in the crystallization range*, Met.. Trans, 3, 1972, pp 1925-1932.

[SUE82] Suery M., Flemings M.C., *Effect of strain rate on deformation behavior of semi-solid dendritic alloys*, Met. Trans. A, 13, 1982, pp1809-1819.

[SUE96] Suery M., *Mise en forme à l'état semi-solide : rhéoformage et thixoformage,* Techniques de l'ingénieur, M612, MC, 1996.

[SUE02] Suery M., *Mise en forme des alliages métalliques à l'état semi-solide*, Editions Hermes science, 2002

[SEC84] Seconde J.F., Suery M., *Effect of solidification conditions on deformation behaviour of semi-solid Sn-Pb alloys*, J. of Mat. Sci., 19, 1984, pp. 3995-4006.

[SEC84a] Seconde J.F., *Microstructure et rhéologie des alliages Sn-Pb semi-solides*, Thèse, INP Grenoble, 1984.

[TUR91] Turng L.S., Wang K.K, *Rheological behavior and modelling of semi-solid Sn-15%Pb Alloy*, J. Mat. Sci., 26, 1991, pp2173-2183.

[VAL92] Valette-Brives E., *Mise en forme d'aciers à l'état semi-solide : étude expérimentale et modélisation*, Thèse, Novembre 1992

[VAL98] Valer J., Saint Antonin F., Meneses P., Suery M., *Influence of processing on microstructure and semi-solid behavior of Al-Ge alloys*, 5th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Juin 1998.

[VOG79] Vogel A., Doherty R.D., Cantor B., *Solidification and casting of metals*, Eds B.B. Argent et al., 18-21 Juillet 1977, Sheffield, Royaume Uni, The metals society, Londres Royaume Uni, 1979

[YOU86] Young R.M.K., Clyne T.W., *A powder-based approach to semi-solid processing of metals for fabrication of die-castings and composites*, J. Mat. Sci., 21, 1986, pp1057-1069.

[YUR01] Yurko J.A., Flemings M.C, *A novel compression technique for examining semi-solid alloys*, Proc. of the Merton C. Flemings Symposium on solidification and materials processings, TMS, Warrendale, Etats Unis, 2001, pp 281-285.

Caractérisation rhéologique de l'acier lors de sa mise en forme par thixoforgeage

1 INTRODUCTION 52

2 MATERIAUX, SYSTEMES DE CHAUFFAGE ET OBTENTION DES STRUCTURES PRIMAIRES GLOBULAIRES 53

2.1 MATERIAUX 53
2.1.1 Bas point de fusion : alliage Plomb-Etain Sn-15%Pb 53
2.1.2 Haut point de fusion : aciers C80 et C38 55
2.2 ELABORATION DES ECHANTILLONS 58
2.2.1 Sn-15%Pb 58
2.2.2 Acier 58
2.3 OBTENTION DE LA STRUCTURE PRIMAIRE GLOBULAIRE 59
2.3.1 Sn-15%Pb 60
2.3.2 Acier 63

3 MOYENS ET PRINCIPES EXPERIMENTAUX 65

3.1 PRINCIPE DE L'INDENTATION 65
3.2 PRINCIPE DU FILAGE AXIAL 67
3.3 PRINCIPE DU FILAGE RADIAL 70
3.3.1 Pourquoi un nouvel essai rhéologique ? 70
3.3.2 Présentations des différentes phases de fonctionnement 71
3.3.3 Mise en place d'un capteur d'effort 76

4 RESULTATS EXPERIMENTAUX 77

4.1 INDENTATION SUR UN ALLIAGE SN-15%PB 77
4.1.1 Influence de la microstructure 78
4.1.2 Influence de la vitesse de l'indenteur 79
4.1.3 Influence de la température de l'indenteur 84
4.2 FILAGE AXIAL SUR UN ACIER DE NUANCE C80 86
4.2.1 Géométrie des pièces 86
4.2.2 Allure des courbes 88
4.2.3 Détermination des paramètres rhéologiques de l'acier 91
4.3 FILAGE RADIAL SUR UN ACIER DE NUANCE C38 92
4.3.1 Géométrie des pièces 93
4.3.2 Allure des courbes 96

5 PIECES REALISEES ET PERSPECTIVES TECHNOLOGIQUES 98

6 CONCLUSION 102

7 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 104

8 Introduction

L'acier atteint son état semi-solide pour des températures beaucoup plus élevées que celles des alliages légers entraînant de fortes complications au niveau des systèmes de chauffage, de la caractérisation rhéologique (présentés au **chapitre I**) et de la mise en forme des lopins. Afin de déterminer le comportement rhéologique des aciers semi-solides, les essais traditionnellement exploités sont les essais de compression entre plateaux parallèles, qui couvrent le domaine des faibles vitesses de déformation, et les essais de cisaillement effectués sur des viscosimètres de type Couette qui balayent le domaine des fortes vitesses de déformation. Ces essais sont difficilement transposables à des températures supérieures à 1400°C. L'essai d'indentation, conçu par Vincente [VUC94] pour des alliages bas point de fusion, a été adapté au cas de l'acier par Lovato et al [LOV97]. Valette [VAL92] a mis au point un dispositif d'essais permettant de travailler à des températures pouvant atteindre 1450°C et de balayer une gamme de vitesses de déformation comprises entre 0.01 et $15s^{-1}$. Nous nous sommes placés dans la continuité de ce travail avec comme objectif de pouvoir atteindre des vitesses de déformation encore plus élevées.

Dans ce deuxième chapitre, une étude expérimentale du comportement des matériaux semi-solides est présentée. L'approche est faite par deux essais rhéologiques classiques qui sont l'indentation, appliquée à un alliage de Plomb-Etain, et le filage axial appliqué à l'acier. Un essai rhéologique a également été adapté à l'acier afin de balayer une large gamme de vitesses de déformation : le filage radial. L'intérêt de ce test est de pouvoir atteindre diverses vitesses de déformation grâce à un réglage de l'outillage.

Dans un premier temps, les matériaux utilisés, les cycles de chauffage et les principes des essais rhéologiques sont exposés. Puis, dans un second temps, les divers résultats obtenus sont exposés et discutés.

9 Matériaux, systèmes de chauffage et obtention des structures primaires globulaires

9.1 Matériaux

Les matériaux sélectionnés pour ce travail sont un alliage de Plomb-Etain ainsi que deux nuances d'acier.

9.1.1 Bas point de fusion : alliage Plomb-Etain Sn-15%Pb

En vue de comprendre le comportement des matériaux semi-solides, l'étude a d'abord été réalisée sur un alliage à bas point de fusion, tel qu'un alliage de Plomb-Etain, pour lequel les essais expérimentaux sont plus faciles à mettre en oeuvre. Compte tenu du bas point de fusion de cet alliage (183°C), ce matériau permettait de s'affranchir des gros problèmes de température rencontrés lors du travail dans les domaines de température de fusion de l'acier (au-delà de 1400°C). De plus, la nécessité d'un outillage devant résister à de très hautes températures et d'un système de chauffage coûteux a pu ainsi être évitée.

Cet alliage est composé, en terme de poids, à 85% d'Etain et à 15% de Plomb (Sn-15%Pb). Le diagramme d'équilibre (**figure 1**) a été utilisé afin de déterminer les températures caractéristiques. Ce diagramme montre que la température du liquidus correspondant à une teneur en poids de Plomb de 15% est d'environ 200°C et la température de l'eutectique est de 183°C. La fraction de solide désirée pour les essais étant de 0.6, la température du lopin doit s'élever, de manière homogène, à 187°C comme nous pouvons l'observer sur la **figure 2** qui permet d'évaluer la fraction de solide en fonction de la température grâce à l'équation de Scheil.

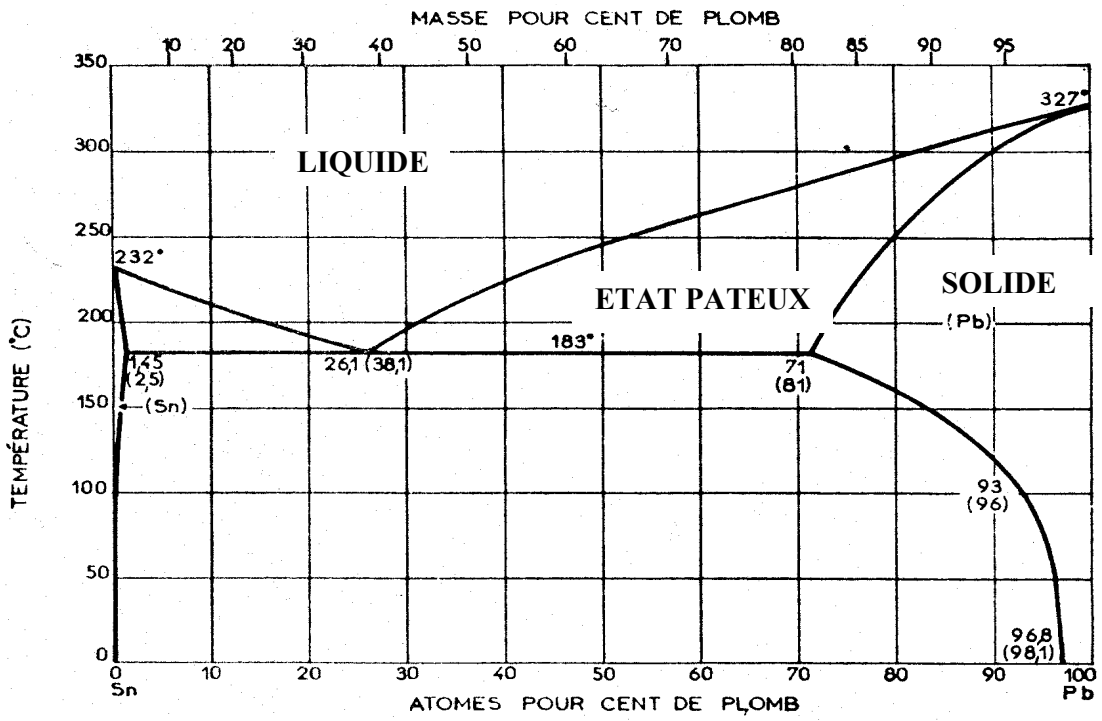


Figure 1: Diagramme d'équilibre Plomb-Etain [DEL83]

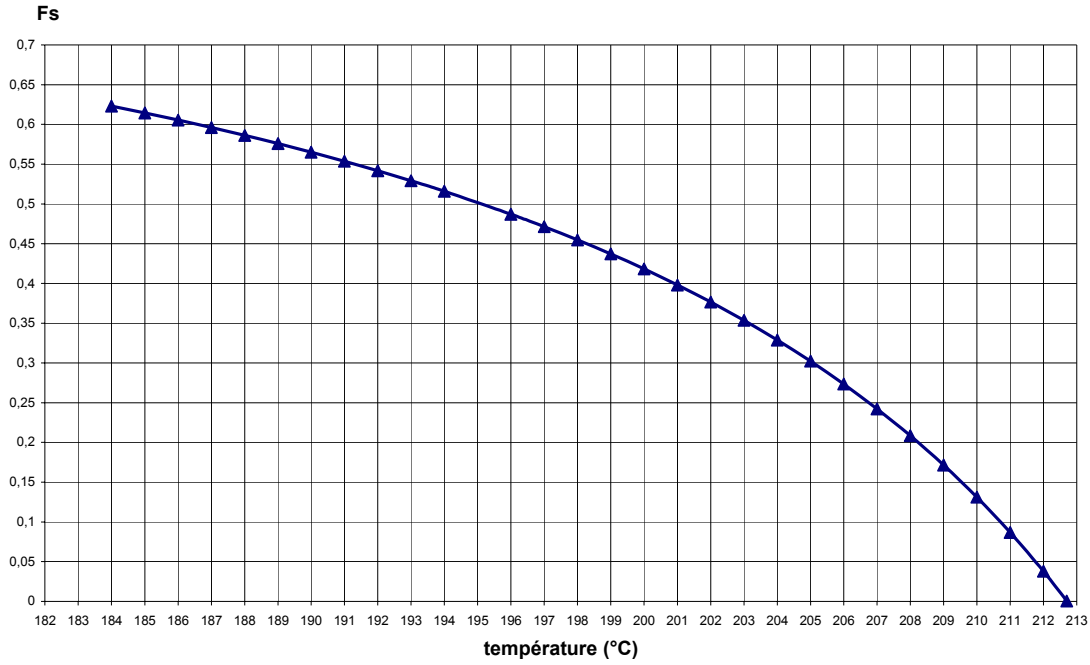


Figure 2: Fraction de solide en fonction de la température (Equation de Scheil pour un alliage Sn-15%Pb)

9.1.2 Haut point de fusion : aciers C80 et C38

La nuance C80 a été choisie car elle présente divers avantages. Cette nuance possède un fort taux de carbone et très peu d'éléments d'alliages. D'autre part, sa température de fusion est basse (environ 1350°C) et son intervalle de solidification est large. L'acier C80 est utilisé en tréfilage pour obtenir des produits écrouis présentant des résistances mécaniques élevées : renforts de pneumatiques, ressorts, ….

La nuance C38 a été choisie afin de comparer un acier haut carbone et un acier à plus faible teneur en carbone. La température de travail de la nuance C38 est plus élevée que celle de la nuance C80 ce qui complique encore la mise en œuvre d'essais. L'acier C38 est un acier de construction utilisé dans de nombreuses applications de la construction mécanique.

Les compositions des deux aciers utilisés sont données dans le **tableau 3**. La **figure 4** présentant le diagramme d'équilibre Fer-Carbone permet de situer ces deux nuances par rapport à leurs températures caractéristiques : le solidus et le liquidus, respectivement la borne inférieure et la borne supérieure du domaine semi-solide. Afin d'obtenir une fraction de solide de 0.6, les lopins de C80 et de C38 doivent atteindre respectivement des températures de travail égales à 1440°C et à 1470°C comme le montre la **figure 5** illustrant l'évolution de la fraction de liquide en fonction de la température (obtenue par DSC : differential scanning calorimetry).

10^{-3}%	C	Mn	P	S	Si	Al	N	Ni	Cr	Cu	Sn	As	V	Ti
C80	825	649	7	7	213	35	55	62	100	107	13	0	0	0
C38	418	751	10	21	198	21	65	77	144	133	6	6	2	1

Tableau 3 : Composition (en poids) de la nuance d'acier C80 et de la nuance C38

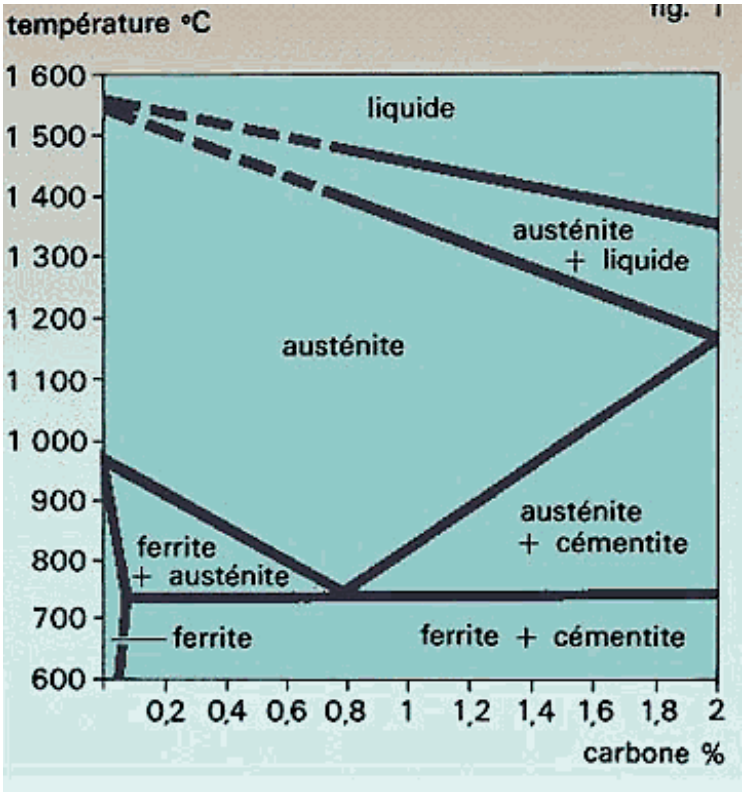


Figure 4 : Diagramme d'équilibre Fer-Carbone [CHO01]

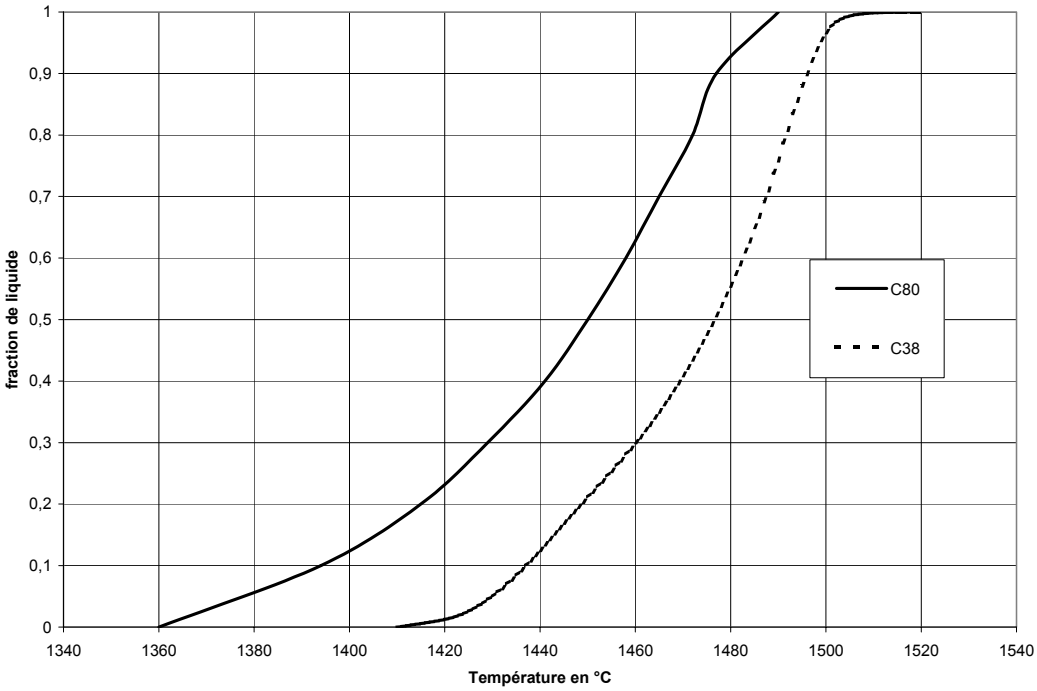


Figure 5: Détermination de la fraction de liquide en fonction de la température pour un acier C80 et un acier C38 obtenue par calorimétrie différentielle

Afin de déterminer la fraction de liquide en fonction de la température, l'échantillon est chauffé jusqu'à sa fusion totale. Dans notre cas, les courbes sont obtenues par chauffage de l'acier testé de la température ambiante à la température de fusion de l'acier testé et la vitesse de chauffage est de 20°C /min. Le début et la fin de fusion de chaque échantillon sont relevés. La **figure 6** présente l'allure des courbes obtenues par DSC. Ainsi la fraction de liquide, supposée proportionnelle à l'énergie absorbée au cours de la transformation, peut être calculée en considérant l'aire du pic de transformation.

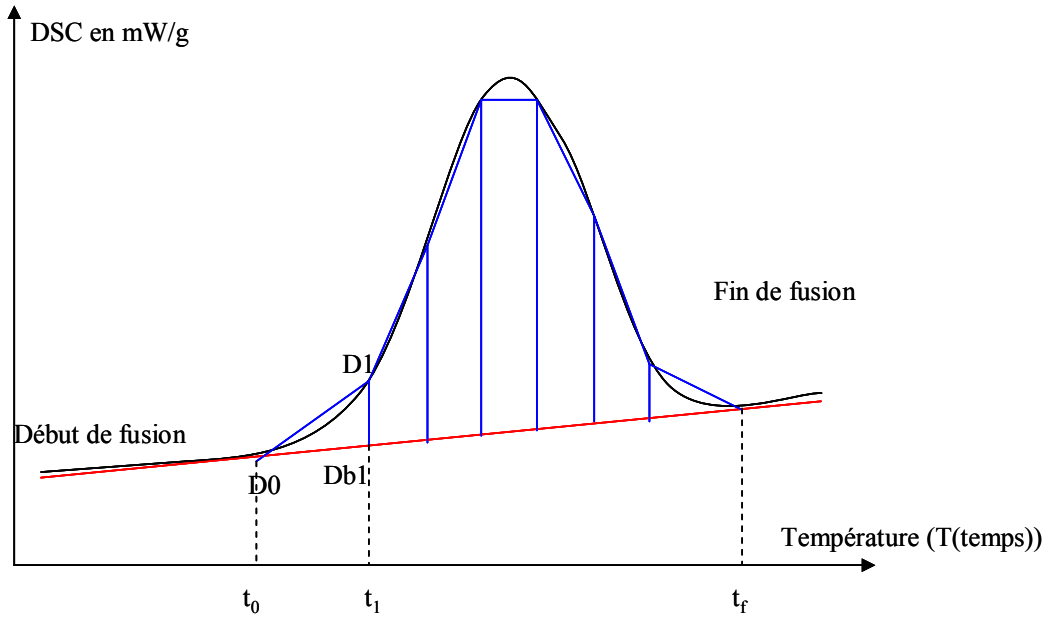


Figure 6 : Courbe obtenue lors des mesures par DSC servant à déterminer la fraction de liquide en fonction de la température

La détermination de la proportion liquide se fait par la relation suivante :

$$\%\text{liquide}(\text{Ti}) = 100\frac{\text{S}(\text{T0}-\text{Ti})}{\text{Stotale}}$$

avec $$S(T0 - Ti) = \sum_{0}^{i} \frac{t_n - t_{n-1}}{2}(D_n - D_{bn})(D_{n-1} - D_{bn-1})$$

9.2 Elaboration des échantillons

9.2.1 Sn-15%Pb

La coulée des lopins Sn-15%Pb constitue certainement l'étape la plus délicate car cette étape conditionne la microstructure et la composition chimique des lopins avant traitement thermique et essais. La coulée se fait en source.

Les deux matériaux, Plomb et Etain, se présentent sous forme de granulés. Le mélange est alors placé dans un four à une température de fusion supérieure à celle de l'Etain (232 °C) et à celle du Plomb (327°C) soit 370°C. L'état liquide atteint, le mélange est coulé dans un moule permettant d'obtenir des lopins de diamètre 50 mm. Les lopins peuvent ensuite être débités à la longueur désirée (**figure 7**).

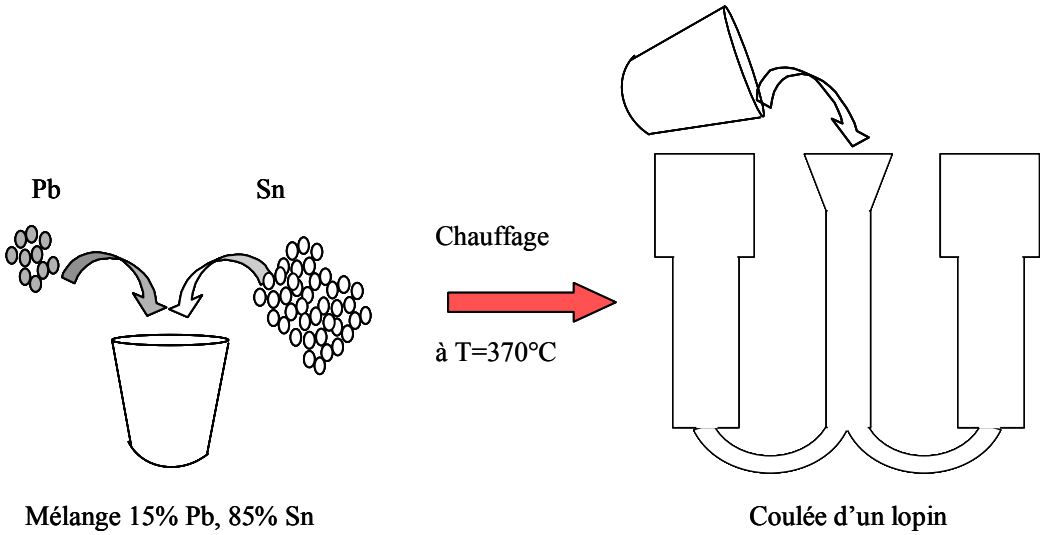


Figure 7 : coulée des lopins

9.2.2 Acier

Les lopins d'acier C80 sont obtenus à partir d'un bloom brut de coulée. Ils ont été extraits de la zone équiaxe, zone la plus favorable à l'obtention de la structure primaire globulaire

(voir chapitre1). La **figure 8** nous montre la structure primaire du bloom duquel sont issus les lopins de C80.

Les lopins pour la nuance C38 sont issus de barres laminées

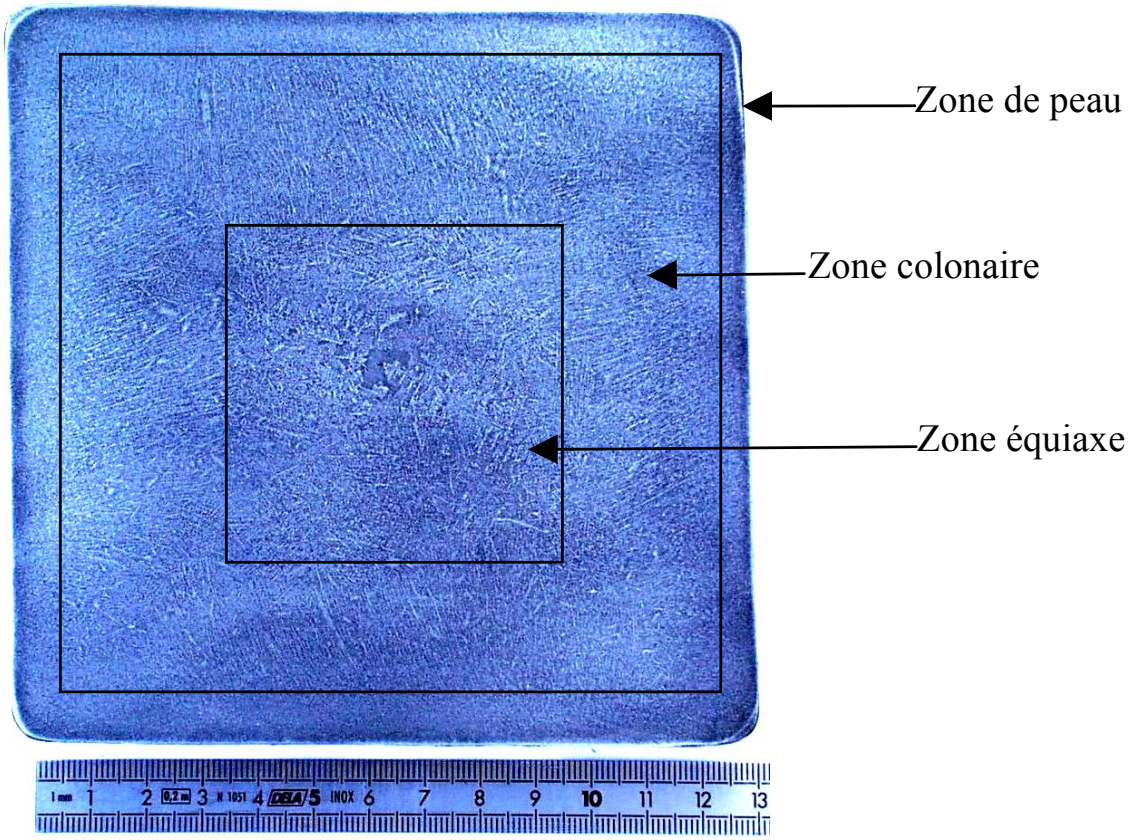


Figure 8 : Structure primaire du brut de coulée ayant servi à l'obtention des lopins de C80

9.3 Obtention de la structure primaire globulaire

Afin d'obtenir une structure primaire globulaire dans le cas de nos matériaux à bas et haut point de fusion un traitement thermique est suffisant. Il est nécessaire de chauffer l'échantillon à une température comprise entre le solidus et le liquidus et de maintenir cette température pendant une durée suffisante. La croissance des globules se fait alors soit par

phénomène de coalescence pour des fractions importantes de solide, soit aux dépens des petits globules par diffusion de soluté au sein du liquide pour des fractions de solide faibles.

Le traitement thermique est réalisé à l'aide de colliers chauffants pour l'alliage Sn-15%Pb. Par contre, il est nécessaire de faire appel à un chauffage par induction pour l'acier.

Dans tous les cas, la température au sein du lopin est contrôlée à l'aide de trois thermocouples instrumentant les lopins. La position des divers thermocouples est donnée sur la **figure 9**.

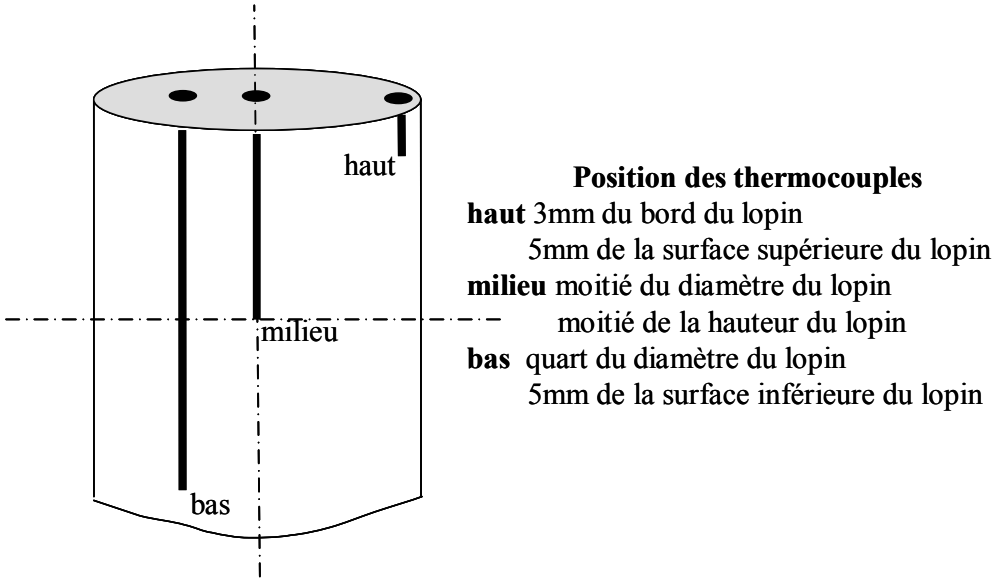


Figure 9: Positionnement des thermocouples dans le lopin

9.3.1 Sn-15%Pb

La **figure 10** permet d'observer l'évolution de la température dans un lopin de Sn-15%Pb durant le traitement thermique. L'évolution de la température est satisfaisante étant donné que l'écart de température dans le lopin est seulement de 2°C.

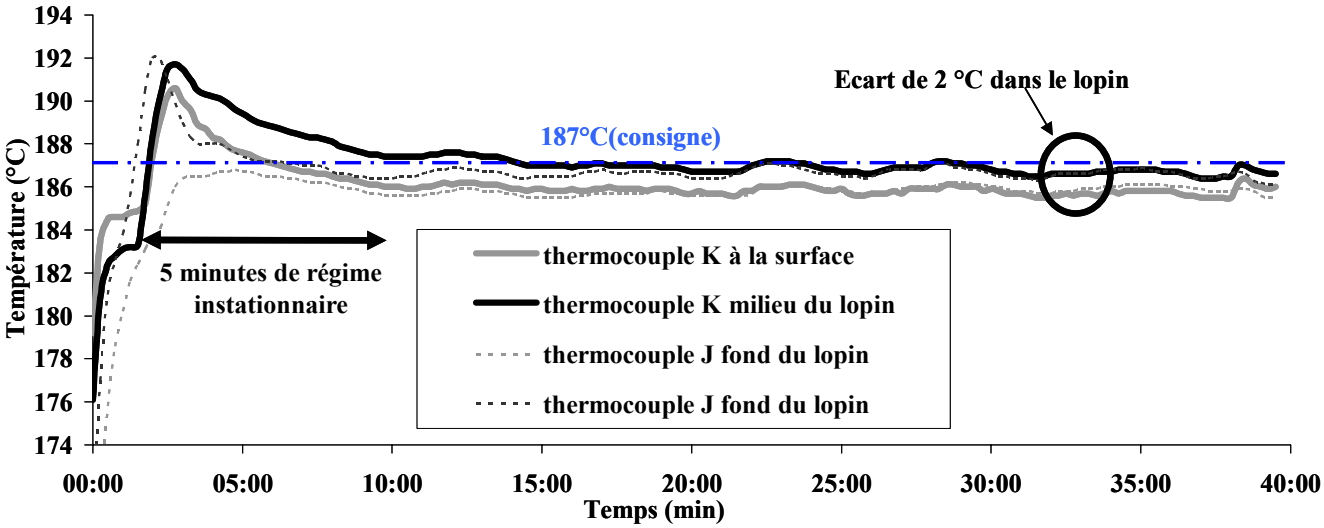
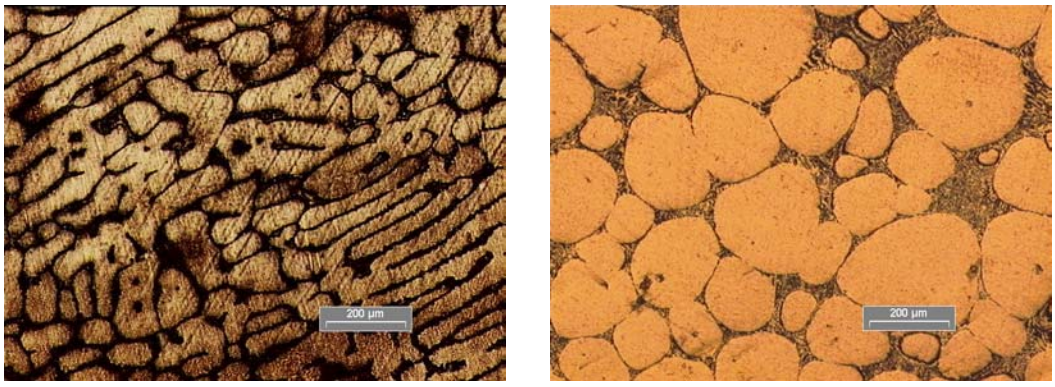


Figure 10 : Evolution de la température dans un lopin de Sn-15%Pb durant le traitement thermique

La **figure 11** nous montre la structure primaire dendritique de départ, et la structure primaire globulaire obtenue après traitement thermique.

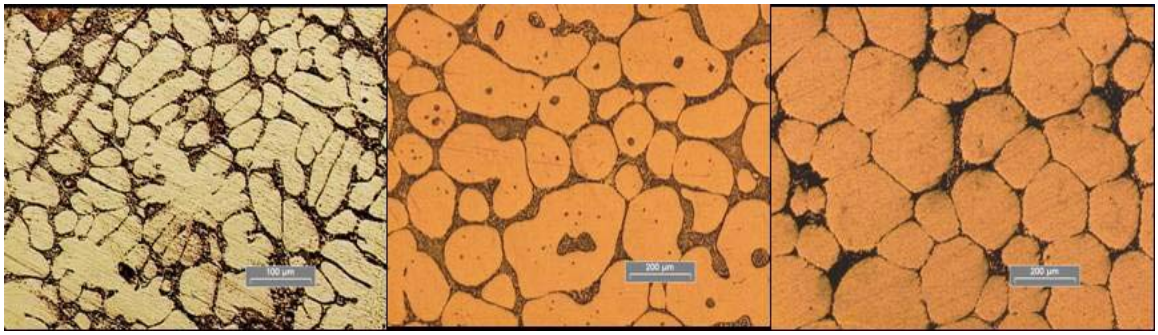


Microstructure dendritique Microstructure globulaire

Figure 11 : structure primaire dendritique et structure primaire globulaire observées sur l'alliage Sn-15%Pb étudié

Des traitements thermiques plus ou moins longs ont été réalisés sur les lopins de Sn-15%Pb avant les essais. Les plus courts (6 à 70 minutes) ont été réalisés à l'aide de collier chauffant, les autres, plus longs (jusqu'à 10 heures), ont été réalisés dans un four à puit. Une

influence de la durée du traitement thermique sur la structure primaire a été observée (**figure 12**). Plus le traitement thermique est long, plus la taille des globules est grande.



Microstructure avant traitement thermique | 5 heures de traitement thermique | 10 heures de traitement thermique

Figure 12: influence de la durée du traitement thermique sur la microstructure primaire

Il faut également noter que, suivant la structure primaire de départ, la difficulté à obtenir une structure primaire globulaire est variable. Ainsi, pour une structure primaire dendritique fine, 6 minutes de traitement thermique suffisent contre 10 heures pour une structure primaire composée de grosses dendrites (**figure 13**).

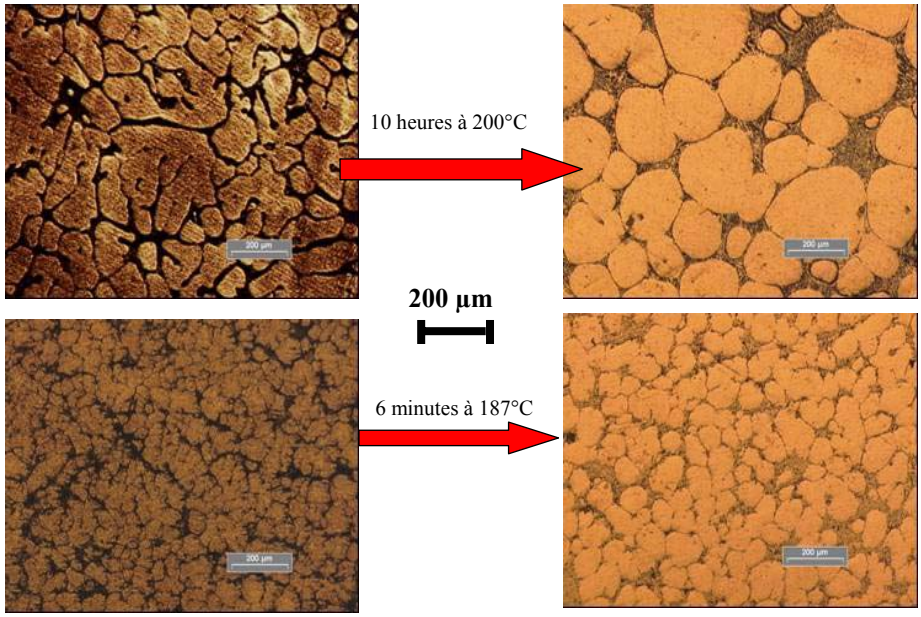


Figure 13 : influence de la microstructure primaire de départ

9.3.2 Acier

L'obtention de la structure globulaire pour un acier est beaucoup plus délicate et beaucoup plus difficile car il est nécessaire d'atteindre des températures de travail beaucoup plus élevées que dans le cas de notre alliage modèle Plomb-Etain et d'utiliser non plus un simple four ou des colliers chauffants mais un chauffage par induction. Le cycle de chauffage doit être parfaitement défini afin que celui-ci soit rapide et qu'il assure une bonne homogénéité des températures dans le lopin. Les cycles de chauffage que nous avons définis permettent d'avoir une évolution et une homogénéité des températures dans des lopins de C80 et de C38 très satisfaisante comme nous pouvons le voir sur les **figures 14** (+ ou – 2°C pour le C80 en fin de chauffage) et **15**. La bonne répétabilité du cycle de chauffage a également été vérifiée. Les cycles de puissance visibles sur les **figures 14** et **15** sont composés de paliers et de coupures nécessaire à l'obtention de la température visée et à la bonne homogénéisation de cette température dans le lopin. La structure primaire dendritique, obtenue au cours de la solidification de l'acier C80, et la structure primaire globulaire, obtenue suite au cycle de chauffage sont données par la **figure 16**. La **figure 15** montre bien qu'à la fin du cycle de chauffage, la température n'est pas encore très homogène dans le lopin de C38. Mais la mise en forme ne se fait pas immédiatement à la fin du cycle, il est nécessaire de tenir compte du temps de transfert du lopin qui prend quelques secondes. Comme le montre la **figure 15**, la température s'homogénéise et les températures relevées au moment de la mise en forme du lopin se situent toutes les trois (haut, milieu et bas) à 1465°C plus ou moins 2°C. Ce qui correspond pour un lopin de C38 à une fraction solide de 0.65.

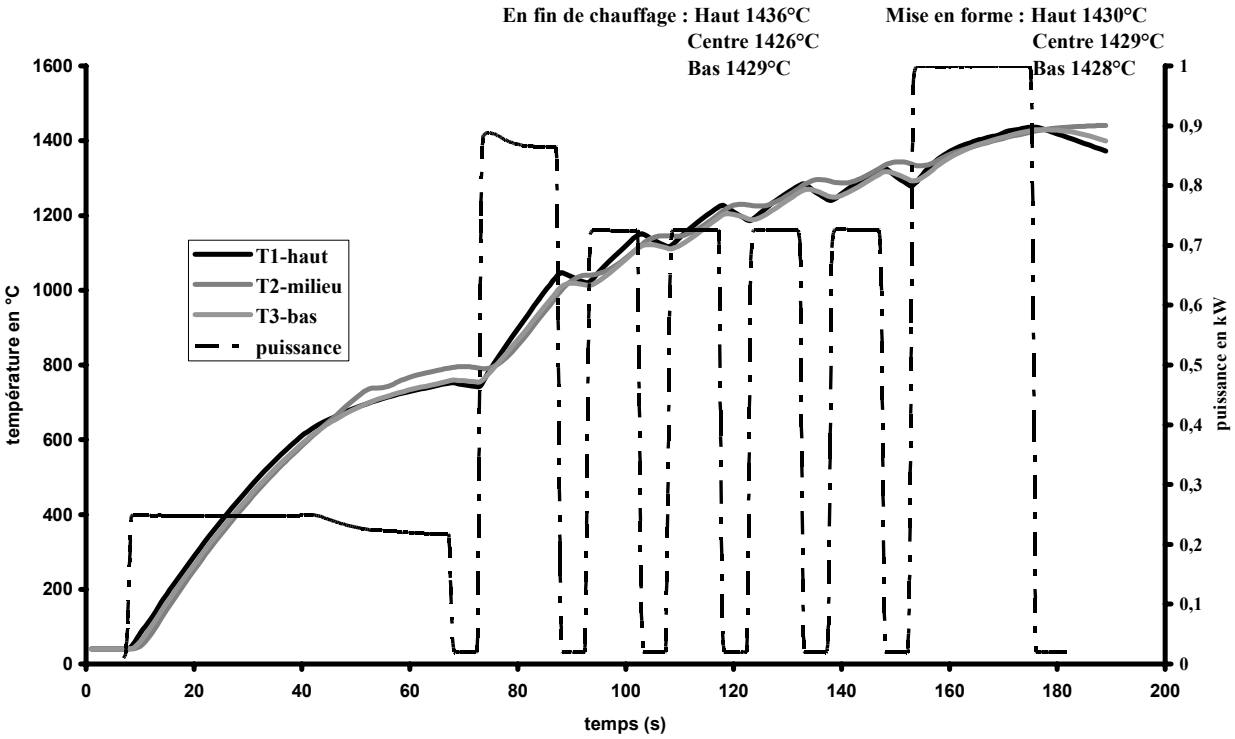


Figure14 : Evolution de la température dans un lopin de C80 au cours du cycle de chauffage

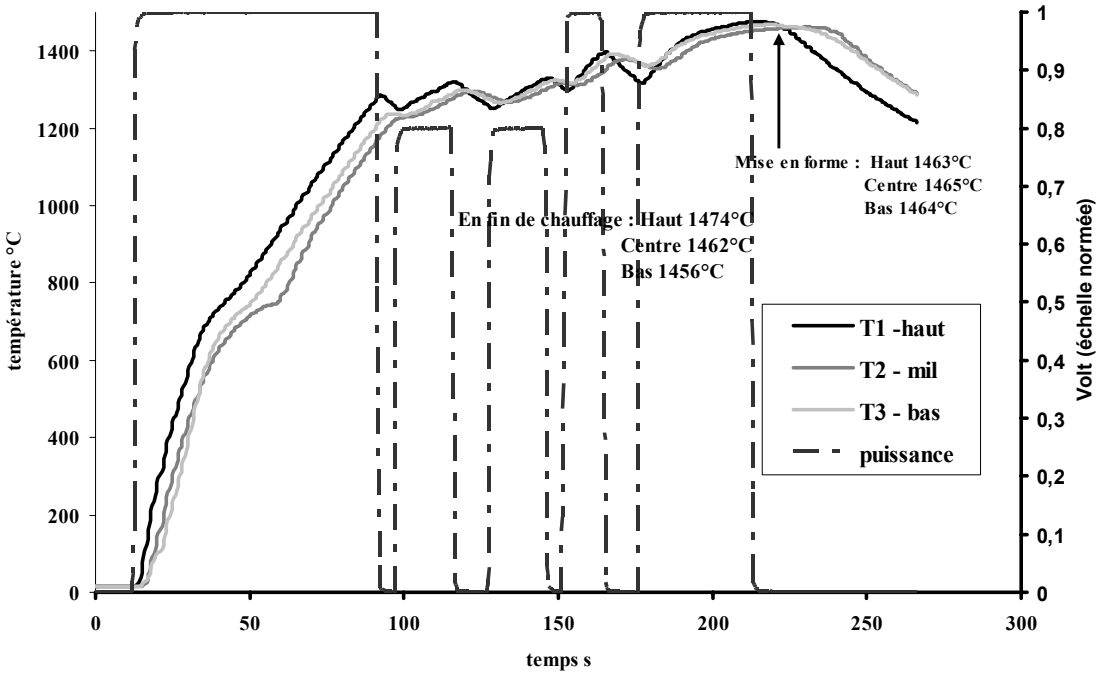
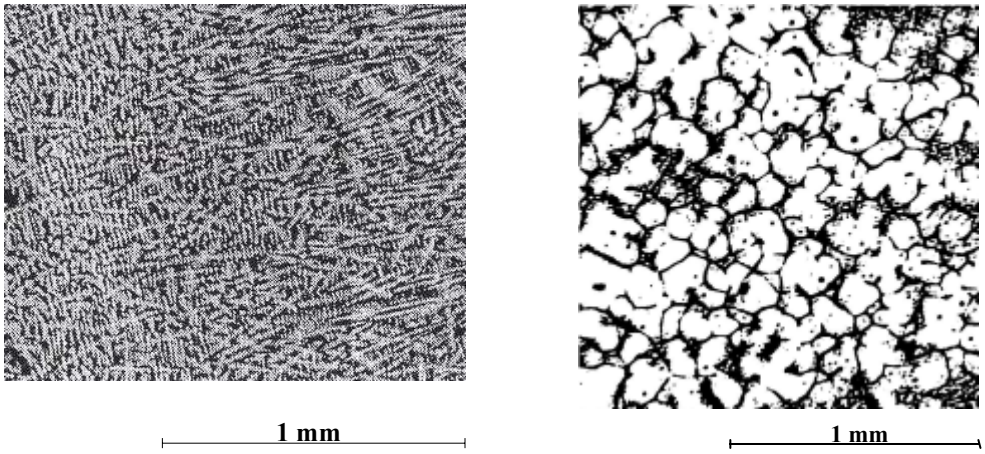


Figure 15 : Evolution de la température dans un lopin de C38 au cours du cycle de chauffage



Microstructure dendritique Microstructure globulaire

Figure 16 : Structures primaires dendritique et globulaire pour un acier C80

10 Moyens et principes expérimentaux

10.1 Principe de l'indentation

Les tests de caractérisation habituels tels que les essais de traction, les essais de torsion ne sont pas applicables dans le cadre des matériaux semi-solides. L'essai d'indentation semble être bien adapté et de mise en œuvre facile. Ce test a pour objectif de déterminer l'influence de la microstructure et de la vitesse de déformation sur un lopin semi-solide. Il a été utilisé plus particulièrement par Lovato et al [LOV97] afin de caractériser un acier C80 à l'état semi-solide mais également par Vincente-Hernandez et al [VIC95] dans le but de développer plus généralement un "modèle" de caractérisation des matériaux à l'état semi-solide.

Lors d'un essai d'indentation, un indenteur (ou aiguille) vient s'enfoncer dans un lopin généralement cylindrique (**figure 17**). L'opération se déroule à vitesse constante de déplacement de l'indenteur. Les paramètres mesurés sont le déplacement de l'indenteur et l'effort exercé sur le lopin. L'indenteur ainsi qu façon à ce que le milieu puisse être considéré comme infi



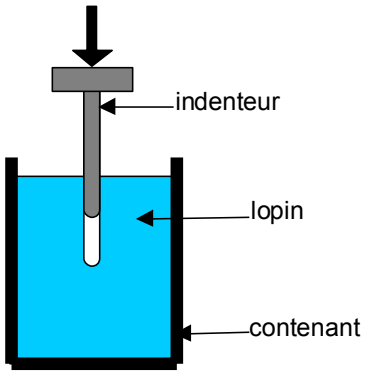


Figure 17: Schéma de principe du test d'indentation et photo de l'installation

Par ailleurs, l'opération se déroule dans une enceinte fermée et toutes les températures sont régulées ce qui permet de considérer l'essai comme étant approximativement isotherme. Les températures contrôlées sont les températures en diverses positions du lopin et la température de l'indenteur que l'on choisi de chauffer ou non. La **figure 18** schématise le dispositif expérimental.

Le système se doit de remplir plusieurs exigences :

- une montée en température rapide dans le lopin

- un bon maintien de la température dans le lopin

- le contrôle de la température dans l'indenteur.

Les essais d'indentation sont réalisés sur les lopins d'alliage Sn-15%Pb de diamètre 50 mm et de longueur 50 mm.

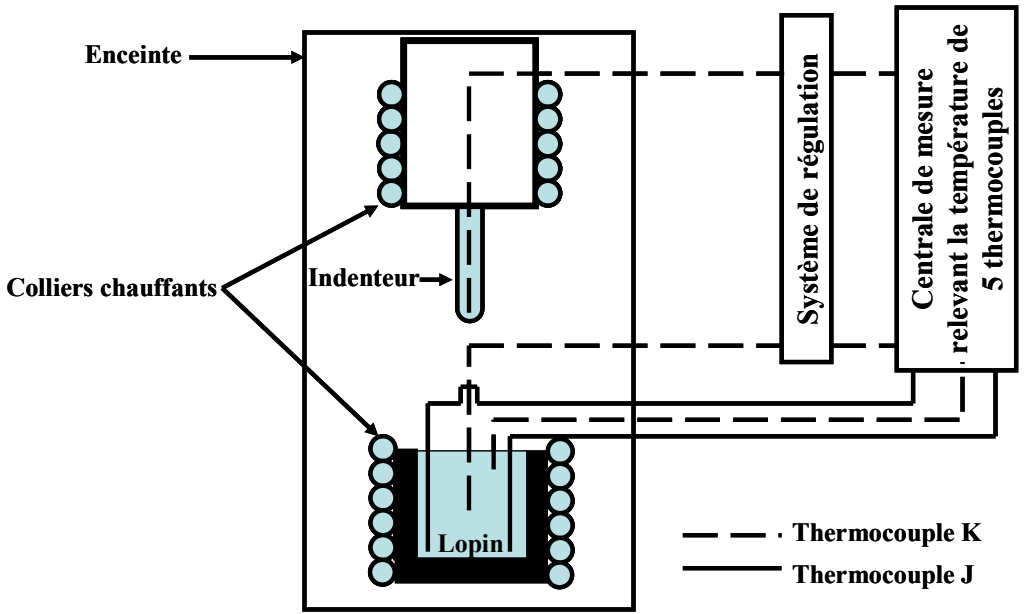


Figure 18 : Schéma du dispositif expérimental

10.2 Principe du filage axial

Le principe du filage axial est schématisé sur la **figure 19**. L'outillage comprend principalement une filière et un poinçon en céramique sur lequel vient se placer le lopin en acier chaud. Le coulisseau de la presse va venir appuyer la filière sur le lopin et la matière peut alors s'écouler dans la filière. Au cours de la déformation l'effort de filage est enregistré.

Les essais de filage axial ont pour but de mesurer l'effort s'exerçant sur des lopins d'acier C80 cylindriques (45mm de haut, 30 mm de diamètre) en fonction de la vitesse de déplacement du coulisseau de la presse.

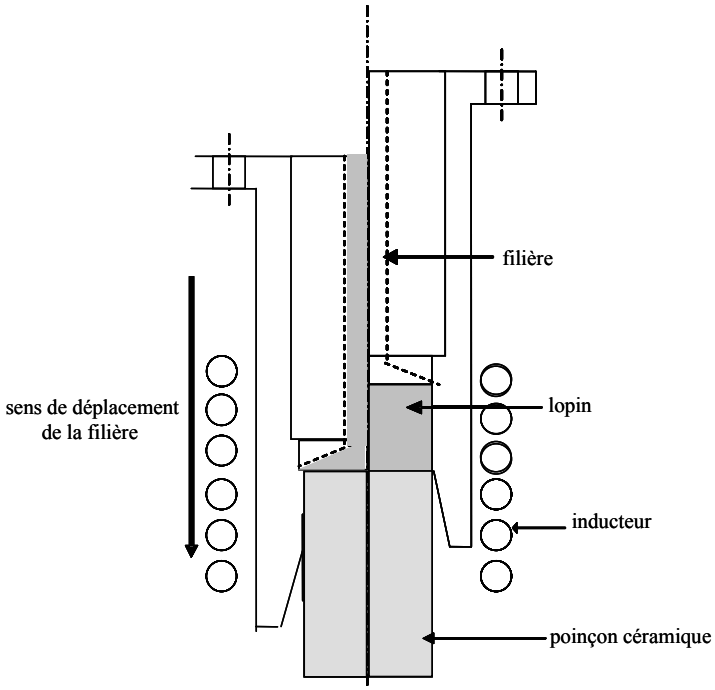


Figure 19: schéma de principe du filage axial

Dans l'objectif d'atteindre une large gamme de vitesses de déformation, deux possibilités se présentent :

- garder la même vitesse de la traverse de la presse et faire varier le diamètre de la filière de l'outillage (plus le diamètre sera petit, plus la vitesse de déformation sera grande
- conserver la même géométrie de l'outillage mais faire varier la vitesse du coulisseau de la presse

Les essais sont réalisés sur deux presses différentes : une presse mécanique à vis travaillant en énergie appartenant à ASCOMETAL CREAS et une presse hydraulique à vitesse de coulisseau variable appartenant à l'IFUM (Hannovre, Allemagne).

Afin de déterminer la vitesse de déformation moyenne, il est nécessaire d'effectuer un calcul analytique prenant en compte la géométrie de la filière et la vitesse du coulisseau de la presse.

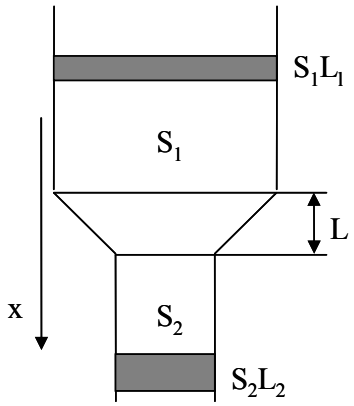


Figure 20 : Schéma de la filière et données nécessaires au calcul de la vitesse de déformation moyenne

La déformation moyenne suivant x de la matière dans la zone L s'écrit :

$$\bar{\varepsilon}_x = \ln\frac{L_2}{L_1} = \ln\frac{S_1}{S_2}$$

Soit v la vitesse du poinçon. La matière passe dans la zone L pendant un temps t tel que

$$t = \frac{L}{v}.$$

D'où la vitesse de déformation moyenne selon x :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}_x = \frac{\bar{\varepsilon}_x}{t} = \frac{v}{L}\ln\frac{S_1}{S_2}$$

10.3 Principe du filage radial

10.3.1 Pourquoi un nouvel essai rhéologique ?

Cet essai doit permettre de déterminer le comportement du matériau semi-solide à diverses vitesses de déformation : évolution de l'effort en fonction de la vitesse de déformation ou encore mise en évidence des phénomènes d'éjection de liquide.

Le filage radial doit permettre de balayer une large gamme de vitesse de déformation. La presse sur laquelle les essais de filage radial sont réalisés est une presse hydraulique de 6000 kN appartenant à l'ENSAM de Metz dont la vitesse de coulisseau ne peut être modifiée au moment présent. Il fallait donc trouver une solution simple pour pouvoir atteindre différentes vitesses de déformation. Pour se faire, un système de réglage a été mis en place (**figure 21**) pour l'outillage de filage radial. Il s'agit de faire varier l'écart entre la matrice supérieure et la matrice inférieure, c'est à dire de faire varier l'épaisseur filée. Ainsi, plus l'épaisseur filée sera faible, plus la vitesse de déformation sera élevée.

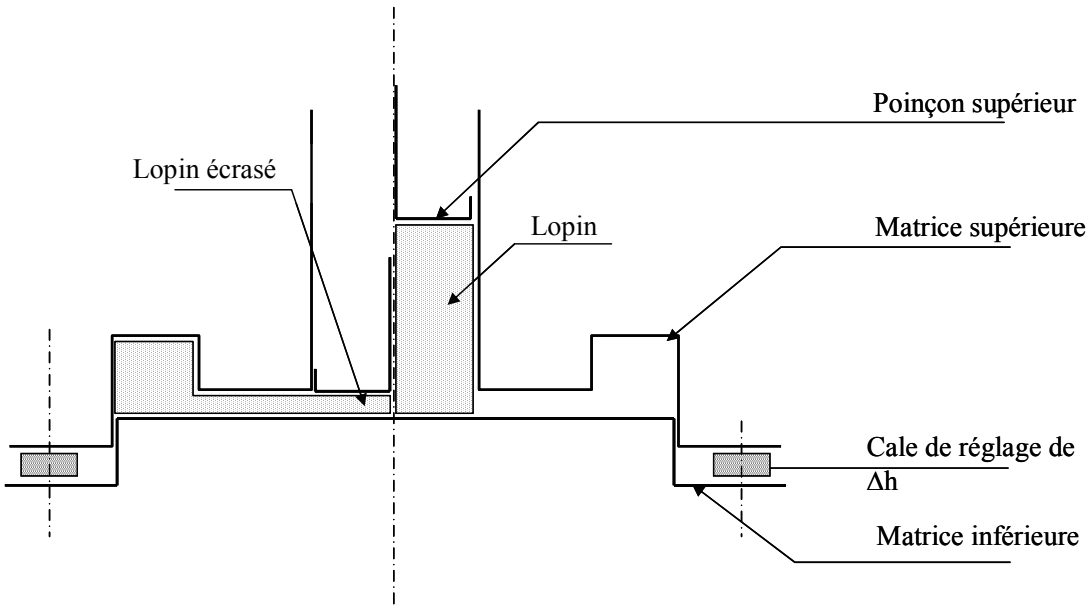


Figure 21: Schéma de principe général du filage radial

Les essais sont réalisés sur des lopins d'acier de type C38 de diamètre 38 mm et de longueur 65mm.

10.3.2 Présentations des différentes phases de fonctionnement

Dans cette partie, les différentes étapes de l'opération seront définies de manière à présenter clairement le mode de fonctionnement et d'avoir une vue d'ensemble de l'outillage. La **figure 22** donne une vue de l'ensemble de l'outillage de filage radial.

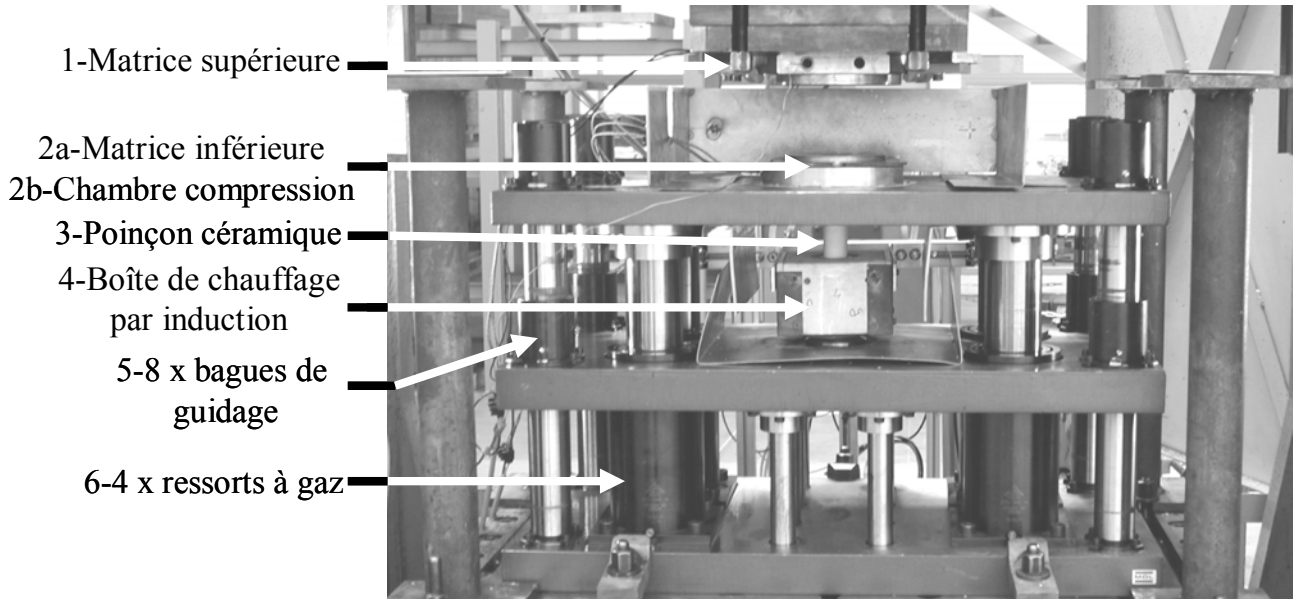


Figure 22 : Vue d'ensemble de l'outillage de filage radial

Dans le souci de diminuer l'écart de température entre la matière et les matrices (chocs thermiques), un adoucissement de la matrice supérieure (**figure 22-1**) est réalisé à l'aide de cartouches chauffantes jusqu'à 250°C. La matrice inférieure (**figure 22-2a)** n'est pas chauffée pour des raisons de dilatation du matériau.

Les matrices supérieures et inférieures sont réalisées en acier de nuance X30CNiMo8 traité.

La réalisation d'une éprouvette en acier se déroule en 4 étapes. La **figure 23** permet d'observer de manière schématique les différentes phases de fonctionnement de l'outillage de filage radial.

10.3.2.1 Chauffage

Par l'intermédiaire de l'inducteur (**figure 22-4)**, positionné dans l'outillage, le lopin est chauffé jusqu'à atteindre l'état semi-solide. Le chauffage est programmé en puissance. La boîte dans laquelle est enfermé l'inducteur a été isolée au maximum de l'extérieur à l'aide de laine de roche afin d'éviter au maximum l'oxydation du lopin et les échanges thermiques.

Lors de l'opération de chauffage, le lopin repose sur un poinçon en céramique (**figure 22-3)** qui se doit de répondre aux problèmes de contraintes thermiques et d'isolation. En effet, celui-ci, se trouvant directement en contact avec le lopin, doit de résister à des caractéristiques mécaniques supérieures à celles de l'acier semi-solide à une température supérieure à 1400°C. Le chauffage par induction nécessite également l'utilisation d'un poinçon qui soit amagnétique. Afin de répondre à ce cahier des charges, un poinçon en céramique semblait être la bonne solution. Le poinçon sur lequel repose le lopin est en nitrure de silicium. (résistance à la compression 3000MPa, conductivité thermique 30 $Wm^{-1}K^{-1}$, température maximale d'utilisation 1700°C).

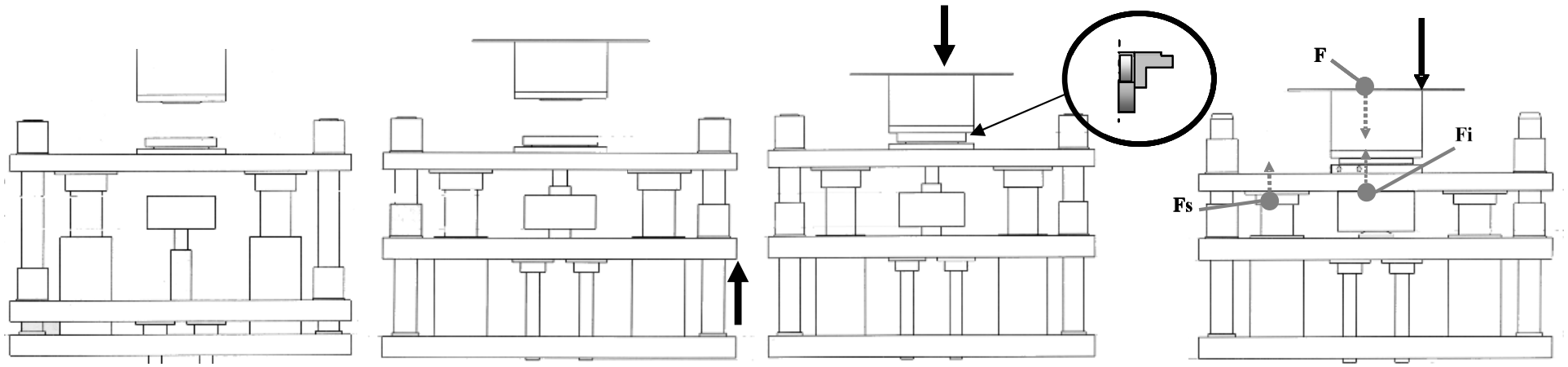


Figure 23 : Vue d'ensemble des différentes phases de fonctionnement de l'outillage de filage radial

10.3.2.2 Transfert et mise en position du lopin

Lorsque le lopin est à l'état semi-solide, il est translaté vers la chambre de compression (**figure 24**). Cette translation est réalisée par l'intermédiaire du coulisseau inférieur, qui supporte la plaque intermédiaire. Ce coulisseau inférieur de la presse n'est pas piloté en effort. Il est simplement utilisé dans le bute de déplacer la plaque intermédiaire de la position basse à la position haute et vice-versa.

L'outillage arrive en butée lorsque le lopin est positionné dans la chambre de compression, de telle manière à ce que le haut du lopin et la surface active de la matrice soient alignés. L'arrêt est fait automatiquement au moment où le coulisseau inférieur de la presse atteint sa position haute.

10.3.2.3 Descente du coulisseau de la presse

Dès lors que le coulisseau inférieur de la presse est en position haute, le coulisseau supérieur de la presse descend en vitesse de travail jusqu'à la fermeture des deux matrices.

10.3.2.4 Opération de mise en forme

Une fois les matrices en contact, la mise en forme peut débuter avec la matrice supérieure. La mise en forme ne peut se réaliser que lorsque la matrice inférieure se translate vers le bas, et que la base du lopin reste en position.

Pour obtenir ce déplacement, il faut que le coulisseau supérieur de la presse applique une force qui est supérieure à la résistance de mise en forme du lopin, à laquelle il faut ajouter la force nécessaire pour assurer le serrage des matrices. Le travail s'effectue en matrices « fermées » comme le montre la **figure 24**.

Mise en forme si et seulement si $F > Fi + Fs$

Fi : force de réaction du lopin sur la table, via la matrice (effort de mise en forme du lopin)

Fs : force de serrage, nécessaire pour comprimer les 4 ressorts à gaz servant à fermer les matrices (**figure 22 6-**)

10.3.2.5 Extraction

A la fin de la mise en forme, le coulisseau supérieur de la presse est bloqué par des butées externes en contact avec les deux tables de la presse. De ce fait, le coulisseau supérieur va appliquer sa force à travers ces butées jusqu'à la limite qu'on lui a imposée. Cette force va croître jusqu'au seuil imposé par la presse (maximum 6000 kN).

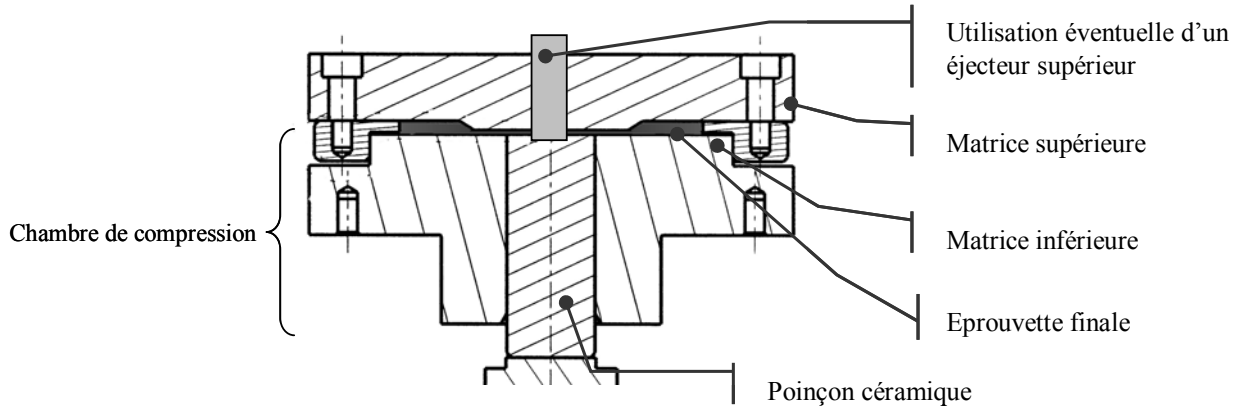


Figure 24 : aperçu des positions des outils en fin d'essai et de l'éprouvette finale

L'extraction se fait simplement à l'aide d'une pince de manutention. Si la pièce reste bloquée dans une des matrices, diverses solutions seront possibles vue la conception de l'outillage. Une des solutions est d'utiliser les éjecteurs de la table supérieure de la presse.

10.3.3 Mise en place d'un capteur d'effort

Le capteur choisi permet de mesurer un effort unidirectionnel, d'une valeur maximale de 2000 kN. A priori, cela suffira largement pour la réalisation de pièces thixoforgées. En effet, en thixoforgeage, des efforts beaucoup plus faibles (facteur 10 à 100) qu'en forgeage classique, pour une éprouvette de géométrie identique sont attendus.

Afin d'installer le capteur sur la presse, un montage, visible sur la **figure 25**, a été conçu. L'épaisseur des plaques a été déterminée pour résister à un effort de 3000 kN (limite de rupture du capteur).

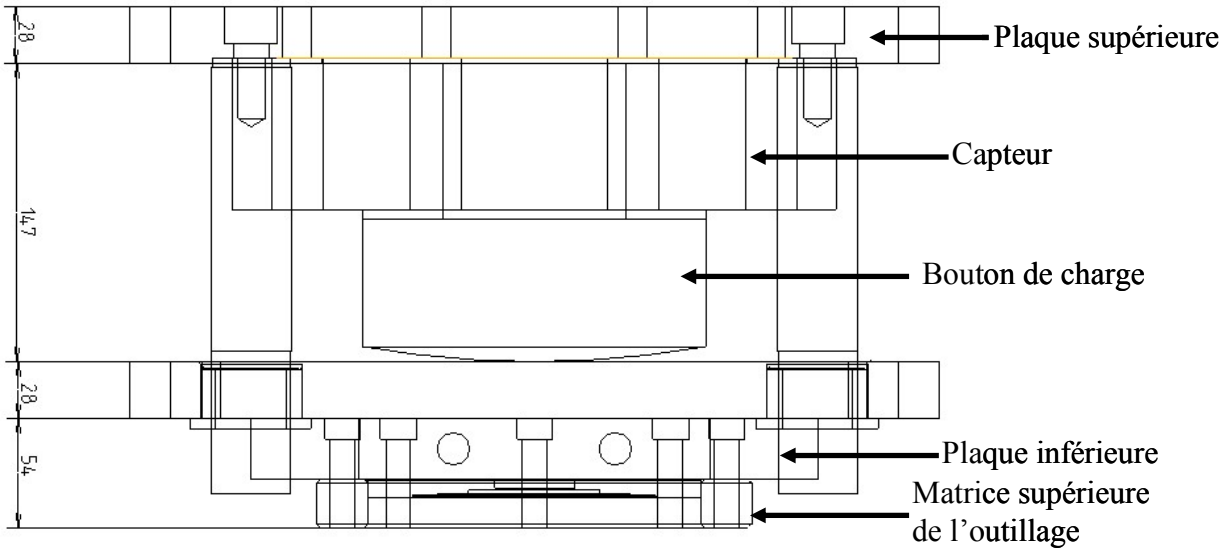


Figure 25 : Montage du capteur d'effort

Pour cela, la plaque supérieure est en S235 et la plaque inférieure est en acier C48. Une plaque isolante a été insérée entre la plaque inférieure du capteur et la partie supérieure de l'outillage de filage radiale afin d'isoler le capteur des effets de température dus au chauffage de la matrice supérieure de l'outillage. La **figure 26** donne un aperçu du montage global "capteur + outillage de filage radial".

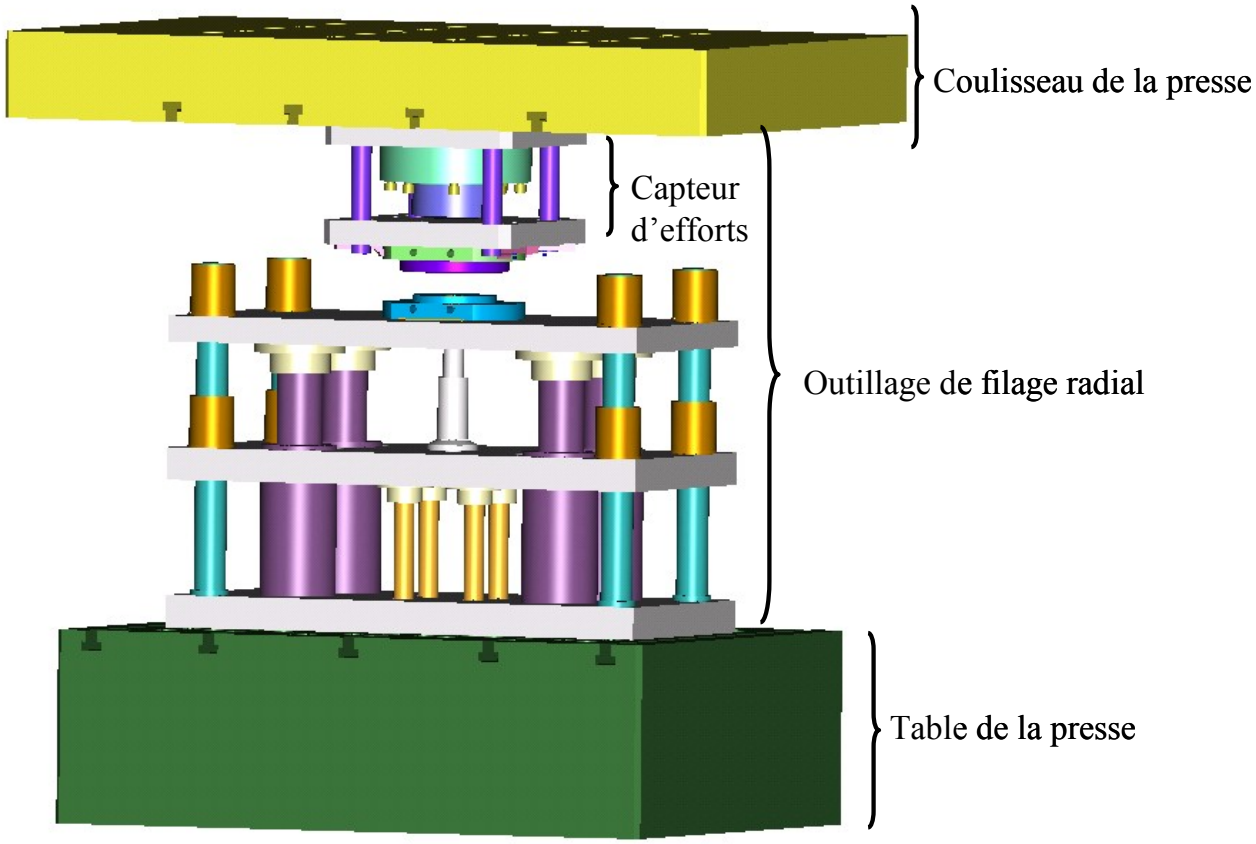


Figure 26 : Implantation du capteur d'effort sur l'outillage de filage radial

11 Résultats expérimentaux

11.1 Indentation sur un alliage Sn-15%Pb

Les essais d'indentation ont été réalisés sur des lopins d'alliage Sn-15%Pb à structure primaire dendritique ainsi que sur des lopins à structure primaire globulaire. Les lopins sont cylindriques de diamètre de 50 mm et une longueur de 50 mm. Les courbes trouvées dans cette partie sont les courbes représentatives de tous les essais réalisés.

11.1.1 Influence de la microstructure

Pour une vitesse de l'indenteur de 1 mm/s, il existe un rapport de 100 entre l'effort obtenu pour une structure primaire dendritique et celui obtenu pour une structure primaire globulaire comme le montre la **figure 27**. Comme nous l'avons vu dans le premier chapitre, des auteurs [LAX80, SUE82, JOL76] expliquent que la formation d'un squelette solide est favorisée par la présence de bras de dendrites. Ce squelette a tendance à " rigidifier" le matériau. De plus, les bras de dendrites emprisonnent une partie de la fraction de liquide qui ne peut ainsi donc pas participer à la déformation du matériau. L'effort obtenu lors du test d'indentation est alors plus élevé dans le cas des structures primaires dendritiques que dans le cas des structures primaires globulaires.

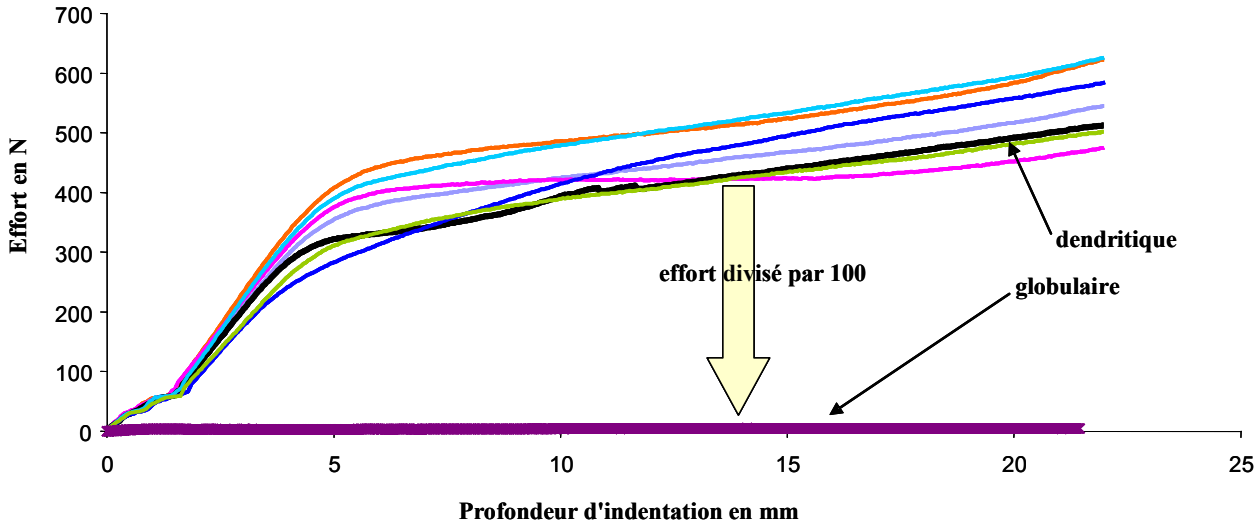


Figure 27 : Comparaison du niveau d'effort pour des essais d'indentation réalisés à une vitesse de 1mm/s sur des structures dendritiques et des structures globulaires d'un alliage Sn-15%Pb (fraction de solide 0.6)

11.1.2 Influence de la vitesse de l'indenteur

Deux séries d'essais ont été menées sur des lopins globulaires et dendritiques afin d'étudier l'influence de la vitesse de l'indenteur (1mm/s et 8mm/s) sur le niveau d'effort. Toutes les courbes obtenues sont réunies dans ce que nous appellerons un nuage de courbes.

11.1.2.1 Courbes expérimentales

La **figure 28** montre que l'effort d'indentation décroît avec une augmentation de la vitesse de l'indenteur. Cette influence est visible sur les lopins dendritiques mais pas du tout sur les lopins globulaires non pas parce que cette influence n'existe pas mais parce que le niveau d'effort des globulaires est déjà trop proche des limites du capteur pour discerner cette différence.

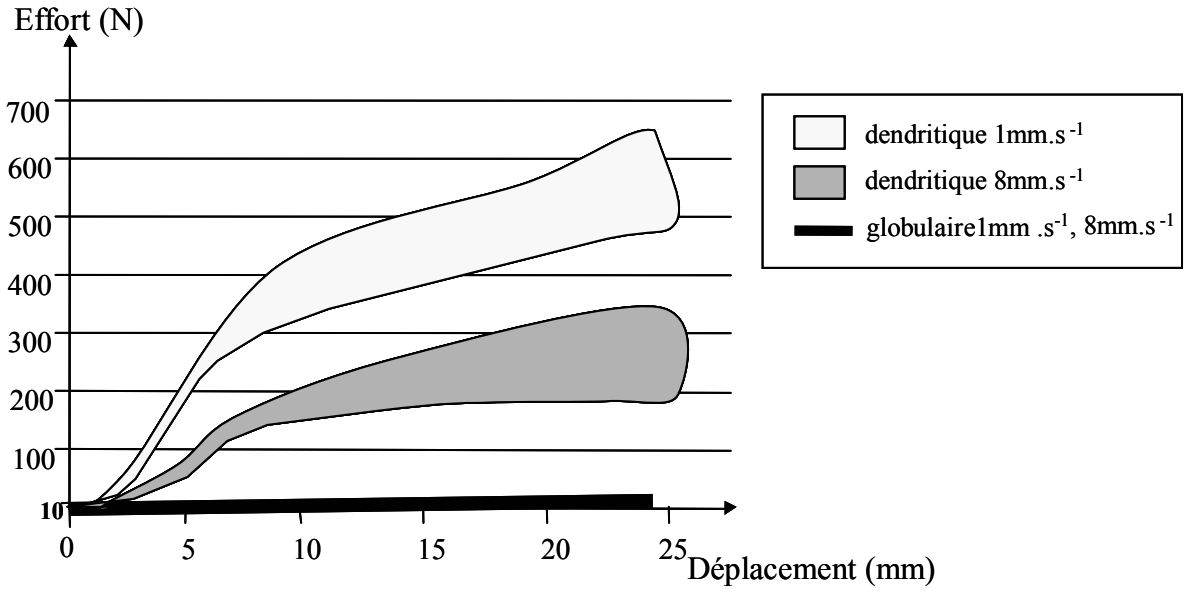


Figure 28: Influence de la vitesse de l'indenteur sur le niveau d'effort pour des structures globulaires et des structures dendritiques (fraction de solide 0.6, nuages de courbes)

11.1.2.2 Simulation numérique

Principe

Dans le cadre des études menées sur le développement du thixoforgeage, il s'avère intéressant de connaître la rhéologie des matériaux à l'état semi-solide afin de pouvoir modéliser leur comportement. Deux voies sont possibles pour déterminer cette rhéologie : le calcul numérique et les tests de caractérisation.

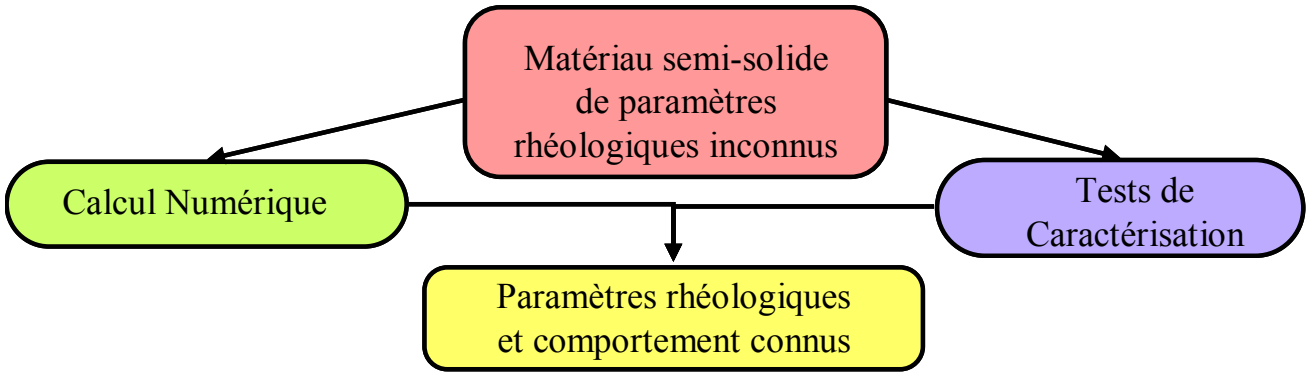


Figure 29 : Mode de détermination de la rhéologie des matériaux thixotropes

L'objectif de notre étude sera de déterminer la rhéologie des matériaux par corrélation entre la simulation par éléments finis et des essais de mise en forme simplifiés.

Dans ce travail, la détermination des paramètres rhéologiques est plus particulièrement basée sur une méthodologie appelée « Méthode Inverse ». La méthode inverse permet, à partir d'une part d'essais expérimentaux et d'autre part d'un logiciel de simulation par éléments finis, de déterminer les paramètres rhéologiques d'un matériau [GAV98]. Des essais expérimentaux sont tout d'abord réalisés. Puis un logiciel de simulation par éléments finis est utilisé : Forge2®. Les différents essais réalisés expérimentalement sont simulés à l'aide du code de calcul par éléments finis Forge2® dans le cas axisymétrique.

Les calculs sont basés sur la loi de comportement de Norton-Hoff :

$$S = 2K(T,\varepsilon,...)(\sqrt{3}\dot{\varepsilon}_{eq})^{m-1}\dot{\varepsilon}$$

avec S tenseur déviateur des contraintes,

$\dot{\varepsilon}_{eq}$ la vitesse de déformation équivalente

$\dot{\varepsilon}$ le tenseur des vitesses de déformation,

K(T, ε,…) la consistance ou résistance à l'écoulement

m le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation

La simulation se décompose en trois phases :

- la mise en données où l'utilisateur définit : la géométrie, le maillage, les outillages et conditions d'essais, le fichier de données (contenant par exemple : les paramètres d'entrée, la rhéologie du matériau étudié, des informations thermiques, les conditions de remaillage)
- le solveur : c'est l'outil de calcul, il utilise la méthode itérative de Newton - Raphson,
- le post-processeur : il permet de visualiser le déroulement de l'essai dans les conditions imposées par le fichier de données ainsi que les résultats demandés comme une courbe Force-Déplacement.

Les étapes suivantes consistent à modifier les paramètres rhéologiques dans le fichier de données afin de faire converger les courbes de simulation vers les courbes obtenues expérimentalement, ceci en tenant compte des imprécisions numériques et expérimentales.

Suite à la comparaison des courbes expérimentales et théoriques (de simulation), la rhéologie du matériau étudié peut être déterminée. Une méthode de caractérisation des matériaux semi-solides est ainsi définie.

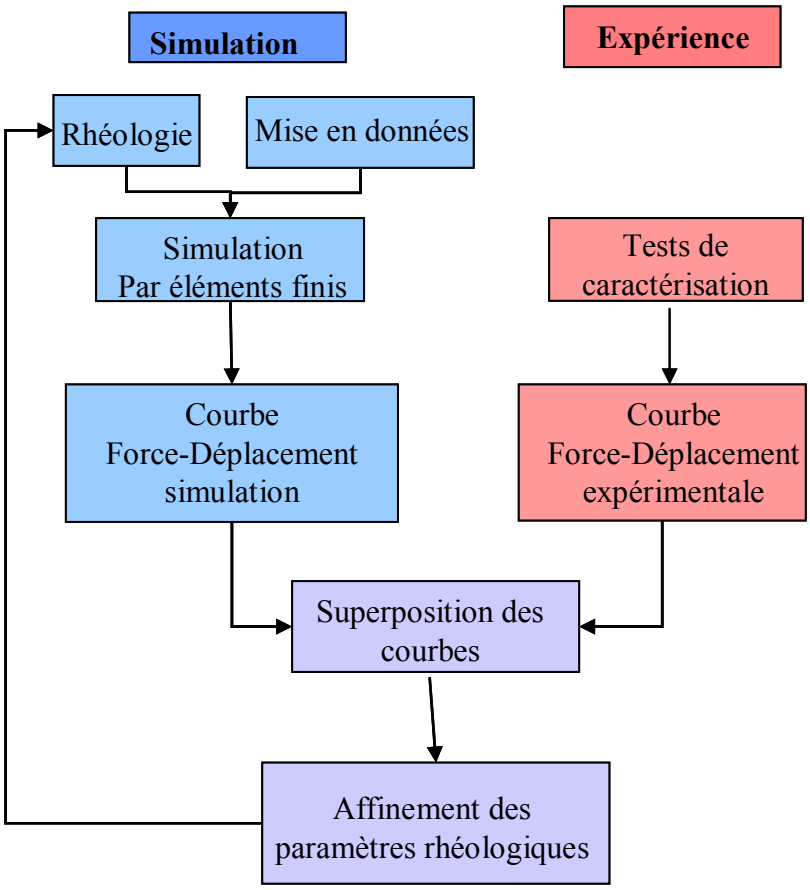


Figure 30 : Principe de la méthode inverse

Résultats issus des simulation pour l'essai d'indentation ***(figure 31)***

La consistance K est le paramètre à identifier tandis que le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m est pris constant et égal à 0.3, ce qui est proche de la valeur pour la déformation à chaud d'un matériau solide [VAL98, SUE82, LAX80, VAL92, KAN99].

Les premières simulations ont été réalisées pour une vitesse d'indenteur de 1mm/s, correspondant à une vitesse de déformation maximale dans le matériau $\dot{\varepsilon}_{max} = 0.1\,s^{-1}$. Les courbes simulées sont en bonne corrélation avec les courbes expérimentales des lopins dendritiques pour une consistance K=7.4 MPa.s^m. Cette valeur est proche de celle trouvée par

Laxmanan et Flemings [LAX80] ou encore Suery et Flemings [SUE82] lors d'essais de compression réalisés sur des lopins semi-solides à structure dendritique. Afin de simuler le comportement des échantillons dendritiques soumis à une vitesse d'indentation de 8mm/s, correspondant à une vitesse de déformation maximale dans le matériau $\dot{\varepsilon}_{max} = 1\,s^{-1}$, la valeur de la consistance K est plus petite, soit K=1.7 MPa.s^m. Ce résultat est inattendu car il est habituellement observé que pour une vitesse de déformation plus faible que $1\,s^{-1}$, la consistance K reste constante [LAX80, SUE82]. Néanmoins Kang et al [KAN99] mettent également en évidence une chute de la consistance K pour une vitesse de déformation supérieure à $5\,s^{-1}$, lors d'essais de compression.

Des simulations concernant le comportement des lopins globulaires ont également été effectuées pour une vitesse d'indenteur de 1mm/s. Pour avoir une bonne corrélation entre courbes simulées et courbes expérimentales, la consistance K a dû être prise 100 fois plus faibles (68 MPa.s^m) que la valeur déterminée pour les lopins dendritiques.

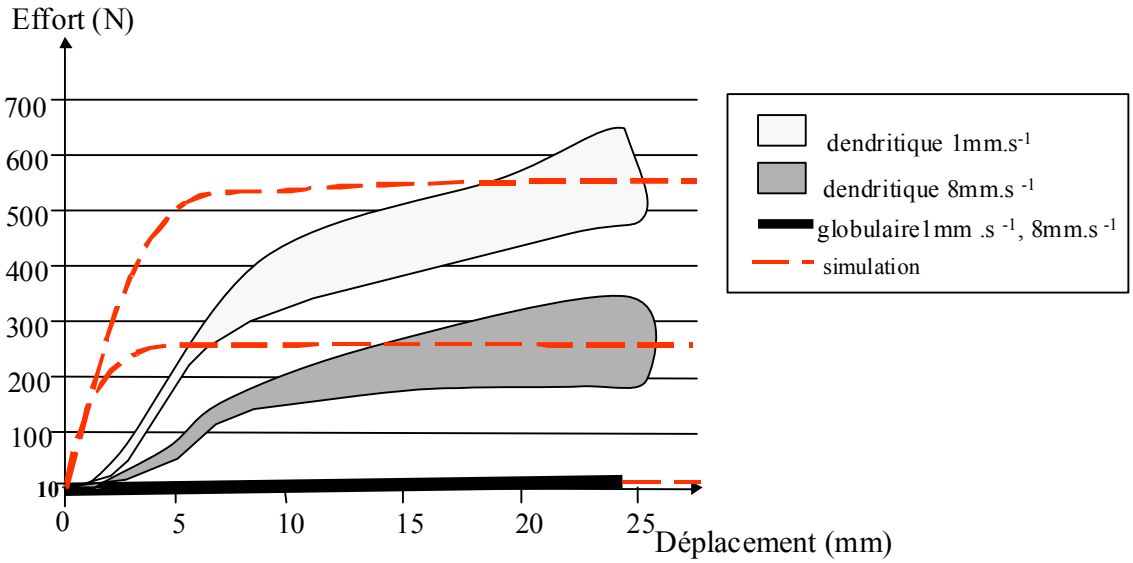


Figure 31 : Superposition des courbes expérimentales et des courbes obtenues par simulation (nuages de courbes)

La dépendance de la consistance K par rapport à la microstructure et à la vitesse de déformation observée dans cette étude tend à prouver l'évolution de la microstructure des lopins dendritiques soumis à des vitesses d 'indentation de 1 mm/s ($\dot{\varepsilon}_{max} = 0.1\,s^{-1}$) et de 8mm/s ($\dot{\varepsilon}_{max} = 1\,s^{-1}$). La plus grande des vitesses de déformation a probablement tendance à dégénérer la structure primaire dendritique en une structure primaire plus globulaire. La globulisation de la microstructure provoque une diminution de la fraction de liquide emprisonnée [SUE82, SEC84] et par conséquent une chute de la consistance K.

Cette méthode d'identification des paramètres rhéologiques par essais d'indentation a déjà été validée pour des essais sur plasticine [BIG99].

Il est important de noter que les courbes simulées et les courbes expérimentales n'ont pas la même allure. Ceci peut s'expliquer par le fait que la loi de comportement utilisé ici dans Forge2®, soit la loi de Norton Hoff, ne prend pas en compte tous les phénomènes intervenant lors de la mise en forme de matériaux semi-solides. De plus, il est nécessaire de modifier les paramètres de la loi afin d'avoir une bonne corrélation avec les courbes expérimentales pour les différentes vitesses d'indentation ce qui tend également à prouver que la loi de Norton Hoff n'est pas adaptée au comportement des semi-solides car certains mécanismes de déformation ne sont pas pris en compte. L'implémentation dans un code de calcul d'une nouvelle loi de comportement adapté aux semi-solides est une solution à ce problème.

11.1.3 Influence de la température de l'indenteur

L'essai d'indentation se déroule, comme vu précédemment, dans une enceinte fermée où toutes les températures (chambre, lopin, indenteur) sont contrôlées. Etant données les conditions expérimentales, le test d'indentation peut être considéré comme un test isotherme avec une fraction de solide dans le lopin égale à 0.6 (187°C).

Pour mettre en évidence l'influence de la température de l'indenteur, un test est alors réalisé : dans un premier cas, l'essai se déroule avec un indenteur dont la température s'élève à 187°C soit la température du lopin, dans un second cas il fait appel à un indenteur froid (40 à 50 °C). Les courbes présentées sont les courbes représentatives des séries d'essais réalisés.

Les courbes obtenues avec l'indenteur chaud (187°C) sont représentées sur la **figure 32**. Les courbes semblent évoluer suivant une loi puissance (x^n avec $0<n<1$). Le test isotherme permet donc d'étudier l'influence de la vitesse de l'indentation et de la microstructure sans avoir l'influence de la température.

La **figure 32** illustre les courbes effort/déplacement obtenues avec un indenteur froid (40 à 50 °c). L'allure des courbes est totalement différente de celles obtenues avec un indenteur chaud. Les courbes présentent une première montée de l'effort, puis une chute, puis une nouvelle montée de l'effort. L'allure de ces courbes peut être associée à un problème thermique. En effet, lors du contact entre indenteur froid et lopin chaud, une peau se crée en surface du Plomb-Etain semi-solide. Cette peau est brisée lors de la pénétration de l'indenteur, ce qui engendre une montée de l'effort. L'effort chute ensuite car il passe dans une zone de métal semi-solide puis l'effort d'indentation augmente certainement en raison du frottement entre l'indenteur et le semi solide [ABD00].

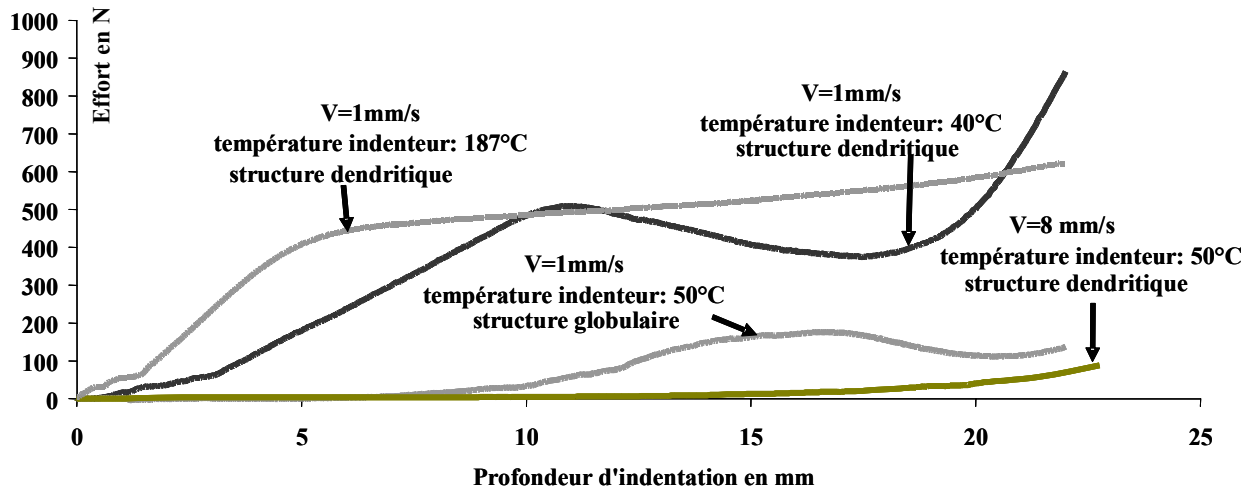


Figure 32 : Evolution de l'effort en fonction du déplacement pour un indenteur de diamètre 6 mm à différentes températures

Les courbes de la **figure 32** montrent également que dans le cas d'échantillons dendritiques, lors d'essais d'indentation avec un indenteur froid, plus la vitesse est rapide moins les échanges thermiques entre le lopin semi-solide et l'indenteur froid ont le temps de se produire.

11.2 Filage axial sur un acier de nuance C80

Ces essais de filage axial ont été réalisés avec des lopins ayant pour dimensions 45mm de haut et 30 mm de diamètre.

11.2.1 Géométrie des pièces

Les premiers essais de filage axial ont été réalisés sur une presse à énergie décrite auparavant. La force s'exerçant sur le lopin durant l'opération de filage est mesurée en utilisant un capteur d'effort à jauges annexe installé sur l'outillage. Le chauffage par induction est placé sous la presse (**figure 18**). Deux diamètres de filière différents ont été utilisés. Les valeurs de ces filières, 15 et 8 mm, ont été déterminées d'après des simulations réalisées sur Forge2®.

L'objectif était d'atteindre des vitesses de déformation très différentes entre les deux diamètres tout en étant limité par le volume du lopin et l'encombrement de l'outillage sous la presse. Les vitesses de déformation moyennes calculées à la sortie du convergent sont respectivement égales à 215 s^{-1} et 243 s^{-1}. Dans les deux cas, les pièces réalisées présentent une bonne géométrie sans trace d'éjection de liquide, ce qui tend à prouver l'homogénéité de l'écoulement (**figure 33 éprouvettes (i)**).

Afin d'atteindre une plus large gamme de vitesse de déformation, des essais complémentaires ont été réalisés sur une presse hydraulique (IFUM, Hannovre) dont la vitesse du coulisseau peut varier de 1mm/s à 2500 mm/s (correspondant en terme de vitesses de déformation à une plage allant de 10 s^{-1} à 475s^{-1}). La force s'exerçant sur le lopin durant le filage est évaluée à l'aide d'un capteur de pression intégré à la presse. Tout comme précédemment, le chauffage par induction des lopins se fait sous la presse (**figure 18**). Lors de tous ces essais le même diamètre de filière, 12 mm, a été conservé quelque soit la vitesse de coulisseau de la presse. L'observation des pièces met en évidence la présence de deux domaines déjà observés par Valette [VAL92] et comme vu précédemment dans le chapitre I:

- le domaine des écoulements hétérogènes pour 10 $s^{-1} < \dot{\varepsilon} < 95\ s^{-1}$ (**figure 33 indice (ii)**)
- le domaine des écoulements homogènes pour 95 $s^{-1} < \dot{\varepsilon} < 475\ s^{-1}$ (**figure 33 indice (iii)**).

Ces résultats sont en bonne corrélation avec les essais de filage réalisés sur la presse à énergie.

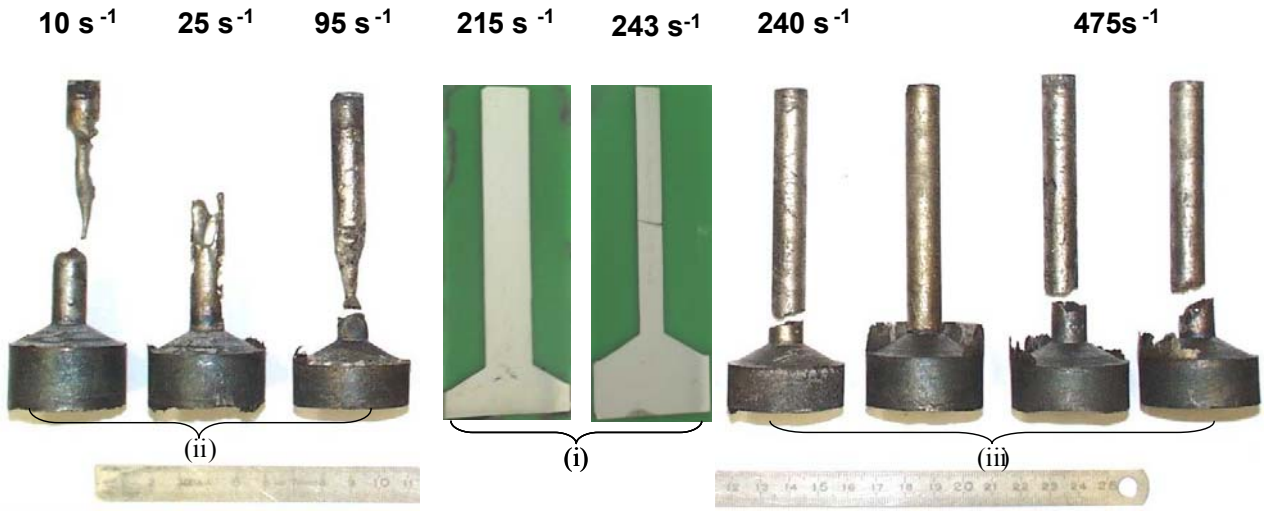


Figure 33 : Pièces obtenues lors des essais de filage axial pour différentes vitesses de déformation

11.2.2 Allure des courbes

La **figure 34** illustre les courbes expérimentales obtenues lors des essais de filage axial. Elles montrent l'évolution de l'effort en fonction du déplacement. Tout comme lors des essais d'indentation les courbes présentent un premier pic, puis un second. Toutefois, nous tenons à prendre des réserves sur le niveau d'effort donné par ces courbes car des doutes subsistent sur la fiabilité du système de mesure de la presse (capteur de pression). Même si l'amplitude du pic révèle une tendance, la position du pic ne semble pas être significative car celle-ci est trop variable d'un essai à l'autre.

Divers auteurs [KAP01, HOG00, ABD00, GUL00] observent le même genre de courbes mais ne justifient pas la présence du pic de la même manière.

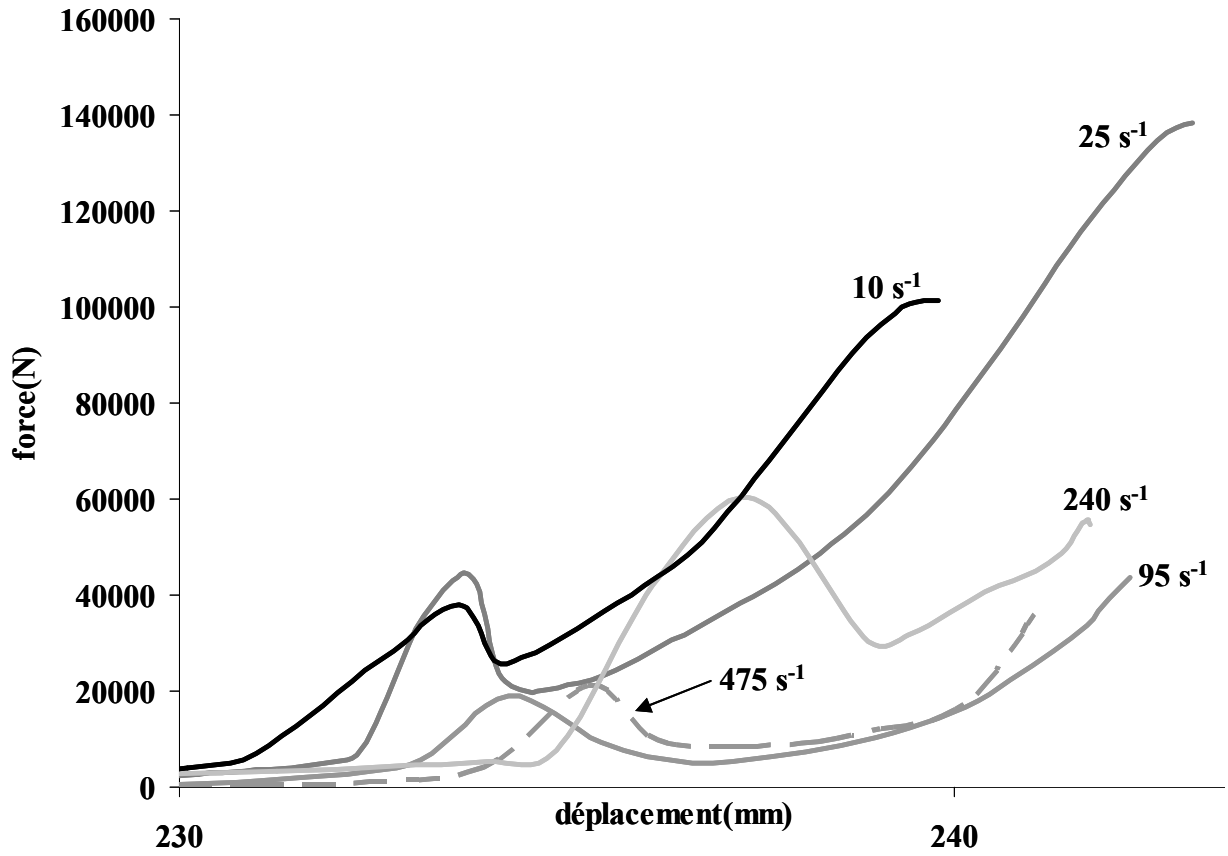


Figure 34: Courbes expérimentales effort/déplacement obtenues lors des essais de filage axial sur un acier C80 pour diverses vitesses de déformation

Selon Baqué [BAQ72, BAQ74], dont les études ont porté sur le filage de matériaux solides à chaud, un diagramme de filage présente classiquement trois phases :

- une augmentation en pression suivie ou non d'un pic de pression
- un régime stationnaire
- une réaugmentation de la pression correspondant au filage de la tête de filage.

Valette [VAL92] donne une description physique de ce qui se passe durant les trois phases :

- les jeux entre le lopin et le corps de la filière sont rattrapés pendant la phase 1 : c'est la phase de gonflement du lopin et de mise en pression avant filage

- durant la phase 2, la matière progresse dans le convergent puis dans la filière. L'effort est faible décroissant. En fin de phase 2, l'effort remonte brusquement. Cette remise en pression est liée à la géométrie particulière de l'essai.
- la dernière phase est la phase de régime stationnaire à régime constant.

Dans certains cas, tels que dans le cas de l'indentation vu précédemment, le premier pic apparaissant sur les courbes force/déplacement est associé à des problèmes de thermiques [ABD00]. En effet, le gradient de température existant entre le lopin semi-solide et l'outillage, ayant une température plus faible, peut être à l'origine de ce pic. Au moment du contact entre ces deux éléments, une peau solide se forme à la surface du lopin et cette peau doit d'abord être brisée entraînant une augmentation de l'effort, puis une chute avant de mettre en forme le lopin semi-solide proprement dit.

La vitesse de mise en forme peut également entraîner des problèmes thermiques et être à l'origine de ce premier pic. Pour une vitesse lente, les bords du lopin ont le temps de se refroidir. Le lopin peut alors être assimilé à un « ballon baudruche » dont l'enveloppe est constituée de solide et l'intérieur de semi-solide. Avec l'effort, la pression à l'intérieur du lopin va augmenter jusqu'à entraîner l'« éclatement » de la peau du lopin, ou plus exactement l'éjection de phase liquide. Dans le cas d'une vitesse rapide, l'effet de peau n'existe pas, il n'a pas le temps d'apparaître, et la déformation est plus homogène.

Une autre explication pour ce premier pic, dans le cas d'essais isothermes, peut provenir d'un effet de microstructure. Avec une augmentation de la vitesse de déformation, le squelette solide, formé par les pontages entre les particules solides, est brisé, ce qui entraîne la chute après le premier pic, puis la microstructure atteint un état stationnaire et l'effort augmente.

Il est difficile de choisir l'une ou l'autre des explications de façon catégorique pour expliquer la présence de ce premier pic car c'est certainement une combinaison des effets

thermiques et des effets de la microstructure qui se produit, avec plus ou moins d'importance. Nous privilégierons l'effet de la microstructure dominant devant l'effet thermique, comme nous le verrons dans le chapitre suivant traitant de la modélisation du comportement des semi-solides.

11.2.3 Détermination des paramètres rhéologiques de l'acier

Afin de caractériser la rhéologie de l'acier semi-solide, des simulations numériques couplées à une méthode inverse ont été réalisées (voir détails de la méthode paragraphe indentation 4.1.2.2.a). Une loi viscoplastique de type Norton-Hoff, existant dans le code de calcul Forge2®, a été utilisée afin de décrire le comportement global du semi-solide dans les deux domaines définis précédemment (écoulement hétérogène et écoulement homogène) :

$$S_{ij} = \underbrace{2K(\sqrt{3}\dot{\varepsilon}_{eq})^{m-1}}_{\text{viscosité}}\dot{\varepsilon}_{ij}$$

L'identification des paramètres K, consistance, et m, coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, a été faite en comparant l'effort expérimental (relevé juste après le premier pic, considéré comme représentant un régime transitoire, le second pic étant associé à la butée dans le fond de la matrice) et l'effort obtenu par le code d'éléments finis Forge2®. Pour des essais réalisés à la même vitesse de coulisseau, une moyenne de l'effort a été prise. Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, pris égal à 0.45, était le même pour les deux domaines. Cette valeur de m permet de définir la pente de la droite reliant les divers points expérimentaux. La consistance K a été prise égale à K1= 474 kPa.s^m pour 10s^{-1}<$\dot{\varepsilon}$<95s^{-1} et égale à K2= 50 kPa.s^m pour 95s^{-1}<$\dot{\varepsilon}$<475s^{-1}. Elle permet de caler les valeurs simulées par rapport aux valeurs expérimentales en déterminant le niveau d'effort. Ces deux

coefficients permettent de tracer la viscosité, définie dans l'équation ci-dessus, en fonction de la vitesse de cisaillement comme le montre la **figure 35**.

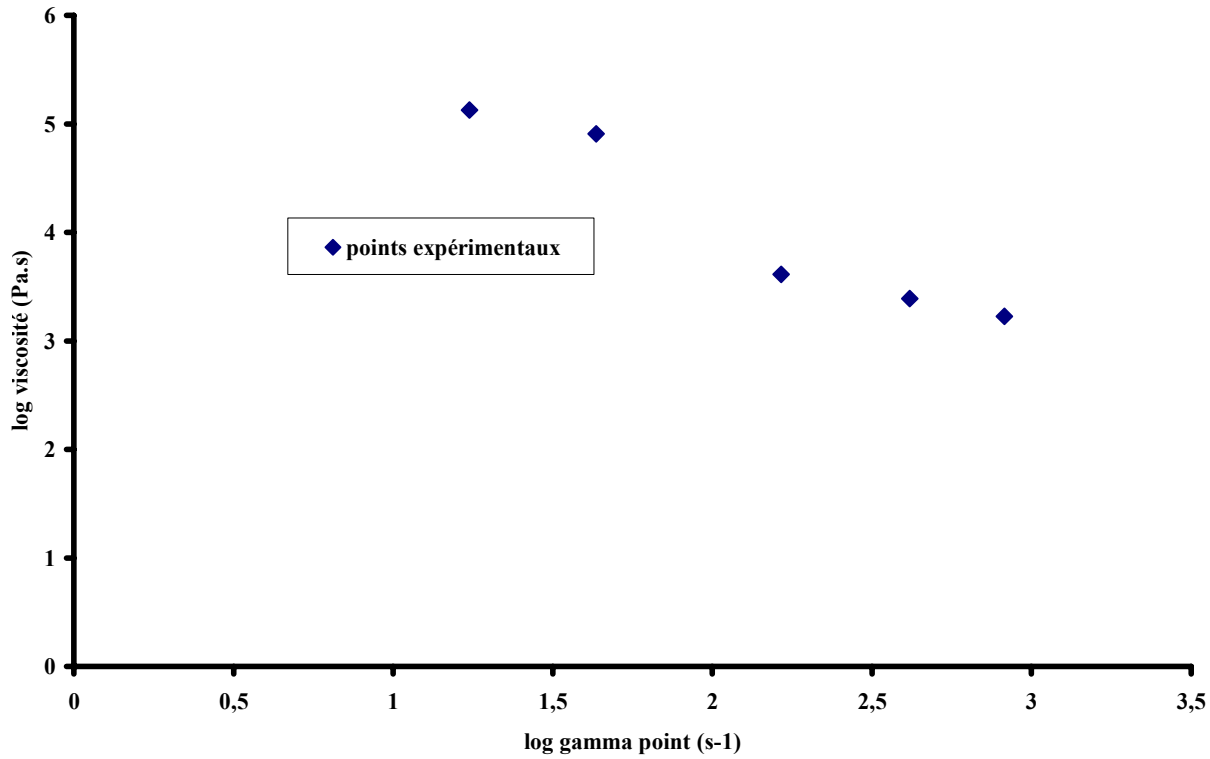


Figure 35: Analyse des essais de filage axial.

Comme dans le cas de l'indentation, la loi de Norton Hoff ne suffit pas à décrire le comportement du semi-solide pour toutes les vitesses de déformation étant donné que les paramètres doivent être modifiés afin d'obtenir une bonne corrélation entre expérience et simulation.

11.3 Filage radial sur un acier de nuance C38

Pour ces essais de filage radial, une trentaine d'essais ont été réalisés avec des lopins ayant pour dimensions 65mm de haut et 38 mm de diamètre.

Lors de ces essais, des problèmes de casse du poinçon céramique sur lequel repose le lopin acier ont été rencontrés. Afin de régler ce problème, le chauffage a été réalisé hors presse et le

poinçon céramique a été remplacé par un poinçon acier recouvert de pastilles isolantes afin de limiter les échanges thermiques avec le lopin chaud. L'outillage se trouve alors en position haute dès la première phase.

Afin de faire varier la vitesse de déformation, différents réglages ont été effectués afin de pouvoir filer à des épaisseurs de 9, 7, 6, 5, 4 et 3 mm. Plus l'épaisseur filée est petite, plus la vitesse de déformation est grande. Le temps de transfert est pris en compte dans le cycle de chauffe et la température de travail est de 1465°C, ce qui correspond à une fraction de solide de 0.65 (voir paragraphe 2.1.2)

11.3.1 Géométrie des pièces

Quelle que soit l'épaisseur filée, pour une même épaisseur de cale, les géométries des pièces sont très proches comme le montre la **figure 36** pour des épaisseurs filées de 6mm. Un déchirement de la matière existe dans toutes les pièces. Il est dû aux contraintes tangentielles. Il faudrait maintenir le métal en continu afin d'éviter ce déchirement. Il faut noter que ce défaut apparaît toujours du même côté dans l'outillage, ce qui peut se justifier par un défaut de coin de l'outillage.



Figure 36: série de pièces obtenues pour une épaisseur filées de 6 mm

La **figure 37** permet d'observer une pièce pour chaque épaisseur filée. Lors des essais réalisés pour des épaisseurs filées de 9 et de 7 mm, des phénomènes d'éjection de liquide ont été observés **(figure 38).** Par contre, cet effet n'a pas été observé pour les autres épaisseurs. Cela prouve d'une part que dans le lopin coexistaient bien une phase solide et une phase liquide lors de la mise en forme et d'autre part, tout comme lors des essais de filage axial, l'existence de deux domaines d'écoulement. Les pièces filées à des épaisseurs de 4 et 3 mm présentent des replis de matière **(figure 39).** Le volume du lopin est trop grand par rapport au volume à remplir. La matière s'écoule entre la matrice supérieure et la matrice inférieure jusqu'à toucher les bords. La matière ne pouvant sortir de cet espace (absence d'évents), elle a tendance à revenir sur elle-même.

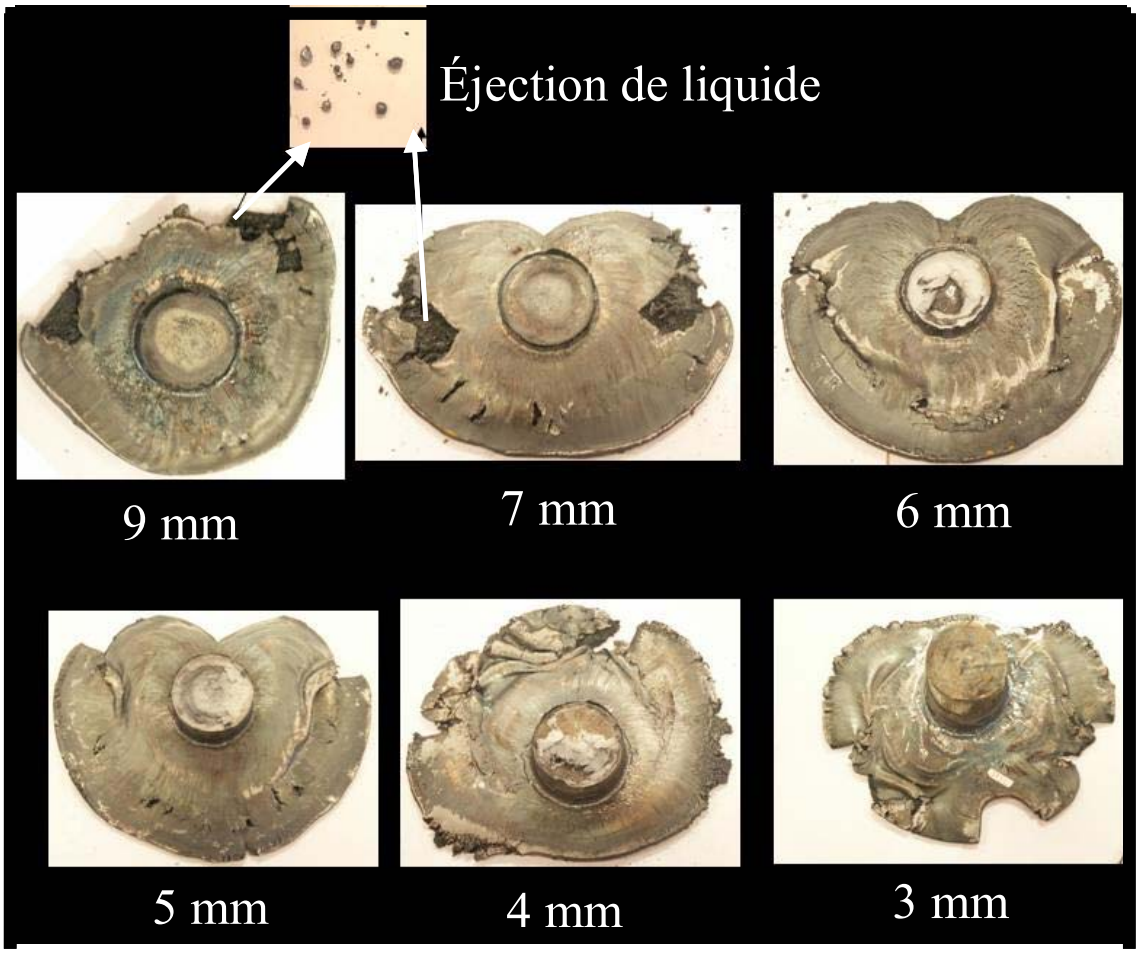


Figure 37: Pièces obtenues pour les diverses épaisseurs filées

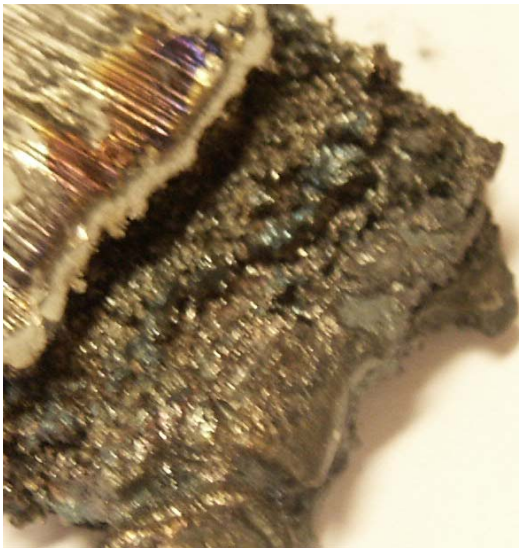


Figure 38: Zoom sur les zones où il y a eu éjection de liquide (épaisseur 7 mm)



Figure 39 : Zoom sur les replis de matière observés sur les pièces filées sur une pièce d'épaisseur filée de 4mm

11.3.2 Allure des courbes

Les courbes effort/déplacement obtenues lors de chacun des essais montrent une bonne répétabilité de la manipulation. Afin d'obtenir l'effort de mise en forme, il est nécessaire de soustraire à la courbe effort/déplacement, l'effort de fermeture des outillages à vide (force nécessaire pour comprimer les 4 ressorts à gaz). La **figure 40** illustre les courbes pour une épaisseur filée de 7 mm.

Contrairement aux courbes obtenues lors des essais de filage axial, les courbes effort/déplacement du filage radial ne présentent pas de premier pic. Par contre, deux pentes différentes sont observées. La première pente, plus faible, est liée à la mise en pression du lopin dans l'outillage étant donné que le diamètre de celui-ci est légèrement plus élevé que le diamètre du lopin. La seconde pente, plus forte, correspond au filage radial du lopin.

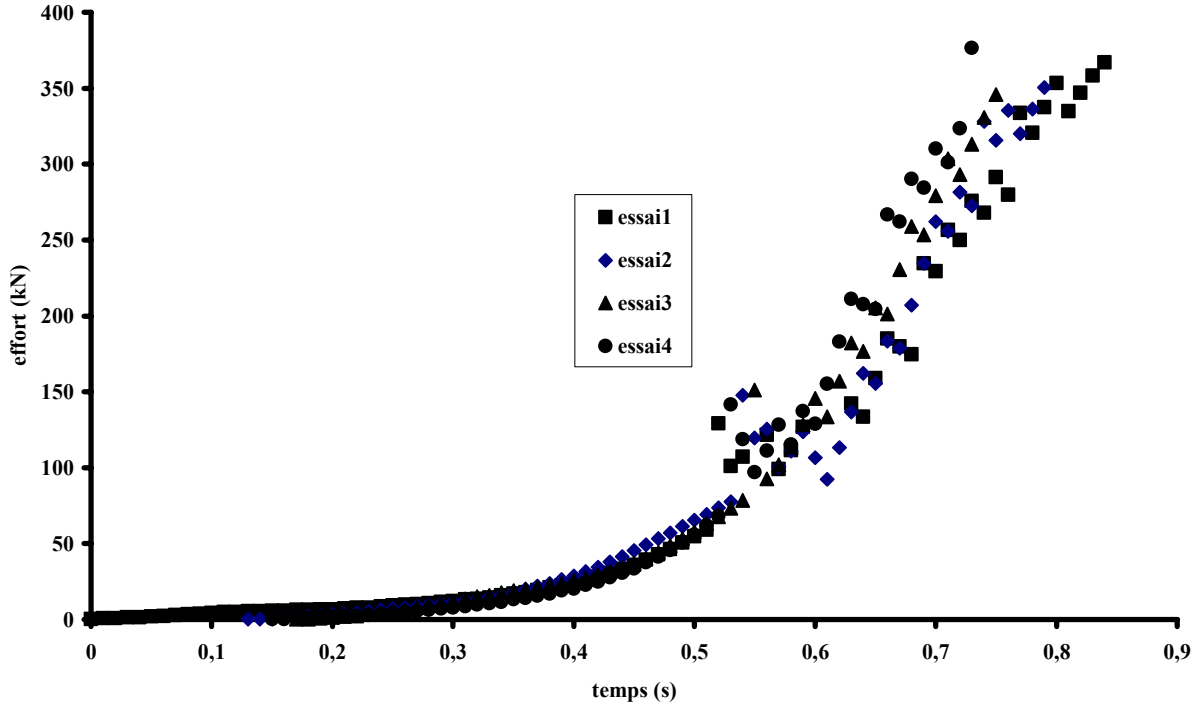


Figure 40 : efforts en fonction du déplacement pour divers essais réalisés pour une épaisseur filée de 7mm : bonne répétabilité

Les efforts maximaux des courbes efforts/déplacement ont été relevés et réunis sur un même graphique (**figure 41**) en fonction des épaisseurs filées.

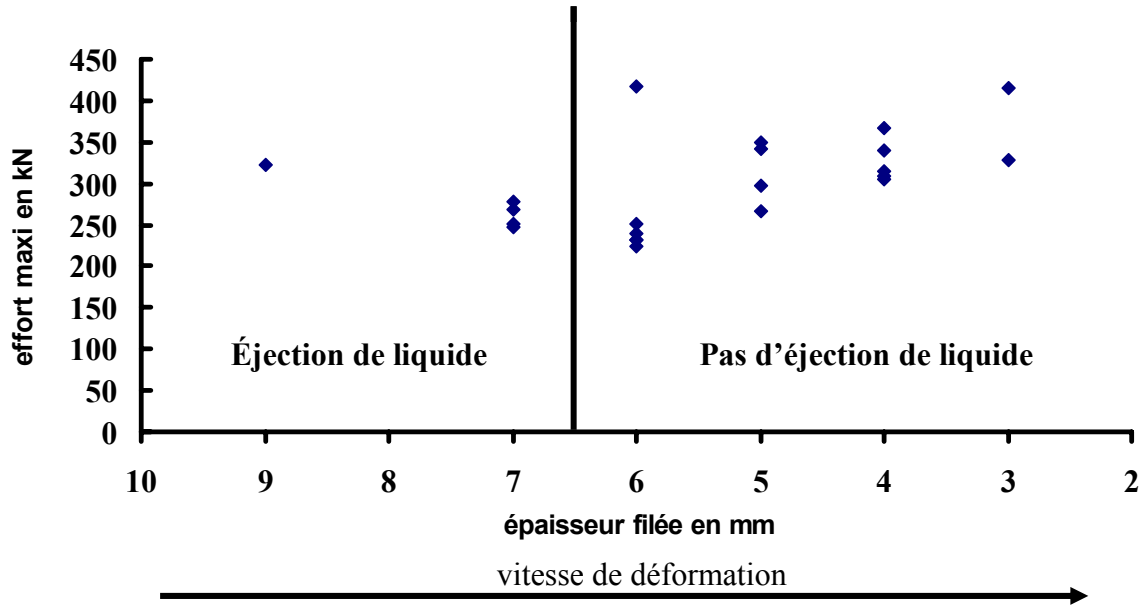


Figure 41 : Effort maximum en fonction des épaisseurs filées

Les efforts sont répartis entre 200 et 450 kN. L'effort diminue pour une épaisseur filée de 9 mm jusqu'à une épaisseur filée de 6 mm. Puis, l'effort remonte pour une épaisseur filée inférieure à 6mm jusqu'à une épaisseur de 3 mm. Il serait intéressant de compléter ces essais pour des vitesses de déformation plus faibles (épaisseur filée supérieure à 9 mm) afin de connaître le niveau des efforts. Si l'on trouve des efforts plus faibles mais croissant avec la diminution des épaisseurs filées jusqu'à 9 mm, alors tout comme dans le cas des essais de filage axial, il y aura une zone de transition avec une chute de l'effort.

12 Pièces réalisées et perspectives technologiques

Dans ce travail, plusieurs éprouvettes en acier ont été réalisées par thixoforgeage : assiette (vue dans l'introduction générale) et éprouvettes obtenues par filage axial et radial. Les géométries des éprouvettess sont très différentes mais ne présentent pas réellement de formes complexes. Par contre, en parallèle, une pièce issue de l'industrie automobile a été réalisée par ASCOMETAL CREAS : un porte fusée (**figure 42**).



Figure 42 : Porte-fusée thixoforgé en acier c80 réalisé par ASCOMETAL CREAS

Le but premier du porte-fusée est de prouver la faisabilité de pièces industrielles en acier présentant des formes géométriques complexes par thixoforgeage.

L'énorme avantage du thixoforgeage est de pouvoir obtenir une pièce finie en passant quasiment en une seule passe d'un lopin de départ à la géométrie voulue, comme le porte-fusée ci-dessus. Ce procédé permet également de réduire le nombre d'outils (cylindres de laminoir et matrices de forge) et de réduire de manière significative la mise au mille (quelques % dus à la débouchure). La forge, par contre, nécessite un plus grand nombre d'opérations pour obtenir le produit désiré. Le lopin subit d'abord des ébauches pour répartir au mieux la matière par rapport au remplissage des matrices, puis viennent les opérations de finition, d'ébavurage, de redressage et de débouchage. La bavure et la débouchure représentent entre 30 et 40% de poids du lopin de départ. La **figure 43** présente les différentes étapes utiles à la fabrication d'un porte-fusée. Aujourd'hui ces pièces sont réalisées par le procédé de fonderie (fonte, aluminium).

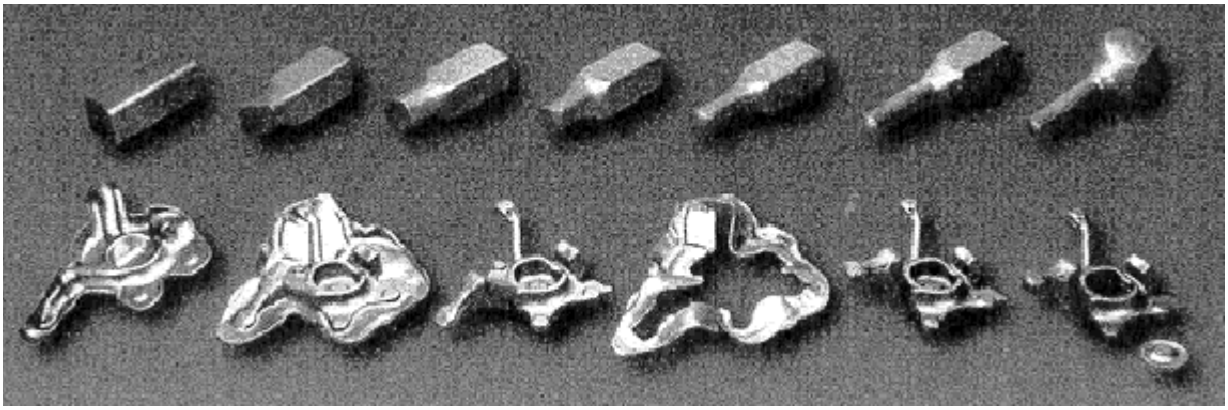
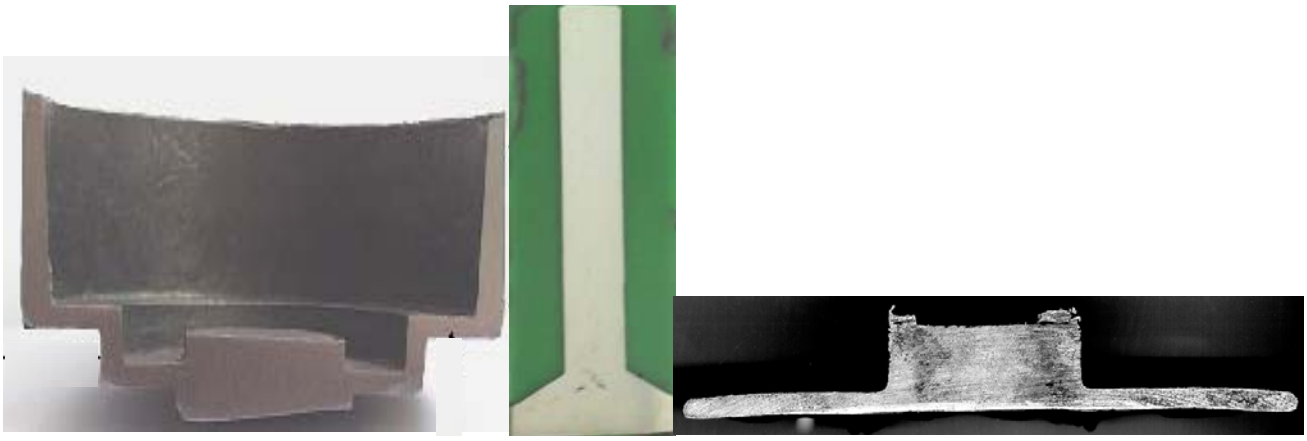


Figure 43 : Etapes nécessaires à la réalisation d'un porte-fusée en forge

La **figure 44** montre des coupes des diverses éprouvettes réalisées. Il est très intéressant de constater l'absence de porosités. Concernant la pièce issue du filage axial, elle a été réalisée pour une vitesse de déformation permettant d'avoir un écoulement homogène (grandes

vitesses de déformation). Les pièces, comme nous l'avons vu précédemment, obtenues pour des faibles vitesses, ont subi une trop grande éjection de liquide pour être observées.



(a) (b) (c)

Figure 44 : Coupes des différentes pièces en acier réalisées par thixoforgeage : (a) assiette, (b) filage axial, (c) filage radial

Le porte-fusée par contre présente quelques défauts internes, entre autres des porosités, comme le montre la **figure 45**. Néanmoins, il faut se rappeler que l'objectif premier était d'atteindre une géométrie complexe en acier et la géométrie du porte-fusée est celle d'une pièce forgée qui n'a pas été adaptée à l'écoulement du métal semi-solide.

Les porosités sont recluses dans les extrémités du porte-fusée. Leur origine provient de l'éjection de la partie liquide. Cette éjection peut être due à une vitesse de déformation trop faible comme nous l'avons vu dans le cas du filage.

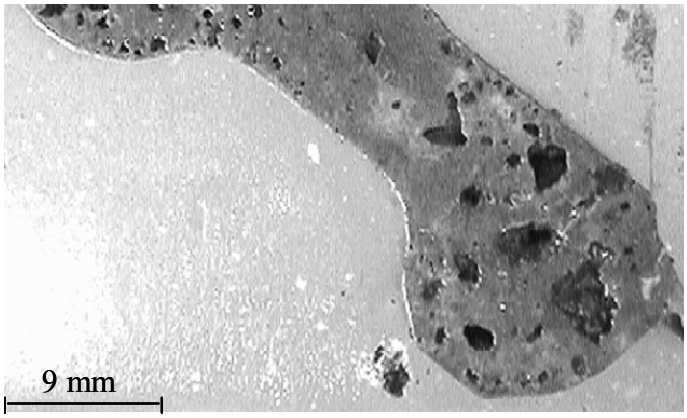


Figure 45 : porosités apparaissant dans les extrémités du porte-fusée.

Ces défauts internes ne sont pas propres au thixoforgeage de l'acier. En effet, d'autres auteurs [WOL01] ont réalisé une pièce de liaison au sol en aluminium AS7 et des porosités sont également présentes dans les extrémités de la pièce (**figure 46**). Il ne s'agit donc pas d'un problème lié au matériau mais d'un problème lié à la mise en forme et plus exactement lié à l'outillage, à la géométrie, à l'écoulement, aux vitesses de déformation.

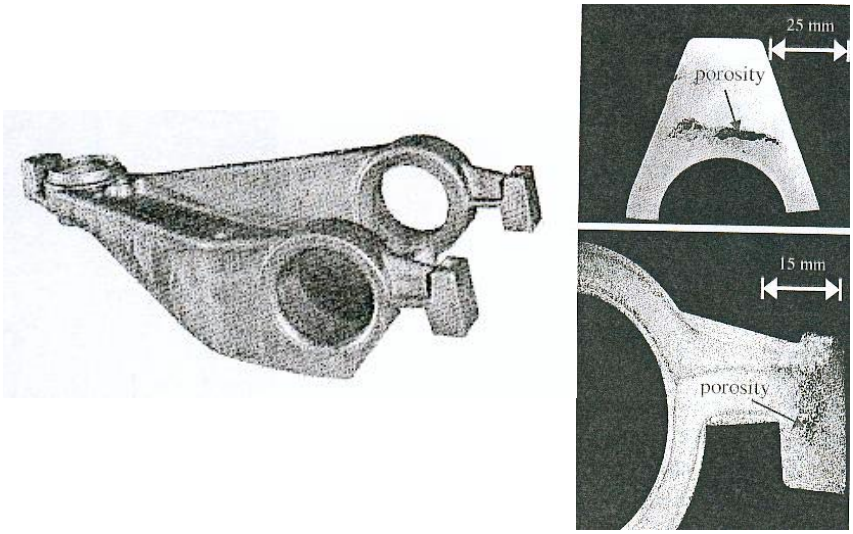


Figure 46 : Pièce de liaison au sol réalisée en AlSi7Mg et porosités apparaissant aux extrémités [WOL02]

13 Conclusion

Dans ce chapitre des essais rhéologiques classiques ont été réalisés sur des alliages Plomb-Etain et acier, et un test de filage radial a été adapté et appliqué à un acier.

L'indentation a pu mettre en évidence l'influence existante entre les efforts et la microstructure : il est beaucoup plus intéressant de travailler avec des structures globulaires qu'avec des structures dendritiques car les efforts sont environ 100 fois moins élevés dans le premier cas. L'influence de la vitesse d'indentation a également été étudiée sur des microstructures dendritiques et l'analyse des résultats montre que, dans le cas de l'indentation, il est préférable de travailler à une vitesse de déformation de 1 s-1 plutôt qu'à une vitesse de déformation de 0.1 s-1 car la vitesse de déformation la plus élevée réduit l'effort d'indentation. Enfin, il a été observé que la température de l'indenteur a une influence sur l'allure des courbes. En effet, un indenteur à 40 ou 50°C fera apparaître un premier pic sur les courbes qui sera associé à la formation d'une peau solide au contact entre l'indenteur froid et le lopin semi-solide. Les courbes obtenues avec un indenteur chaud, c'est-à-dire à 187°C, température du lopin, ne présentent pas cette caractéristique mais croissent de manière régulière vers un effort maximum.

Même si ce test d'indentation a apporté d'intéressants résultats sur le comportement des semi-solides, il reste limité à une faible gamme de vitesses. De plus, la déformation semble être localisée sous l'indenteur.

Afin de décrire au mieux le comportement rhéologique des semi-solides durant l'opération de thixoforgeage, il est nécessaire d'atteindre une plus large gamme de vitesses et surtout d'atteindre les grandes vitesses de déformation. Pour se faire, des essais de filage axial ont été réalisés et l'essai de filage radial a été adapté à l'acier.

Les essais de filage axial et de filage radial sur l'acier ont permis de mettre en évidence la présence de deux domaines d'écoulement en fonction de la vitesse de déforamtion. Les résultats expérimentaux obtenus sont très encourageants et de nouvelles campagnes d'essais doivent être réalisées afin de conforter encore les résultats obtenus et surtout afin de comprendre au mieux le comportement mécanique des aciers lors de la mise en forme par thixoforgeage.

Il a été mis en évidence que la loi de comportement de Norton-Hoff, utilisée lors des simulations numériques sous le logiciel Forge2 dans le cas de l'indentation et du filage axial, n'est pas adaptée à la description du comportement global des semi-solides. Il est donc nécessaire d'implémenter dans le logiciel une loi plus proche du comportement des matériaux semi-solides lors de la mise en forme afin d'obtenir lors des simulations, des prédictions aussi proches que possibles de la réalité lors de la mise en forme par thixoforgeage.

14 Références bibliographiques

[ABD00] Abdelfattah S., Robelet M., Rasilli A., Bobadilla M., *Thixoforming of steels-inductive reheating and basic investigations*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp283-288.

[BAQ72]Baqué, *Filage à chaud non lubrifié des métaux*, rapport intérieur 002, ENSTA-ENSMP Groupe commun de recherche mise en forme des matériaux, 1972.

[BAQ74] Baqué, *Filage à chaud non lubrifié des métaux*, rapport intérieur 028, ENSTA-ENSMP Groupe commun de recherche mise en forme des matériaux, 1972.

[BER81] Berveiller M., Zaoui A., *A simplified self-consistent scheme for the plasticity of two phase metals*, Res. Mec. Letters, 1, 3, 1981, pp119-124.

[BIG99] Bigot R., Favier V., *Identification des paramètres rhéologiques par essais d'indentation*, 14éme Congrès Français de Mécanique, AUM-AFM, Toulouse, 30 août - 3 septembre, 1999, pp187-193.

[CHO01] Chomel P., *Sélection des matériaux métalliques - Familles de matériaux,* Tech. Ing., BAD, BM5071, 2001

[DEL83] Delwasse A., *Etain et alliages d'étain,* Tech. Ing., MB, M520, 1983.

[GAV98] Gavrus A., Massoni E., Chenot J.L., *Identification du comportement rhéologique par analyse inverse*, Revue européenne des éléments finis, 7, 1-2-3, 1998, pp23-38.

[GUL00] Gullo G.C., Steinhoff K., Uggowitzer P.J., *Microstructural changes during reheating of semi-solid alloy AA6082, modified with barium*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp367-372.

[HOG00] Hogg S.C., Kapranos P., Atkinson H.V., *Silicon networks in aluminium-high silicon alloys and their effect on semi-solid processing*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp241-246.

[JOL76] Joly P.A., Mehrabian R., *The rheology of a partially solid alloy*, J. Mat. Sci., 11, 1976, pp.1393-1418.

[KAN99] Kang C.G., Choi J.S., Kim K.H., *The effect of strain rate on maroscopic behavior in the compression forming of semi-solid aluminium alloy*, J. Mat. Proc. Tech, 88, 1999, pp159-168.

[KAP01] Kapranos P., Liu T.Y., Atkinson H.V., Kirkwood D.H., *Investigation into the rapid compression of semi-solid alloy slugs*, J. of Mat. Proc. Tech., 111, 2001, pp31-36.

[LAX80] Laxmanan V., Flemings M.C., *Deformation of semi-solid Sn-15 pct Pb alloy*, Metall. Trans. A, 11A, 1980, pp.1927-1937.

[LUC84] Lucas L.D., *Viscosité des principaux métaux et métalloïdes*, Tech. Ing., MB1, M66, 1984

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

[SUE82] Suery M., Flemings M.C., *Effect of strain rate on deformation behavior of semi-solid dendritic alloys*, Met. Trans. A, 13, 1982, pp1809-1819.

[VAL92] Valette-Brives E., *Mise en forme d'aciers à l'état semi-solide : étude expérimentale et modélisation*, Thèse, Novembre 1992

[VAL98] Valer J., Saint Antonin F., Meneses P., Suery M., *Influence of processing on microstructure and semi-solid behavior of Al-Ge alloys*, 5th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Juin 1998.

[VIC95] P. Vicente-Hernandez, F. Decultieux, P. Schmidt, I. L. Svensson, C. Levaillant**,** *Mushy State Behavior: Rheological Characterization and Influence on Air Gap Formation***,** ISIJ Int., 35, 6, 1995, pp805-812.

[WOL02] Wolf A., Baur J., Gullo G.C., *Thixoforging*, 17. International Forging Congress,Euroforge, 2002, pp405-427.

Modélisation micro-macro du comportement isotherme et stationnaire des semi-solides

1 INTRODUCTION 107

2 LES MODELES DE LA LITTERATURE 109

2.1 INTRODUCTION 109
2.2 MODELES BASES SUR LA MECANIQUE DES SOLS 109
2.2.1 Présentation de divers modèles 109
2.2.2 Tableau récapitulatif 114
2.3 MODELES TRAITANT DE L'ECOULEMENT DES SUSPENSIONS 115
2.3.1 Rhéologie 115
2.3.2 Présentation de divers modèles 118
2.3.3 Tableaux récapitulatifs 126
2.4 MODELES A VARIABLE INTERNE 127
2.4.1 Présentation de divers modèles 128
2.4.2 Tableau récapitulatif 133
2.5 CONCLUSION 134

3 MODELISATION MICRO-MACRO : MODELE TROIS PHASES 135

3.1 INTRODUCTION 135
3.2 PRINCIPE DE LA MODELISATION MICRO-MACRO 136
3.2.1 Représentation géométrique et mécanique du matériau 137
3.2.2 Description du motif morphologique représentatif 138
3.2.3 Localisation 138
3.2.4 Homogénéisation 142
3.2.5 Cas d'un comportement viscoplastique isotrope incompressible 142
3.2.6 Conclusion 143
3.3 MODELISATION TROIS PHASES DU COMPORTEMENT ISOTHERME ET STATIONNAIRE DES SEMI-SOLIDES 144
3.3.1 Détermination du VER 145
3.3.2 Variable interne 149
3.3.3 Comportement local 152
3.3.4 Détermination de la viscosité effective du matériau semi-solide 153
3.4 CONFRONTATION MODELE/POINTS EXPERIMENTAUX 157
3.4.1 Confrontation modèle/Sn-15%Pb 157
3.4.2 Confrontation modèle / AZ91 165
3.4.3 Confrontation modèle / Aluminium 168
3.4.4 Confrontation modèle/acier 170
3.4.5 Discussion 173

4 CONCLUSION 177

5 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 178

15 Introduction

La modélisation du comportement des matériaux semi-solides, validée par une confrontation aux mesures expérimentales, est une étape essentielle à la compréhension et à la prédiction du procédé de mise en forme par thixoformage.

Dans la littérature, plusieurs modèles sont déjà proposés. Ils sont en général basés sur la mécanique des sols, assimilant le semi-solide à un squelette dendritique poreux saturé en liquide, ou traitent des suspensions solides dans une matrice liquide. La première partie de ce chapitre propose ainsi une revue non exhaustive de ces modèles.

Nous avons voulu développer un nouveau modèle capable :

- d'apporter une contribution à la compréhension du rôle mécanique des phases liquide et solide
- de décrire le comportement isotherme et stationnaire des semi-solides dans une large gamme de vitesses de déformation allant d'un comportement de type solide vers un comportement de type liquide à l'aide d'une seule loi
- d'être utilisé facilement dans un code d'éléments finis

Afin d'atteindre ces objectifs, des outils de micromécanique ont été utilisés. L'approche a été faite en passant par trois étapes : la détermination d'un motif morphologique représentatif, la localisation et l'homogénéisation. Ces trois étapes sont détaillées dans ce chapitre dans un premier temps dans le cas général, puis dans un second temps dans le cas du modèle proposé.

L'originalité du modèle repose sur deux points. Le premier est l'application du concept de l'inclusion enrobée au modèle trois phases [CHR79, CHER94, BER95] à la représentation morphologique et mécanique du semi-solide. Le second est l'introduction d'une distribution

bimodale des phases solide et liquide. Nous avons voulu individualiser les rôles du liquide « piégé » et du liquide « libre » ainsi que du solide « en grain » et du solide constituant les pontages (voir chapitre I, notion de fraction de solide effective). Avec la déformation, la répartition des phases varie. Cette évolution de la distribution bimodale vient naturellement avec l'introduction d'une variable interne capable de prendre en compte cette évolution.

Comme nous l'avons précisé plus haut, la première partie de ce chapitre présente une revue non exhaustive des modèles de la littérature traitant du comportement des semi-solides. La seconde partie traite, dans un premier temps, des principes de la modélisation micro-macro, et dans un second temps ces principes sont appliqués aux semi-solides afin de développer un nouveau modèle. Dans une dernière partie, le modèle présenté est appliqué en premier lieu aux alliages bas point de fusion tels qu'un alliage de Plomb-Etain, un alliage de magnésium et un alliage d'aluminium avant d'être appliqué à l'acier. Les résultats de ces confrontations sont d'abord exposés avant d'être discutés.

16 Les modèles de la littérature

16.1 Introduction

Dans cette partie, divers travaux issus de la littérature et traitant du comportement rhéologique des matériaux biphasés sont présentés. Ces modèles sont classés selon trois grandes familles : les modèles considérant le matériau comme un squelette solide poreux, comme une matrice liquide comportant des suspensions solides, ou encore les modèles faisant intervenir une variable interne souvent dépendante de la cinétique d'agglomération et de désagglomération.

16.2 Modèles basés sur la mécanique des sols

En ce qui concerne les modèles basés sur la mécanique des sols, la phase solide est traitée comme un squelette poreux viscoplastique gouvernant les propriétés du semi-solide. En général, une déformation hétérogène du matériau accompagnée de phénomènes de ségrégation liquide est observée. Des auteurs tels que Secondé [SEC84,SEC84a], Charreyron et Flemings [CHA85], Lalli [LAL85], Toyoshima et Takahashi [TOY91], Gunasekera [GUN92], Nguyen et al [NGU94, NGU91], Modigell et al [MOD98, MOD99], Burgos et Alexandrou [BUR98], Gébelin et al [GEB99, GEB00, GEB00a] ont développé des modèles basés sur une phase solide poreuse saturée de liquide.

16.2.1 Présentation de divers modèles

Secondé [SEC84] considère la déformation de la matrice solide et l'écoulement de la phase liquide induite par celle-ci. La pression interstitielle modifiant la contrainte effective dans la

matrice solide est déterminée à partir de la loi de Darcy, exprimant l'écoulement du liquide au travers du squelette solide dendritique, et de l'équation de conservation de masse de la phase liquide. Secondé [SEC84] utilise le critère de plasticité de Shima et Oyane [SHI76] et en particulier les deux fonctions f et f'qui sont des fonctions scalaires de la fraction de solide pour traduire le comportement viscoplastique incompressible du squelette dendritique.

La fonction f traduisant l'influence de la composante hydrostatique du tenseur des contraintes s'écrit sous la forme :

$$f = 0.2(1 - f_s)^{-m(\dot{T})}$$

avec $m(\dot{T})$ variable de la structure initiale de l'alliage

$\dot{T}$ la vitesse de refroidissement au cours d'élaboration de l'alliage

La forme de l'expression de f a été choisie arbitrairement analogue à celle que Shima et Oyane [SHI76] et Charreyron [CHA85] ont déterminée expérimentalement. Il en est de même de la fonction f' qui s'écrit :

$$f' = (f_s)^{n(\dot{T})}$$

avec $n(\dot{T})$ variable dépendant de la taille de la structure

$\dot{T}$ la vitesse de refroidissement au cours d'élaboration de l'alliage

Les valeurs de $m(\dot{T})$ et de $n(\dot{T})$ sont évaluées expérimentalement pour différentes vitesses de refroidissement : $m(\dot{T})$ par ajustement des mesures expérimentales des profils de distribution radiale du liquide (essais de filtration), $n(\dot{T})$ grâce à des essais de compression simple sur un alliage de Sn-15%Pb.

Les fonctions f et f' ne sont pas très représentatives de la réalité car elles sont uniquement exprimées en fonction de la fraction volumique de solide pour une microstructure initiale du

matériau donnée. En effet, selon Suéry et Flemings [SUE82] l'évolution de la configuration microstructurale de la phase solide, due à la destruction du squelette dendritique au cours de la déformation, n'est pas négligeable. Ce phénomène affecte les valeurs de f et f'.

Le critère de plasticité de Shima et Oyane s'écrit :

$$F = \frac{1}{f'}\left[3J_2 + \left(\frac{I_1}{3f}\right)^2\right]^{\frac{1}{2}}$$

avec $I_1 = \mathrm{tr}(\sigma_{ij}^s)$

$$J_2 = \frac{1}{2}\mathrm{tr}(S_{ij}^s : S_{ij}^s) \text{ avec } S_{ij}^s = \sigma_{ij}^s - (\frac{I_1}{3})\underline{\underline{1}}$$

Si $F<\sigma_0$, la contrainte d'écoulement du matériau dense, il n'y a pas d'écoulement

Si $F=\sigma_0$, la contrainte d'écoulement du matériau dense, il y a écoulement plastique

En 1985, Charreyron et Flemings [CHA85] s'intéressent également au phénomène d'expulsion de la phase liquide mis en évidence par Suéry et Flemings [SUE82]. La déformation d'un alliage semi-solide à structure dendritique est considérée pour cette modélisation. Les auteurs font alors deux hypothèses. La première consiste à négliger la pression interstitielle du liquide dans le domaine des faibles vitesses. Ainsi celui-ci n'intervient pas sur la résistance mécanique globale. La seconde hypothèse consiste à associer l'alliage semi-solide à un milieu monophasé au comportement viscoplastique. Pour ce faire, les auteurs utilisent le formalisme de Shima et Oyane [SHI76] proposé en plasticité. Le critère se met sous la forme :

$$\frac{J_1^2}{9f^2} + 3J_2' = (f'\sigma_o)^2$$

avec J_1 premier invariant du tenseur des contraintes

$J_2^{'}$ deuxième invariant du déviateur des contraintes

σ_o contrainte d'écoulement du matériau solide constituant le squelette

f et f' : fonction de la densité relative du solide

Afin de prendre en compte le caractère viscoplastique du réseau solide, σ_o, la contrainte d'écoulement du matériau solide constituant le squelette, est remplacée par :

$\sigma_o = K\dot{\varepsilon}^m$ avec m=0.23 et K fonction de la température

Afin de déterminer les différents paramètres, les auteurs réalisent des essais de compression uniaxiale et des essais de filtration sur des lopins de Sn-15%Pb dendritiques à une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} = 1.3 * 10^{-2} s^{-1}$:

$f = 0.2(1 - f^s)^{-0.9}$

$f' = f^{s\,3.2}$

$\sigma_o = 13.1 \text{MPa}$

Grâce aux équations ci-dessus et aux équations d'équilibre et de conservation de la masse, le comportement mécanique de la matrice solide est :

$-\frac{\partial f^s}{\partial t} = \frac{\partial f^l}{\partial t} = \text{div}(f^s \vec{V}^s)$ avec $\vec{V}^s$ vecteur déplacement de la phase solide

La modèle proposé par Lalli [LAL85] est un modèle de type unidirectionnel axisymétrique isotherme appliqué à une structure dendritique. Même si l'auteur utilise la même approche que Secondé [SEC84], il se base non plus sur le critère de plasticité de Shima et Oyane [SHI76] mais sur celui de Kuhn et Downey [KUH71]. Les équations définissant la rhéologie de la phase solide sont quasi identiques à celles proposées par Charreyron et Flemings [CHA85].

La grande différence est que l'auteur introduit en plus dans sa modélisation un terme d'interactions mécaniques entre la phase liquide et la phase solide. Lalli [LAL85] a introduit son modèle dans un code d'éléments finis afin d'identifier l'influence des divers paramètres sur le comportement.

Le modèle développé par Nguyen et al [NGU91, NGU94] est basé sur le critère de plasticité de Abouaf et Chenot [ABO86]. C'est un modèle thermo-mécanique du comportement des matériaux à l'état semi-solide basé sur plusieurs hypothèses fondamentales :

- Chacune des phases solide et liquide est complètement connectée
- La viscoplasticité est le seul mécanisme physique susceptible de provoquer un déformation macroscopique de la matrice solide
- Le comportement isotrope de la matrice solide est conservé tout au long du processus de déformation
- La variation de la température du mélange solide-liquide est considérée uniquement dans l'intervalle de solidification

Le système semi-solide est considéré comme un milieu poreux saturé de liquide mais la grande différence avec les modèles précédents est que la matrice solide n'est plus dendritique mais composée de grains quasi globulaires de même taille.

Ce modèle peut être appliqué à des semi-solides à phase solide dendritique en intervenant sur les paramètres A(fs) et B(fs) apparaissant dans l'expression de la contrainte équivalente et de la perméabilité de la matrice solide :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\varepsilon}_{éq}}{\sigma_{éq}}\left[\frac{A}{2}\underline{\sigma^*} + \frac{6B - A}{2}\underline{\sigma^*_m 1}\right]$$

avec $\underline{\sigma^*_m}$ la contrainte moyenne effective appliquée

$\underline{\sigma^*}$ la contrainte effective.

Les fonctions $A = \frac{3}{f^{sa}}$ et $B = \alpha(\frac{1}{f^{sb} - 1})$, dépendantes de la fraction de solide, sont identifiées par des essais de compression simple et des essais de filtration. Les auteurs développent également un essai de compression triaxiale drainée afin de valider leur modèle sur des alliages de Sn-15%Pb et A356 à structures globulaires et dendritiques (exemple pour un A356, α=0.009, a=6.47 et b=6.94).

Geindreau et Auriault [GEI00] considèrent le matériau comme un milieu poreux saturé en liquide mais utilisent une approche totalement différente des précédentes. Ils supposent les conditions isothermes, considèrent le régime permanent et appliquent une méthode de transition d'échelles basée sur la méthode d'homogénéisation pour les structures périodiques ([BEN78], [SAN80]). Ils montrent alors que le comportement du matériau semi-solide peut être de trois types : comportement deux phases, comportement une phase avec influence de la pression du fluide ou encore comportement une phase avec influence de la viscosité du fluide, dépendant des contrastes entre les propriétés mécaniques des phases liquide et solide.

16.2.2 Tableau récapitulatif

Pour des fractions de solide supérieures à 0.6 (fs>0.6), la modélisation par la mécanique des sols semble bien adaptée. En effet, pour de telles fractions de solide, un squelette solide existe et donc le comportement du semi-solide est directement lié au degré de

cohésion du réseau solide. Avec la mécanique des sols, la ségrégation du liquide peut être prise en compte, de même que l'hétérogénéité de l'écoulement et la perméabilité du matériau. Par contre, la mécanique des sols n'est pas adaptée à la description du comportement des semi-solides dans le cas d'amas isolés de solide. Le **tableau 1** réunit les divers modèles cités ci-dessus en précisant dans chaque cas le critère de plasticité employé ainsi que la microstructure à laquelle s'applique le modèle.

Auteurs	**Critère**	**Microstructure**
Secondé [SEC84]	Shima et Oyane [SHI76]	dendritique
Charreyron et Flemings [CHA85]	Shima et Oyane [SHI76]	dendritique
Lalli [LAL85]	Kuhn et Downey [KUH71]	dendritique
Nguyen et al [NGU91, NGU94]	Abouaf et Chenot [ABO86]	dendritique et globulaire
Geindreau et Auriault [GEI00]	Méthode de transition d'échelles	

Tableau 1 : Divers modèles basés sur la mécanique des sols

16.3 Modèles traitant de l'écoulement des suspensions

16.3.1 Rhéologie

La première méthode pour déterminer la viscosité d'une suspension consiste à prendre en compte la fraction de solide fs, à faire varier divers paramètres (taille et distribution granulométriques, morphologie des particules solides, degré d'interaction des particules entre elles) en fonction de fs et à utiliser des lois classiques (puissance, Bingham, …). Cependant une dépendance exponentielle des paramètres avec la fraction de solide du type $\alpha\exp(\beta f_s)$ est

souvent obtenue expérimentalement. Ainsi les modèles classiques pouvant être appliqués à l'étude des suspensions sont cités ci-dessous.

16.3.1.1 Loi puissance

Avec ce type de loi, l'écoulement peut être newtonien (n=1), pseudoplastique (n<1) ou dilatant (n>1) :

$$\eta_{app} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = K\dot{\gamma}^{n-1} \text{ avec } \tau = K\dot{\gamma}^{n}$$

Ce modèle n'est plus valide pour les valeurs extrêmes de la vitesse de cisaillement, $\dot{\gamma}$, c'est-à-dire : par exemple pour n<1, $\eta_{app} \to \infty$ si $\dot{\gamma} \to 0$ et $\eta_{app} \to 0$ si $\dot{\gamma} \to \infty$.

16.3.1.2 Loi de type Hershel-Bulkley

Cette loi est une généralisation de la loi puissance et tout comme cette dernière n'est pas valable pour les valeurs extrêmes de la vitesse de cisaillement, $\dot{\gamma}$.

$$\eta_{app} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\tau_o}{\dot{\gamma}} + K\dot{\gamma}^{n-1} \text{ avec } \tau = \tau_o + K\dot{\gamma}^{n}$$

τ_o est la contrainte seuil d'écoulement

16.3.1.3 Loi de type Bingham

De part sa formulation, cette loi est une fonction linéaire du taux de cisaillement, or ceci n'est pas le cas pour un grand nombre de suspensions.

$$\eta_{app} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\tau_o}{\dot{\gamma}} + \eta_\infty \text{ avec } \tau = \tau_o + \eta_\infty \dot{\gamma}$$

η_∞ est la viscosité limite

16.3.2 Présentation de divers modèles

Einstein [EIN06, EIN11] fut l'un des premiers à développer un modèle pour des suspensions colloïdales. Ce modèle permet de relier la viscosité de la suspension à la viscosité du liquide μ_l et à la fraction volumique de solide f_s :

$$\mu = \mu_l(1 + 2.5f_s)$$

avec μ : viscosité de la suspension

μ_l : viscosité du liquide

f_s : fraction de solide

Les interactions entre les particules ne sont pas prises en compte dans ce modèle ce qui limite sa validité aux faibles fractions de solides (f_s <0.1) malgré le fait que Batchelor et Green [BAT72,BAT72a] ont rajouté un terme en f_s^2 afin d'élargir ce domaine de validité :

$$\mu = \mu_l(1 + 2.5f_s + 10.05f_s^2)$$

Le liquide emprisonné par la collision de deux sphères (doublet) est pris en compte par le modèle de Vand [VAN49] qui reste lui aussi valable pour des fractions de solide comprises entre 0.1 et 0.3 :

$$\mu = \mu_l \exp((2.5f_s + 2.7f_s^2)/(1 - 0.609f_s))$$

Thomas [THO65] a encore ajouté un terme en exponentielle au modèle proposé par Batchelor et Green [BAT72, BAT72a] dans le but de décrire une plus large gamme de concentration.

$$\mu = \mu_l(1 + 2.5f_s + 10.05f_s^2 + 2.73 * 10^{-3} \exp(16.6f_s))$$

Ce nouveau terme permet de décrire la forte augmentation de la viscosité des suspensions pour des f_s variant de 0.1 à 0.5. Il faut noter que le dernier terme de l'équation de Thomas [THO65] se mettant sous la forme $Aexp(Bf_s)$ devient la contribution majeure à l'évaluation de la viscosité dès que la fraction de solide dépasse 0.25.

Des modèles appelés "modèles divergent en f_{smax}" font alors leur apparition. La notion de viscosité n'a plus de sens quand la fraction de solide f_s atteint la fraction d'empilement compact aléatoire f_{smax} (Random Close Packing). La fraction d'empilement maximale est dépendante de la forme et de la distribution de taille des particules. Krieger et al[KRI59] proposent un modèle utilisant une fonction divergente en f_{smax} :

$$\mu = \mu_1 (1 - \frac{f_s}{f_{smax}})^{-2.5 f_{smax}}$$

Dans le cas où f_{smax} =0.8, le modèle de Krieger et al [KRI59] tend vers le modèle d'Einstein pour des faibles fractions de solide.

D'autres auteurs tels que Frankel et Acrivos [FRA67] ou Mori et Ototake [MOR56] ont encore utilisé des fonctions divergentes en f_{smax}

$$\mu = \mu_1 \frac{9}{8}\left[1 - \left(\frac{f_s}{f_{smax}}\right)^{\frac{1}{3}}\right]^{-1} \quad \text{[FRAN67]}$$

$$\mu = \mu_1 \left[1 + \frac{\bar{d} S_v}{2\left(\frac{1}{f_s} - \frac{1}{f_{smax}}\right)}\right] \text{[MOR56]}$$

Ces deux modèles sont valables pour des suspensions relativement concentrées (>0.35). La fraction d'empilement maximum f_{smax} est dépendante du type d'empilement que les particules sphériques sont censées prendre. Pour un arrangement de type cubique f_{smax} = 0.525, pour un

arrangement de type cubique face centrée $f_{smax} = 0.74$ et pour un arrangement aléatoire $f_{smax} = 0.625$. Le terme $\bar{d}S_v$ apparaissant dans le modèle de Mori et Ototake [MOR56] et correspondant au produit du diamètre moyen par la surface spécifique permet de déterminer la viscosité d'une suspension de particules pluridimensionnelles.

Dans tous les modèles précédents, l'évolution de la structure n'est pas prise en compte. En effet, le seul paramètre intervenant dans les équations est la fraction de solide, or ceci est insuffisant pour décrire le comportement des suspensions à caractère rhéofluidifiant (diminution de la viscosité apparente lorsque la vitesse de cisaillement appliquée augmente). En 1985 apparaît la notion de fraction volumique effective ce qui permet de prendre en compte le liquide emprisonné, au milieu d'un agrégat de particules solides par exemple, qui ne participe pas à l'écoulement. C'est ainsi que Quemada [QUE85] reprend la formulation de Krieger et al [KRI59] et remplace la fraction de solide f_s par la fraction volumique de solide effective f_{eff} :

$$\mu = \mu_l \left(1 - \frac{f_{eff}}{f_{smax}}\right)^{-2.5 f_{smax}}$$

C'est donc la fraction volumique effective, déterminée à partir des conditions de solidification, qui va « contrôler » la valeur de la viscosité. Dans le cas d'une suspension composée de particules sphériques, f_{eff} est environ équivalente à f_s, par contre, dans le cas d'une suspension d'agglomérats à structure plus ou moins ouverte, f_{eff} peut être largement supérieure à f_s ce qui entraîne une augmentation de la viscosité.

En 1992, Ito et Flemings [ITO92] développent un modèle en se basant sur le principe de fraction volumique effective développé par Quemada [QUE85] qu'ils considèrent comme étant un paramètre essentiel à la description de la structure des suspensions à l'état stationnaire. Suite à de nombreuses études métallographiques par coupe (**figure 2**) sur des

alliages d'aluminium, les auteurs parviennent à faire une reconstitution 3D d'agglomérats résultant d'une solidification sous cisaillement. Ils estiment alors la fraction de solide s et la fraction de liquide emprisonné e, ce qui leur permet d'évaluer la fraction volumique effective :

$$f_{eff} = f_s\left(1+\frac{e}{s}\right)$$

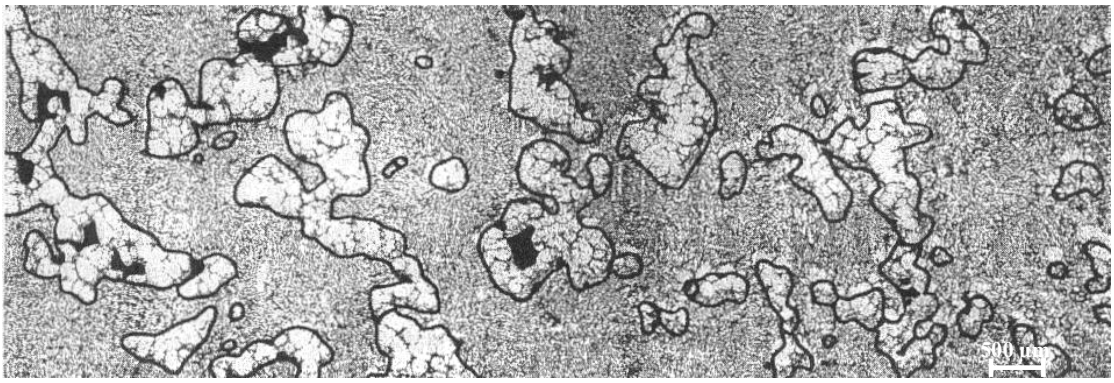


Figure 2 : Micrographie délimitant les zones de liquide emprisonné à l'intérieur des agglomérats par un trait sombre [ITO92]

Une approche de type comportement pseudoplastique a été également mise en avant par des auteurs tels que Joly et Mehrabian [JOL76], Laxmanan et Flemings [LAX80], Lehuy et al [LEH85], Kattamis et Piccone [KAT 91], Turng et Wang [TUR91] ou encore Nan et al [NAN90]. Ces différents modèles s'appuient sur une loi de type puissance.

Joly et Mehrabian [JOL76] ont identifié l'évolution de la viscosité en fonction de la fraction de solide, la relation proposée, s'identifiant au dernier terme du modèle de Thomas [THO65], se met sous la forme :

$$\mu = A\exp(Bf_s)$$

avec : f_s : fraction volumique de solide

A et B : paramètres dépendant de la vitesse de refroidissement durant de la solidification dont les valeurs ont été déterminées expérimentalement en viscosimètre de

Couette sur un alliage de Sn-15%Pb pour des vitesses de cisaillement allant de 115 s^{-1} à 750 s^{-1} et des fractions de solides comprises entre 0.2 et 0.6 (exemples pour une vitesse de cisaillement de 750 s^{-1}, les paramètres A et B prennent respectivement les valeurs, pour une vitesse de refroidissement de 0.33°C/min, 0.07 et 7.36 et pour une vitesse de refroidissement de 25°C/min, 0.005 et 17.58).

Joly et Mehrabian [JOL76] ont également établi une relation entre la viscosité apparente et la vitesse de cisaillement pour une vitesse de brassage initiale et une température donnée :

$$\mu = k\dot{\gamma}^n$$

Les auteurs ont déterminé expérimentalement les valeurs des paramètres k et n qui sont dépendant, comme le montre le **tableau 3** de la fraction de solide, de la vitesse de cisaillement et de la vitesse de brassage initiale

Fraction de solide	0.45	0.45	0.45	0.5	0.5
Vitesse de brassage initiale (s^{-1})	115	115	350	115	230
k	380	63	55	830	100
n	-0.82	-0.3	-0.44	-0.7	-0.34
Vitesse de cisaillement (s^{-1})	10 à 40	40 à 400	100 à 400	30 à 300	110 à 250

Tableau 3 : Détermination expérimentale des paramètres k et n [JOL76]

A la suite d'essais de compression à faibles vitesses de déformation (10^{-5} à 10^{-1} s^{-1}) sur un alliage Sn-15%Pb non dendritique pour des fractions de solide comprises entre 0.3 et 0.6, Laxmanan et Flemings [LAX80] ont identifié une loi de comportement pseudoplastique de la forme :

$$\mu = A\exp(Bf_s)\dot{\gamma}^{(Cf_s+D)}$$

avec A=10.5, B=20.6, C=1.78 et D=-1.39.

La même formulation est reprise par Loué [LOU92] ainsi que par Suéry et Flemings[SUE82] en 1982 qui identifient les paramètres A, B, C, D apparaissant dans l 'équation de la viscosité apparente. Ainsi, $A=3.8*10^5$, B=4.2, C=0 et D=-0.77. L'identification de ces paramètres a été faite à partir d'essais de compression entre plateaux parallèles ($1.3*10^{-3}$ à $1.2*10^3$ s^{-1}) sur des lopins cylindriques de Sn-15% pour une fraction de solide égale à 0.63.

Lehuy et al [LEH85] utilisent eux aussi la même relation que Joly et Mehrabian [JOL76] en terme de consistance mais les paramètres A et B apparaissant dans l'expression de μ deviennent dépendant du taux de cisaillement et non plus de la solidification. L'identification des paramètres est faite sur un alliage ZA-27 en viscosimètre.

En 1996, Quaak et al [QUA96] identifient les termes A et B apparaissant dans la formulation de Joly et Mehrabian [JOL76] et prenant $A=\mu_l$ (afin que la formule reste valable pour une fraction de solide tendant vers 0) et B=15 pour des alliages semi-solides.

Des modèles plus riches physiquement se développent également. Ils font intervenir d'autres paramètres microstructuraux tels que la taille de grains par exemple.

Nan et al [NAN90] considèrent la dissipation d'énergie due à la déformation plastique de la phase solide :

$$\mu = \mu_l \left[1 + C_1 \frac{\overline{\Delta\sigma} f_s^2 \dot{\gamma}^{m-1}}{\overline{R}_0 \dot{\gamma}_c^m} + C_2 \frac{\left(\frac{f_s}{f_s^*}\right)^{\frac{1}{3}}}{1 - \left(\frac{f_s}{f_s^*}\right)^{\frac{1}{3}}} \right]$$

avec $\overline{\Delta\sigma}$ la tendance à l'agglomération, $\overline{R_0}$ la taille moyenne des particules, $\dot{\gamma}_c$ le taux de cisaillement critique au-delà duquel toutes les particules sont isolées, f_s^* la fraction de solide critique au-delà de laquelle la gelée perd sa fluidité, μ_1 viscosité de la phase liquide, C_1 et C_2 coefficients à déterminer, m sensibilité au taux de cisaillement compris entre 0 et 1.

Pour les valeurs extrêmes de m, un comportement de type Bingham ou newtonien se retrouve.

Dans l'équation de Nan et al [NAN90], le premier terme correspond à la dissipation visqueuse du liquide, le deuxième terme représente la rupture des agglomérats solides et le troisième évalue la dissipation hydrodynamiqe des particules solides en suspension.

Dans le modèle de Turng et Wang [TUR91], l'effet de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ sur la viscosité est également pris en compte :

$$\mu = \left(\frac{1-f_s}{f_s^*}\right)^{-m(\dot{\gamma})} \mu_\infty(f_s)\left[1+\left(\frac{\dot{\gamma}^*(f_d)}{\dot{\gamma}}\right)^a\right]^{\frac{n}{a}}$$

avec f_s^* fraction solide critique au-delà de laquelle la viscosité tend vers l'infini

$\mu_\infty(f_s)$ valeur asymptotique de la viscosité à taux de cisaillement infini

$\dot{\gamma}^*(f_s)$ taux de cisaillement de transition entre les régions de comportement newtonien et pseudo-plastique

Le premier terme de cette équation est un facteur empirique permettant de compenser la différence entre la viscosité en cours de solidification et celle en régime stationnaire. Ce terme viendra même à disparaître car une tendance asymptotique est observée aux taux de cisaillement élevés, ce qui permet de réécrire l'équation précédente sous la forme :

$$\mu = \mu_\infty(f_s)\left[1+\left(\frac{\dot\gamma^*(f_d)}{\dot\gamma}\right)^a\right]^{\frac{n}{a}}$$

avec $\mu_\infty(f_s) = A\exp(Bf_s)$

$\dot\gamma^*(f_s) = C\exp(Df_s)$

Le modèle de Kattamis et Piccone [KAT91] prend en compte les effets microstructuraux (géométrie des particules) et la déformation plastique de la phase solide. Suite à des essais réalisés sur un alliage d'aluminium, la théorie des suspensions est employée afin de mettre en relation la viscosité et les changements structuraux mais pour des fractions de solide inférieures à 0.5 :

$$\mu = \mu_l\left[1+\frac{f_s^* f_s\left(\frac{S_v}{S_{v0}}\right)\left(\frac{\bar d}{\bar d_0}\right)}{f_s^* - f_s} + 2.03*10^4 f_s(\dot\gamma)^{-0.727}\right]$$

Le deuxième terme de cette formulation se retrouve plus ou moins dans le modèle proposé par Hirai et al [HIR93]. Ces derniers prennent en compte la morphologie de la phase primaire en se basant sur le modèle développé par Mori et Ototake [MOR56] :

$$\mu = \mu_l\left(1+\frac{\bar d S_v}{2\left(\frac{1}{f_s}-\frac{1}{f_s^*}\right)}\right)$$

avec $\bar d$ diamètre moyen des particules

S_v surface spécifique de Carman (rapport entre la surface de l'interface solide-liquide sur le volume de la phase solide)

f_s^* fraction solide critique

Tous les modèles présentés ci-dessus sont basés sur une loi puissance. Ils sont développés dans le cadre de suspensions solides dans une phase liquide. Leur formulation reste empirique et ne permet d'avoir qu'une première approximation du comportement des semi-solides. En effet, l'évolution de la microstructure n'est généralement pas prise en compte : seule la fraction de solide fait le lien avec la structure ce qui est bien sûr insuffisant. Il n'existe pas dans ces modèles, l'évolution de la microstructure avec le temps ou avec la vitesse de déformation.

16.3.3 Tableaux récapitulatifs

Les **tableaux 4** suivants permettent de faire un récapitulatif des différents modèles basés sur l'écoulement des suspensions vus ci-dessus.

Modèles empiriques	**Remarques**
Einstein [EIN06, EIN11]	Pour suspensions colloïdales Intéraction entres particules non prise en compte Pour fractions de solide faibles (fs<0,1)
Batchelor et Green [BAT72]	Ajout d'un terme afin d'élargir domaine de validité Mais reste pour fractions de solide<0,1
Vand [VAN49]	Prise en compte du liquide emprisonné entre 2 sphères Pour fractions de solide 0,1<fs<0,3
Thomas [THO65]	Ajout d'un terme en exponentielle afin de décrire plus large gamme de concentration Pour fractions de solide 0,1<fs<0,5

Modèles divergents en fsmax	**Remarques**
Krieger et Dougherty [KRI59] Quemada [QUE85] Mori et Otolake [MOR56] Frankel et Acrivos [FRA67]	Comportement décrit par la et fraction d'empilement fsmax Valables pour suspensions relativement élevées fsmax de départ dépendants du type d'empilement des particules sphériques Pour fractions de solide >0,35

Modèle avec fraction volumique de solide effective	**Remarques**
Ito et Flemings [ITO92]	Prend en compte l'évolution de la structure Evaluation de la fraction de solide jouant un rôle dans la déformation et de la fraction de liquide emprisonnée

Modèles en $A\exp Bfs\dot{\gamma}^{puissance}$	Remarques
Joly et Mehrabian [JOL76]	Viscosité liée à fs et à $\dot{\gamma}$ Pour fractions de solide 0,2<fs<0,6
Laxmanan et Flemings [LAX80]	Puissance dépendante de fs Pour fractions de solide 0,3<fs<0,6
Lehuy et al [LEH85]	A et B deviennent dépendants du taux de cisaillement et non plus de la solidification
Quaak et al [QUA96]	A devient égal à la viscosité du liquide Equation reste valable quand fraction de solide tend vers 0

Modèles plus riches physiquement	Remarques
Nan et al [NAN90]	Prend en compte la dissipation d'énergie due à la déformation plastique de la phase solide
Kattamis et Piccone [KAT91]	Prend en compte les effest microstructuraux et la déformation plastique de la phase solide
Hirai et al [HIR93]	Prend en compte la morphologie de la phase primaire

Tableaux 4 : tableaux récapitulatifs des modèles traitant des suspensions solides dans une matrice liquide

Les modèles tels que ceux de Krieger et al [KRI59] ou encore Frankel et Acrivos [FRA67] sont capables de décrire les suspensions de sphères dures non interactives. Par contre, la notion de fraction de solide effective, comme rencontrée dans le modèle de Quemada [QUE85], devient utile si l'on veut évaluer les effets de la structure suite à l'agrégation de particules solides. En ce qui concerne les modèles dans lesquels une loi de type exponentielle est employée, ils n'ont pas de base physique mais permettent de prendre en compte la structure dans le coefficient apparaissant dans l'exponentielle.

16.4 Modèles à variable interne

Comme nous l'avons vu précédemment dans le chapitre I, de nombreux auteurs se sont intéressés aux phénomènes d'agglomération et de désagglomération des particules solides auxquels le comportement thixotrope est associé [JOL76, LOU92, MAR95, VAL98, FLE91,

KAT91]. Une autre modélisation rhéologique basée sur ces mécanismes est alors développée. Ces modèles se caractérisent par l'introduction d'une variable interne ou sont basés sur le modèle de Cross [CROSS65, KUM92, KUM93, KUM94, MAR94, BUR98, WAH00, KIRK00].

16.4.1 Présentation de divers modèles

Mada et Ajersch [MAD96, MAD96a] se sont intéressés à l'équation suivante :

$$\mu(t) = \mu_e + (\mu_0 - \mu_e)\exp\left(-\frac{\dot{\gamma}_f}{a_1 + b_1\dot{\gamma}_f}t\right)$$

avec μ_0 la viscosité isostructurale

μ_e la viscosité à l'état d'équilibre

a_1 et b_1 des constantes

Elle décrit la relation entre la viscosité à un temps t et la vitesse de cisaillement après un saut dans le cas où les processus de désagglomération sont dominants. Si un temps de repos est imposé, les processus d'agglomération s'activent. Dans ce cas, l'évolution de la viscosité en fonction du temps de repos est donnée par l'équation suivante :

$$\dot{\mu}(t_r) = \mu_{agg} - (\mu_{agg} - \mu_e)\exp\left(-\frac{\dot{\gamma}_0}{a_2 + b_2\dot{\gamma}_0}t_r\right)$$

avec μ_{agg} la viscosité pour un état totalement aggloméré

a_2 et b_2 des constantes

Suite à diverses études, Kumar et al [KUM92, KUM93, KUM94] observent que la rhéologie des alliages à l'état semi-solide dépend de nombreux paramètres tels que la taille des particules solides, leur morphologie, leur distribution ou encore leur degré d'agglomération. De ce fait, ces auteurs ont également développé un modèle à variable interne reposant essentiellement sur la cinétique d'agglomération et de désagglomération de particules globulaires. En s'appuyant sur ces remarques microstructurales et en s'inspirant des travaux de Rice [RIC70] et de Frankel et Acrivos [FRA67], ils écrivent l'évolution de la viscosité sous la forme suivante :

$$\mu = A(s)\frac{\left(\frac{c}{c_{max}}\right)^{\frac{1}{3}}}{1-\left(\frac{c}{c_{max}}\right)^{\frac{1}{3}}}\mu_l + (n+1)C_0\exp\left(\frac{nQ}{RT}\right)f_s s\mu_l^{n+1}\dot{\gamma}^{n-1}$$

avec A(s) coefficient hydrodynamique dépendant de la morphologie de particules

$c = f_s(1+0.1s)$ fraction effective de solide prenant en compte le liquide piégé

c_{max} empilement effectif maximum (=0.64)

f_s fraction volumique de solide

μ_l viscosité du liquide

$\dot{\gamma}$ vitesse de cisaillement

$C_0\exp\left(\frac{nQ}{RT}\right)$ facteur dépendant de la température

n=4

s variable représentant le degré d'agglomération de la structure

L'équation d'évolution de la variable interne s s'écrit sous la forme d'une somme de deux fonctions : une fonction d'agglomération H(T, f_s), fonction de durcissement, représentant l'agglomération des particules et une fonction de désagglomération R(T, f_s), fonction d'adoucissement représentant la rupture des pontages particule-particule induite par le cisaillement :

$$\frac{ds}{dt} = H(T, f_s)(1 - s) - R(T, f_s)s\dot{\gamma}^n$$

L'expression de s à l'état d'équilibre, obtenue en annulant l'équation précédente est :

$$s = \frac{1}{1 + \frac{R(T, f_s)}{H(T, f_s)\dot{\gamma}^n}}$$

La variable interne prend une valeur comprise entre 0 (aucune agglomération) et 1 (totale agglomération).

Le modèle a été validé pour des fractions de solide inférieures à 0.6.

D'autres auteurs tels que Koke et al [KOK99] ou encore Burgos et Alexandrou[BUR99] ont utilisé dans leurs modèles le paramètre structural s en y ajoutant une contrainte d'écoulement seuil.

Modigell et al [MOD98] proposent un modèle prenant en compte le comportement de chacune des phases supposées incompressibles : le solide se comporte comme un fluide visqueux alors que le liquide s'écoule en obéissant à la loi de Darcy. Afin de prendre en compte les changements d'état d'agglomération, la viscosité de la phase solide est introduite comme variable interne :

$$\mu_s = K\exp(Bf_s)\kappa\dot{\gamma}^{m-1}$$

avec B la sensibilité de la viscosité à la fraction volumique de solide

et κ la variable interne de structure.

La loi d'évolution utilisée pour la variable interne est :

$$\frac{d\kappa}{dt} = c\left[\kappa_e(\dot{\gamma}) - \kappa\right]$$

avec κ_e valeur de la variable interne en régime permanent : $\kappa_e(\dot{\gamma}) = \frac{1}{(\alpha\dot{\gamma})^{m-n}}$

et c grandeur caractéristique : $c(\dot{\gamma}) = a\exp(b\dot{\gamma})$

L'inconvénient de ce modèle, comme dans beaucoup de modèles à variable interne, est qu'un très grand nombre de paramètres sont à déterminer.

Zavaliangos [ZAV98] développe un modèle deux phases dépendant de la vitesse de déformation et de la pression, valables pour les fortes fractions de solide (>0.5). Il considère le matériau comme un milieu poreux déformable saturé en liquide. La contrainte globale peut alors s'écrire à l'aide de deux composantes. La première composante représente la contrainte liée à la phase solide et la seconde composante est purement hydrostatique et représente la pression engendrée par la phase liquide. Ce modèle est en fait une interpolation des limites entre les matériaux totalement agglomérés, et les matériaux totalement désagglomérés. L'auteur introduit une variable interne afin de décrire le degré de cohésion du matériau. La démarche et identique à celle réalisée par Kumar et al [KUM93] ou encore par Martin et al [MAR96]. Mais cette variable ne dépend que de la fraction de solide et n'évolue pas avec la déformation. Elle est utilisée pour décrire la chute de « rigidité » du matériau avec une augmentation de la fraction de liquide.

En 2002, Fan et Chen [FAN02] décrivent le comportement des matériaux semi-solides en formulant un modèle basé également sur les changements de microstructure. Le semi-solide est considéré comme une matrice liquide dans laquelle des particules sphériques

solides interagissent entre elles. A un temps t donné, l'état d'agglomération est évalué en faisant intervenir un paramètre structural n. Ce paramètre est défini comme étant le nombre moyen de particules agglomérées. L'évolution de cette variable au cours du temps dépend des paramètres microstructuraux et des conditions d'écoulement, ce qui est traduit dans l'équation suivante :

$$\frac{1}{n(t)} = \frac{1}{n_e} + \left(\frac{1}{n_0} - \frac{1}{n_e}\right)\exp(-\lambda t)$$

avec n_0=n(0) la taille moyenne d'agglomération à t=0

n_e la taille moyenne d'agglomération à t=∞ (équilibre)

$$n_e = \frac{\pi d^3 K_d + 12\alpha_1 f_s^2 K_a}{\pi d^3 K_d - 6\alpha_2 f_s K_a}$$

$$\lambda = \frac{\pi d^3 K_d + 12\alpha_1 f_s^2 K_a}{\pi 2 d^3}$$

avec d taille des particules

f_s fraction de solide

$K_a = (d_1\dot{\gamma} + d_2)\frac{c}{c+\dot{\gamma}}$ et $K_d = d_3\dot{\gamma}$ les taux d'agglomération et de désagglomération

α_1 et α_2 des constantes

La viscosité μ du semi-solide peut alors s'exprimer en fonction de la variable interne n et de la fraction effective de solide f_{eff} :

$$\mu = \mu_0 (1 - f_{eff})^{-\frac{5}{2}}$$

avec $f_{eff} = \left(1 + \frac{n-1}{n} A\right) f_s$

où μ_0 la viscosité de la matrice liquide

A paramètre du modèle

L'évolution de la viscosité est directement reliée à la viscosité du liquide et à la fraction de solide effective.

Une identification des paramètres du modèle a été faite à partir de résultats expérimentaux de Turng et Wang [TUR91] et de Joly et Mehrabian [JOL76] pour A sur un alliage Sn-15%Pb (**tableau 5**).

A	α_1	α_2	d_1 mm^3	d_2 $mm^3 s^{-1}$	d_3	c s^{-1}
$3.395-4.96 f_{seff}$	0.02	-0.002	0.2542	0.001	$9.6607*10^{-4}$	0.1286

Tableau 5 : Identification des paramètres du modèle de Fan et Chen [FAN02] à partir des résultats expérimentaux de Turng et Wang [TUR91]

16.4.2 Tableau récapitulatif

Les modèles à variables internes sont plus complexes et permettent bien de décrire le comportement des semi-solides ; par contre les paramètres d'agglomérations ne sont pas liés à la structure et ces modèles comportent beaucoup de paramètres ajustables.

Modèles à variable interne	Remarques
Mada et Ajersch [MAD96, MAD96a]	Relation entre viscosité à un temps t et vitesse de cisaillement après un saut
Kumar et al [KUM92, KUM93, KUM94]	Cinétiques d'aggomération et de désagglomération dans paramètre structural s
Koke et al [KOK99] Burgos et Alexandrou [BUR99]	Paramètre structural s avec introduction d'une contrainte d'écoulement seuil
Modigell et al [MOD98]	Comportement de chacune des phases supposé incompressible Viscosité de la phase solide devient variable interne
Zavaliangos [ZAV98]	Paramètre structural assimilé au degré de cohésion Pour des fractions de solide >0,5
Fan et al [FAN02]	Paramètre strucural définissant le nombre moyen de particules agglomérées dépendant du temps et des conditions d'écoulement
Martin et al [MAR96]	Passage d'un modèle type milieu poreux pour un squelette solide fortement connecté à un modèle de type suspensions pour une phase solide non connectée à l'aide d'une variable interne non physique

Tableau 6 : Tableau récapitulatif des modèles à variable interne

16.5 Conclusion

La première famille de modèles envisageables pour nos matériaux assimile les matériaux semi-solides à des squelettes solides poreux fortement connectés dans lesquels s'écoule du liquide. Ces modèles sont basés sur la mécanique des sols. La phase solide est traitée comme un milieu poreux viscoplastique et par conséquent gouverne les propriétés du semi-solide. Une déformation hétérogène du matériau accompagnée de phénomènes de ségrégation liquide est généralement observée. Ce problème d'éjection de la phase liquide n'est pas souhaitable en thixoforgeage car il induit une grande hétérogénéité des propriétés dans les pièces. La seconde famille de modèles traitant des suspensions solides dans une matrice liquide ne fait appel qu'à des lois semi-empiriques reliant la viscosité à la vitesse de cisaillement. Le lien avec la microstructure est généralement décrit avec un seul paramètre qui est la fraction de solide. Or il est clair que ceci est insuffisant pour expliquer les différents types de réponses des semi-solides.

Plusieurs types de modélisation sont donc déjà proposés dans la littérature. Elles sont bien reliées au comportement des matériaux semi-solides mais souvent limitées au cas des

microstructures dendritiques déformées à faibles vitesses. De plus, peu de modèles prenant en considération la déformation des deux phases (solide et liquide) et la morphologie du matériau ont été développés. Or ceci ne semble pas convenir à la réalité puisque l'expérience montre que la structure la plus adéquate en terme de mise en forme à l'état semi-solide est la structure globulaire [ROU00, ROU00a] et qu'il est préférable d'atteindre des vitesses de déformation élevées. De plus, aucun des modèles précédents ne prend en compte l'évolution de la morphologie de la phase solide au cours de la déformation.

Il existe toutefois dans la littérature un autre type d'approche pour la modélisation du comportement des matériaux semi-solides faisant intervenir des variables internes décrivant l'évolution de la microstructure avec la vitesse de déformation. Ainsi, des auteurs se sont intéressés aux phénomènes d'agglomération et de désagglomération pour en déduire une modélisation rhéologique. Ces modèles font généralement intervenir une variable interne représentative du degré d'agglomération de la structure. Son évolution est fonction des conditions d'écoulement et des variables d'état.

Il semble donc nécessaire d'établir un nouveau modèle qui prendrait en compte le caractère biphasé du matériau et doncs la déformation propre de chaque phase, tout en se plaçant dans les conditions optimales pour le thixoforgeage, c'est à dire microstructure globulaire et en prenant en compte l'évolution de la phase solide.

17 Modélisation micro-macro : modèle trois phases

17.1 Introduction

Des relations liant l'évolution de la microstructure, le comportement de chaque phase, les interactions mécaniques entre les différents composants au comportement global du matériau

doivent être établies afin de prédire au mieux la réponse du matériau semi-solide. Un nouveau modèle est proposé ici. Il repose sur une approche micro-macro et l'introduction d'une variable interne. Il permet de traduire le changement progressif des mécanismes de déformation (la déformation macroscopique est supposée homogène) passant par un régime « solide » (comportement viscoplastique) pour aboutir à un régime « liquide » (comportement newtonien). La particularité de ce modèle est de prendre en compte la distribution bimodale solide-liquide observée sur des micrographies et de mettre en avant le rôle de cette distribution dans les mécanismes de déformation. La première partie rappelle le principe de la modélisation micro-macro de manière générale. La seconde partie explique le choix du Volume Elémentaire Représentatif et du motif morphologique représentatif de la microstructure et des mécanismes de déformation. La troisième partie introduit la variable interne, paramètre de structure faisant apparaître des mécanismes d'agglomération et de désagglomération. Dans la quatrième partie, le comportement local de chaque phase, respectivement solide et liquide, est donné. Puis, la viscosité effective globale du matériau semi-solide est formulée en s'appuyant sur des transitions d'échelles dans la cinquième partie. Et enfin le modèle est confronté à des résultats expérimentaux sur des alliages de Plomb-Etain, de magnésium, d'aluminium et sur l'acier.

17.2 Principe de la modélisation micro-macro

Les approches micromécaniques du comportement des matériaux reposent sur une séparation des échelles : la prédiction du comportement macroscopique du matériau semi-solide est réalisée grâce au principe d'homogénéisation. Celui-ci consiste à remplacer un matériau hétérogène à l'échelle microscopique par un matériau homogène à l'échelle macroscopique. Cette étape fait appel à la définition d'un volume élémentaire représentatif, noté VER par la suite. Il est également nécessaire de définir un milieu homogène équivalent

(MHE) qui présentera un comportement identique à celui du matériau réel (hétérogène). De plus, il faut que sur le MHE, les champs $\Sigma(X)$ et $E(X)$, respectivement contraintes et déformations macroscopiques, correspondent en tout point macroscopique X aux valeurs moyennes sur le VER attaché à X aux champs de contraintes et de déformations locaux $\sigma(x)$ et $\varepsilon(x)$ [HER90].

Le changement d'échelle passe par l'étape d'homogénéisation. Cette opération permet de remplacer la réalité microhétérogène complexe d'un matériau par une fiction homogène du point de vue comportement mécanique du matériau. Cette méthode permet d'accéder à une loi de comportement macroscopique plus prédictive qu'une loi macroscopique identifiée dans un domaine donné et de pouvoir prévoir l'influence de la microstructure sur certaines propriétés mécaniques globales.

17.2.1 Représentation géométrique et mécanique du matériau

La première étape consiste à définir le Volume Elémentaire Représentatif (VER) qui représentera au mieux le comportement global du matériau. Celui-ci doit remplir une double condition de "macrohomogénéité" et de "microhétérogénéité". Il doit donc, avec une dimension caractéristique l, être :

- suffisamment grand par rapport à la taille d des hétérogénéités pour être représentatif du matériau et être statiquement équivalent d'une zone à l'autre
- suffisamment petit par rapport aux dimensions L de la structure considérée pour pouvoir être considéré comme étant sollicité par une contrainte uniforme ou déformation uniforme λ.

Il est nécessaire de le décrire géométriquement et mécaniquement. Pour ce, il faut définir toutes les phases qu'il comporte et préciser au mieux leurs caractéristiques mécaniques et

géométriques (exemple : pour un composite, on donnera non seulement la fraction volumique et la forme (ou la distribution des formes) des renforts et les caractéristiques mécaniques de la matrice et des renforts, mais on cherchera également à exprimer le fait que la matrice est (multiplement) connexe, que les renforts sont plus ou moins dispersés, ...[BER95]).

Soit finalement, il faut que, par rapport à la limite de validité d_o de la mécanique des milieux continus :

$$d_o << d << l << L \text{ et } d << \lambda \qquad (1)$$

17.2.2 Description du motif morphologique représentatif

Les différentes phases mécaniques du matériau doivent être distinguées et leurs caractérisations mécaniques et géométriques doivent être précisées au mieux. Une analyse plus ou moins poussée des phases considérées doit être faite suivant ce que l'on recherche.

17.2.3 Localisation

L'étape de localisation correspondant à l'étape de modélisation mécanique constitue une étape difficile et spécifique à chaque modèle. Elle consiste à déterminer dans le VER les grandeurs locales (microscopiques) contrainte et déformation, respectivement notées $\sigma(x)$ et $\varepsilon(x)$ à partir des grandeurs macroscopiques.

Pour cela, on utilise classiquement un chargement de type conditions aux limites homogènes. On impose alors sur la surface extérieure S du matériau hétérogène des contraintes ou des déplacement de la forme :

$$T^d = \Sigma.n \qquad (2)$$

où : T^d distribution de forces de surface imposée

Σ constant, est le tenseur des contraintes macroscopiques données

$$u^d = E.x \qquad (4)$$

où : u^d déplacements (à un déplacement d'ensemble près) imposés

E tenseur des déformations macroscopiques imposées

Les équations (3) et (4) constituent des approximations acceptables dans la mesure où les conditions (1) sont respectées.

Ces conditions aux limites dites homogènes permettent d'obtenir les déformations et contraintes macroscopiques comme étant les moyennes spatiales de leurs homologues microscopiques.

Dans le cas général d'un matériau biphasé et d'un comportement visqueux linéaire, la démarche est la suivante.

Les équations du problème sont :

$$\dot{\varepsilon}(r) = m(r)\sigma(r)$$

$$\sigma_{ij,j} = 0$$

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \frac{1}{2}(u_{i,j} + u_{j,i})$$

$$\dot{u}^d = \dot{E}.X$$

$\sigma, \dot{\varepsilon}$ sont les déviateurs et u la vitesse

On considère un matériau hétérogène de volume V de complaisance viscoplastique m(r) (ou de module viscoplastique b(r)) soumis à une vitesse de déformation uniforme $\dot{E}$ à l'infini.

De manière classique, on introduit une complaisance de référence M (ou un module viscoplastique de référence B) telle que la viscosité locale s'écrive :

$$m(r) = M + \delta m(r)$$

$$b(r) = B + \delta b(r)$$

La formulation du problème hétérogène conduit à l'équation intégrale :

$$\dot{\varepsilon}(r) = \dot{E} - \int_V \Gamma^B(r - r') : \delta b(r') : \dot{\varepsilon}(r') dV'$$

ce qui peut encore s'écrire :

$$\dot{\varepsilon}(r) = \dot{E} - \Gamma^B(r - r') \otimes \delta b(r') : \dot{\varepsilon}(r')$$

avec Γ^B : tenseur de Green modifié

Toutefois la détermination exacte des propriétés effectives du matériau se heurte à la complexité de la résolution de cette équation et à la nécessité d'une description statistique complète du milieu, ce qui n'est pas accessible.

C'est à ce niveau que se distinguent les différents types de méthodes qui conduisent à un encadrement ou une estimation des propriétés effectives du matériau. Parmi ces méthodes, le modèle autocohérent consiste à assimiler les interactions entre un élément et tous les autres à celles entre cet élément et le milieu homogène équivalent (MHE). Il parvient ainsi à remplacer un problème à N éléments par N problèmes élémentaires à 1 élément, de type inclusion/matrice, dont la résolution constitue un problème de base traité par Eshelby dans le cas d'une inclusion ellipsoïdale immergée dans une matrice infinie (problème de l'inclusion inhomogène [ESH57]). Chaque phase est ainsi, tour à tour, rassemblée dans un domaine ellipsoïdal, plongée dans une matrice représentant le MHE. Aucune hypothèse n'est faite sur

la géométrie de la phase, seule sa répartition est prise en compte. Ainsi, dans le cas d'une distribution isotrope des phases, le domaine ellipsoïdal est un domaine sphérique.

De façon générale, l'objectif de l'approximation autocohérente est de simplifier l'équation intégrale pour la rendre plus « locale ». Elle repose sur la décomposition du tenseur de Green modifié Γ^B en une partie locale Γ_l^B et une partie non locale Γ_{nl}^B [HAS69] telles que :

$$\dot{\varepsilon}(r) = \dot{E} - \Gamma_l^B \otimes \delta b(r) : \dot{\varepsilon}(r) - \Gamma_{nl}^B \otimes \delta b(r) : \dot{\varepsilon}(r)$$

L'idée de l'approximation autocohérente consiste à choisir le module viscoplastique de référence B comme celui du MHE, B^{eff} que l'on recherche. Ceci est équivalent à affaiblir la contribution non locale en imposant :

$$\overline{\delta b : \dot{\varepsilon}} = 0$$

soit encore

$$\begin{aligned} \overline{b - B^{eff} : \dot{\varepsilon}} &= \overline{b : \dot{\varepsilon}} - \overline{B^{eff} : \dot{\varepsilon}} \\ &= \bar{\sigma} - B^{eff} : \bar{\dot{\varepsilon}} \qquad \text{(voir homogénéisation)} \\ &= \Sigma - B^{eff} . \dot{E} \end{aligned}$$

Il reste alors :

$$\dot{\varepsilon}(r) = \dot{E} - \Gamma_l^{B^{eff}} : \delta b(r) : \dot{\varepsilon}(r)$$

ce qui peut encore s'écrire

$$\dot{\varepsilon}(r) + \Gamma_l^{B^{eff}} : \delta b : \dot{\varepsilon} = \dot{E}$$

soit :

$$(I + \Gamma_l^{B^{eff}} : \delta b) : \dot{\varepsilon} = \dot{E}$$

ou encore :

$$\dot{\varepsilon} = \left(I + \Gamma_1^{B^{eff}} : \delta b\right)^{-1} \dot{E}$$
$$= A^{B^{eff}} \dot{E}$$

17.2.4 Homogénéisation

L'étape d'homogénéisation consiste à déterminer le comportement effectif du matériau. Elle combine toutes les relations établies précédemment. Les contraintes et les vitesses de déformation macroscopiques peuvent être définies comme des moyennes spatiales des contraintes et des vitesses de déformation locales.

$$\Sigma = \frac{1}{V}\int \sigma dV \qquad \dot{E} = \frac{1}{V}\int \dot{\varepsilon} dV$$
$$\Sigma = \overline{\sigma} \qquad \dot{E} = \overline{\dot{\varepsilon}}$$

Selon l'étape de localisation précédente et en réalisant l'approximation autocohérente, on peut écrire :

$$\Sigma = \overline{\sigma} = \overline{b\dot{\varepsilon}} = \overline{bA^{B^{eff}} \dot{E}} = \overline{bA^{B^{eff}}} \dot{E} = B^{eff} \dot{E}$$

soit :

$$B^{eff} = \overline{bA^{B^{eff}}}$$

17.2.5 Cas d'un comportement viscoplastique isotrope incompressible

L'isotropie du comportement est définie de la manière suivante :

$$b_{ijkl} = 2\mu I_{ijkl} + \lambda \delta_{ij} \delta_{kl}$$

La loi de comportement peut s'écrire en décomposant les tenseurs de contrainte et vitesse de déformation en déviateur et en partie sphérique.

Ainsi la contrainte s'écrit :

$$\sigma_{ij} = S_{ij} + \frac{\sigma_{kk}}{3}\delta_{ij}$$

et la vitesse de déformation s'écrit :

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \dot{e}_{ij} + \frac{\dot{\varepsilon}_{kk}}{3}\delta_{ij}$$

On peut montrer que :

$$\sigma_{kk} = (2\mu + 3\lambda)\dot{\varepsilon}_{kk}$$

et que :

$$S_{ij} = 2\mu\dot{e}_{ij}$$

Pour un comportement incompressible, la loi de comportement se réduit à :

$$S_{ij} = 2\mu\dot{e}_{ij}$$

La viscosité effective du matériau se met sous la forme :

$$\mu^{eff} = \overline{\mu A^{\mu^{eff}}}$$

Dans le cas d'un matériau isotrope incompresible biphasé de phases 1 et 2 de fracion volumique f_1 et f_2, on a :

$$A_1^{\mu^{eff}} = \frac{5\mu^{eff}}{3\mu^{eff} + 2\mu_1} \qquad \text{et} \qquad A_2^{\mu^{eff}} = \frac{5\mu^{eff}}{3\mu^{eff} + 2\mu_2}$$

avec $\mu^{eff} = f_1\mu_1 A_1^{\mu^{eff}} + f_2\mu_2 A_2^{\mu^{eff}}$

17.2.6 Conclusion

Le modèle autocohérent est particulièrement adapté aux morphologies désordonnées (où il existe un grand nombre de phases faiblement contrastées) [BER95]. Le schéma autocohérent

classique ne prend pas en compte de façon intrinsèque l'effet d'une morphologie particulière dans le matériau hétérogène. Comment par exemple exprimer la disposition inclusionnaire d'une phase, à l'intérieur d'une autre constituée en matrice ? Hashin a tenté de prendre en compte la morphologie inclusion/matrice à l'aide d'un assemblage de sphères (ou de cylindres) composites en juxtaposant les éléments composites de toutes dimensions semblables géométriquement, de telle manière que l'espace en soit complètement rempli et la continuité de la matrice assurée (**figure 7**). Même si le traitement mécanique initial de tels assemblages s'est avéré décevant, Christensen et Lo [CHR79] ont repris l'idée non plus dans l'optique de bornes mais dans l'optique d'une estimation. Ils imaginèrent, en adaptant aux composites l'idée de base de l'approche autocohérente, de disposer la sphère (ou le cylindre) composite de Hashin dans le milieu homogène équivalent **(figure 7**), identifié par une condition d'équivalence énergétique. Ce modèle est dit « modèle des trois phases ». L'idée est d'analyser un milieu hétérogène en une collection de « motifs morphologiques composites » et à intégrer des données morphologiques et mécaniques essentielles que l'on cherche à traduire. Les cas de motifs sphériques multicouches peuvent de traiter de manière comparable, c'est ce qui s'appelle le modèle autocohérent généralisé [HER93].

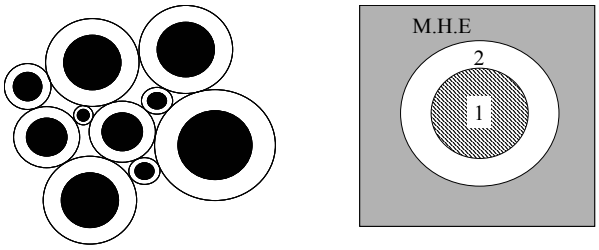


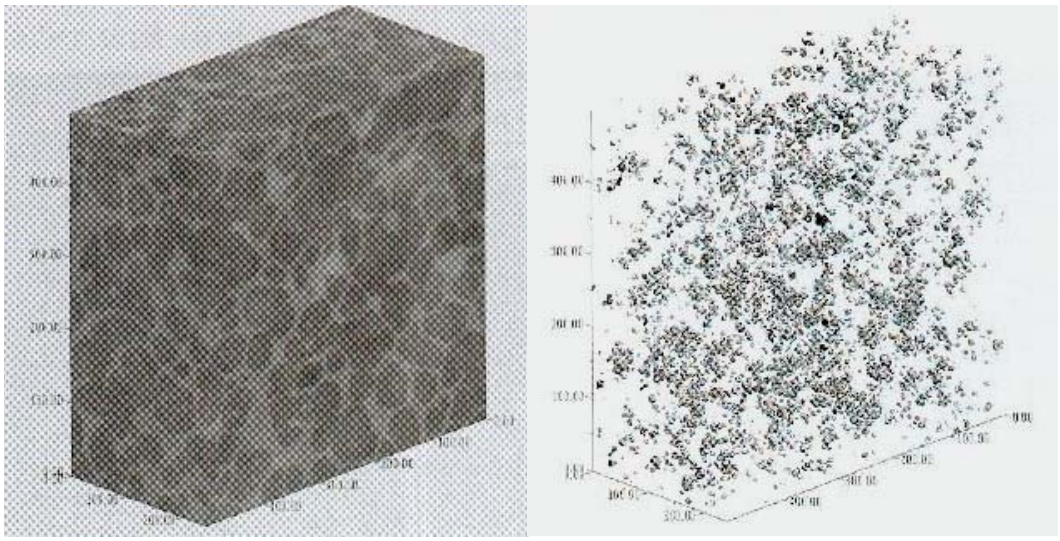
Figure 7 : Assemblage de Hashin et modèle des trois phases [BER95]

17.3 Modélisation trois phases du comportement isotherme et stationnaire des semi-solides

Nous allons ici développer la modélisation du comportement des matériaux semi-solides en appliquant le modèle trois phases et en utilisant des outils de micromécanique.

17.3.1 Détermination du VER

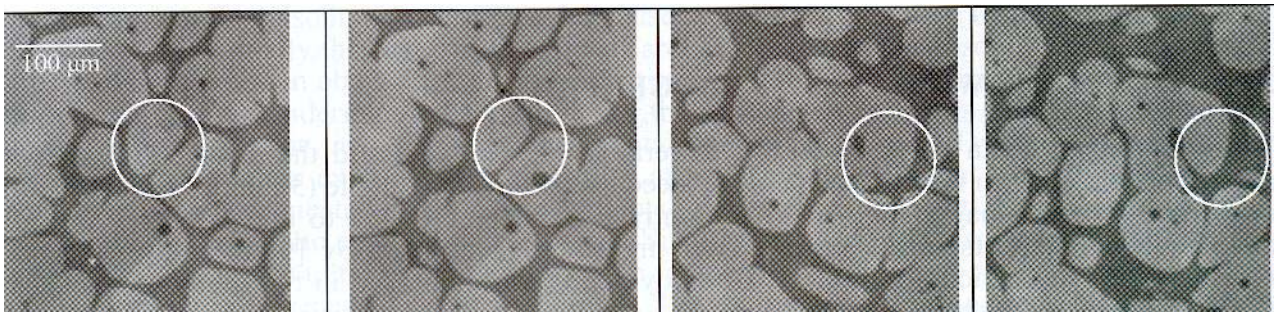
La **figure 8** représente une visualisation 3D d'un alliage d'aluminium A 357. La figure 0b donne une représentation 3D du liquide piégé dans ce même alliage.



(a) (b)

Figure 8 : (a) Représentation 3D d'un alliage A357 (b) Représentation 3D du liquide piégé dans ce même alliage [VER00]

La **figure 9** présente différentes coupes 2D d'un alliage A357.



(a) (b) (c) (d)

Figure 9 : (a) section 2D d'un alliage A357, (b) idem à la figure(a) mais 4µm en dessous, (c) autre section 2d du même alliage A357, (d) idem à la figure (c) mais 4µm en dessous [VER00]

Les **figures 8** et **9** permettent d'affirmer qu'il existe bien du liquide libre, du liquide piégé, des particules solides et des pontages solides entre les particules.

La **figure 10** illustre une microstructure typique d'un alliage Sn-15%Pb semi-solide et permet de désigner simplement parties liquides et parties solides.

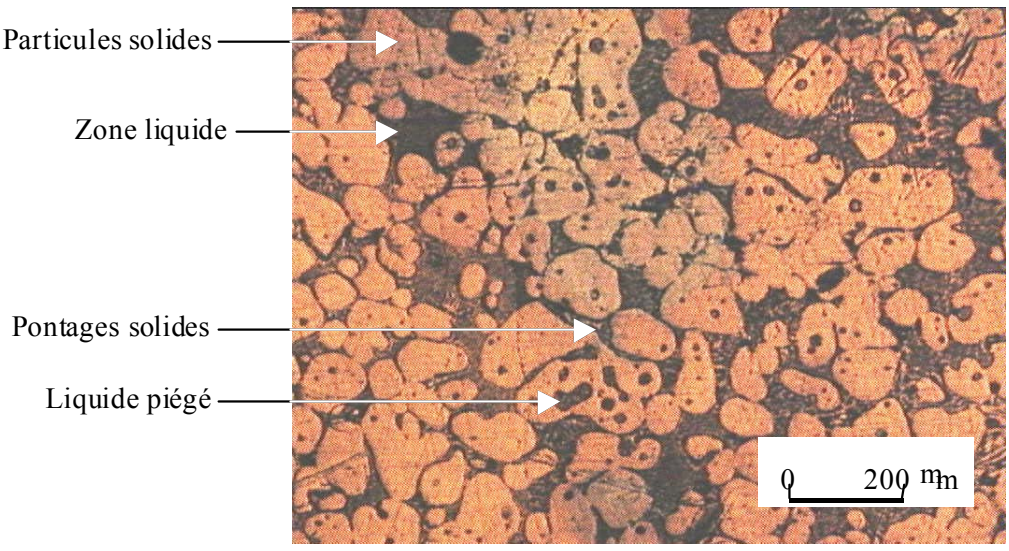


Figure 10 : micrographie d'un alliage Sn-15%Pb présentant une phase solide à structure globulaire obtenue par traitement thermique

L'observation des micrographies nous a permis d'accéder à une schématisation aussi proche de la réalité que possible. En effet, l'approche la plus simpliste consiste à considérer le matériau étudié comme un système composé de deux phases, une phase solide et une phase liquide, avec pour repère la fraction volumique de solide de tout l'ensemble notée f^s. Puis, dans un second temps, suite à une analyse plus poussée de la micrographie, le système apparaît comme constitué de particules solides à forme plus ou moins globulaire et reliées par des pontages, cette phase solide étant entourée de liquide. La micrographie (**figure 10**) permet de mettre en évidence la morphologie particulière du système :

- il y a présence de liquide emprisonné dans les particules solides globulaires
- il y a présence de connections entre les particules solides
- il y a présence de liquide ente les particules solides

Ainsi, la modélisation la plus efficace est celle qui prend en compte la meilleure représentation possible de la microstructure, soit dans le cas de matériaux semi-solides, des inclusions composées à la fois de liquide et de solide entourées d'une zone continue également composée à la fois de solide et de liquide (**figure 11**).

De manière générale, il a été démontré que la déformation est souvent localisée. Elle a lieu au niveau des connections entre les particules solides et au niveau du liquide non emprisonné dans les particules solides agglomérées [DOH84, SEC84 ; KUM93].

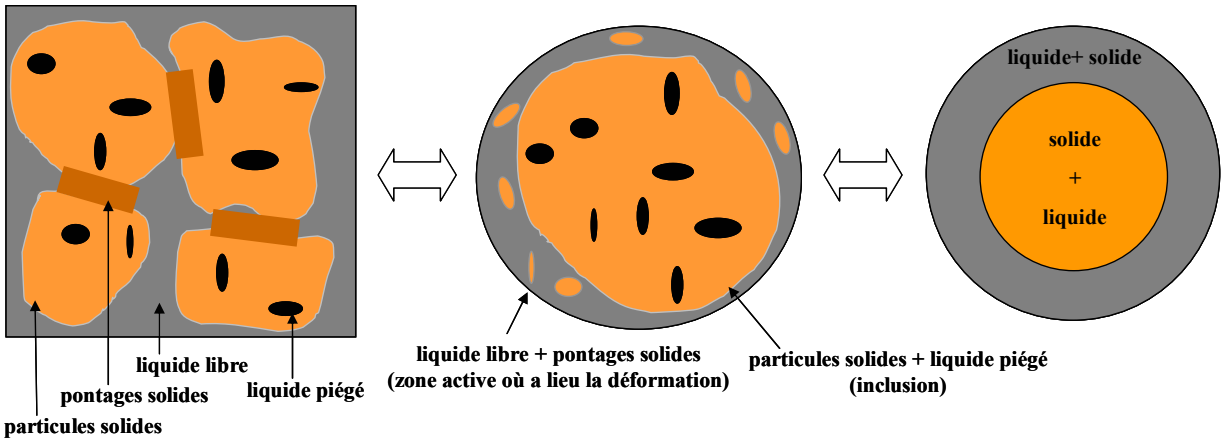


Figure 11 : schématisation de la microstructure d'un matériau semi-solide

Il est donc très important de distinguer les fractions volumiques de solide et de liquide qui participent à la déformation et les fractions de solide et de liquide qui ne participent pas à la déformation. La déformation, et plus précisément le cisaillement, a tendance à rompre les pontages solide-solide. Ceci conduit alors à un phénomène de désagglomération et une partie du liquide emprisonné est libérée [JOL76]. De ce fait, la répartition entre solide et liquide dans les différentes « zones » évolue (**figure 12**).

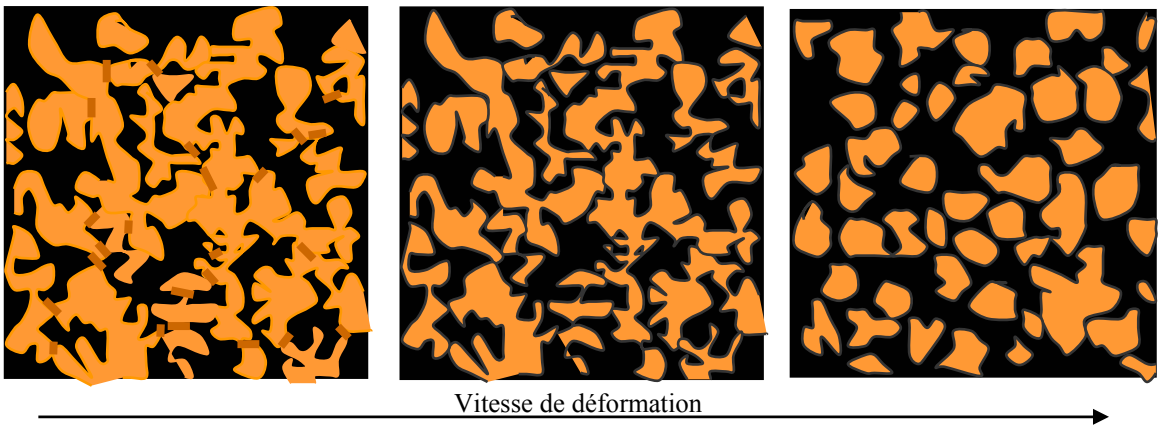


Figure 12 : Représentation schématique de l'évolution de la microstructure au cours de la déformation

Afin de décrire de manière simple mais pertinente la microstructure et les mécanismes dus à la déformation vus précédemment, le choix d'un motif morphologique représentatif correct est essentiel. Dans le cas présent, le motif morphologique représentatif sera déterminé de la

manière suivante. Les particules solides de la microstructure, dans lesquelles existe également du liquide emprisonné, sont représentées par des inclusions sphériques composées à la fois de liquide et de solide dont les fractions volumiques sont notées respectivement f_I^s (fraction volumique de solide dans l'inclusion) et f_I^l (fraction volumique de liquide dans l'inclusion). Ces inclusions ne se déforment que très légèrement et ont la faculté de pouvoir glisser relativement aisément les unes par rapport aux autres. La zone appelée zone active est le lieu de localisation de la déformation et correspond à l'enrobage des inclusions. Elle est constituée des pontages entre les particules solides et du liquide non emprisonné. Ainsi, cette zone active est composée à la fois de liquide et de solide dont les fractions volumiques sont notées respectivement f_A^l (fraction volumique de liquide dans la zone active) et f_A^s (fraction volumique de solide dans la zone active). Tous les constituants étant supposés distribués aléatoirement dans le matériau, on peut rassembler les phases jouant un rôle identique au niveau de la déformation dans des sphères ou zones concentriques.

17.3.2 Variable interne

Avant toute déformation, des interactions fortes entre les particules solides existent dans le matériau. Ces interactions sont en fait la cause directe des pontages solide-solide vus précédemment. Au cours de la déformation, un mécanisme de désagglomération se produit, ce qui signifie en d'autres termes qu'une dégénérescence du squelette solide apparaît.

Afin de prendre en compte l'évolution de la microstructure et le caractère bi-phasique du matériau semi-solide lié au changement de vitesse de déformation, la fraction volumique de solide dans la zone active, notée f_A^s, apparaît dans la modélisation en tant que variable interne. Elle correspond, en fait, à la fraction volumique de pontage solide-solide pour un état

d'équilibre donné. L'évolution de cette variable interne est fonction de deux paramètres principaux qui sont la fraction volumique globale de solide, notée f^s, et la vitesse de cisaillement, notée $\dot{\gamma}$.

Plus la fraction volumique globale de solide sera élevée, plus la probabilité d'avoir de pontages solide-solide entre les particules sera grande et donc plus la fraction volumique de solide dans la zone active f_A^s, sera élevée.

D'autre part, plus la vitesse de cisaillement sera grande et plus la probabilité de rompre les pontages sera grande et donc plus la fraction volumique de solide dans la zone active f_A^s aura tendance à diminuer.

Les travaux de Kumar, Martin et Brown [KUM93, KUM94] dont la modélisation prend également en compte un paramètre de structure, expliquent que l'évolution de cette variable interne peut être décrite par une compétition permanente entre phénomène d'agglomération et phénomène de désagglomération, compétition mise en évidence dans l'équation (1) :

$$\dot{f}_A^s = K_{ag} f^s \left(1 - f_A^s\right) - K_d \left(1 - f^s\right) f_A^s (\dot{\gamma})^n \qquad (1)$$

où K_{ag} et K_{dg} sont des paramètres matériau décrivant respectivement les mécanismes d 'agglomération et de désagglomération.

A l'état stationnaire, l'équation (1) devient nulle, ce qui permet d'écrire :

$$\dot{f}_A^s = K_{ag} f^s \left(1 - f_A^s\right) - K_d \left(1 - f^s\right) f_A^s (\dot{\gamma})^n = 0$$

D'où :

$$f_A^s = \frac{K_{ag} f^s}{K_{ag} f^s + K_d \left(1 - f^s\right)(\dot{\gamma})^n} = \frac{f^s}{f^s + \frac{K_d}{K_{ag}} \left(1 - f^s\right)(\dot{\gamma})^n} \text{ à l'état d'équilibre}$$

Dans notre modèle, la loi d'évolution de la variable interne s'écrit donc:

$$f_A^s = \frac{f^s}{f^s + D\left(1 - f^s\right)\left(\dot{\gamma}\right)^n} \qquad (2)$$

où D et n sont deux paramètres du matériau.

L'équation (2), mise sous la forme ci-dessus, décrit l'état d'agglomération pour un état d'équilibre donné. Cette équation n'a évidemment pas de sens si la vitesse de cisaillement est nulle ($\dot{\gamma}$=0) car cela signifierait qu'au repos (aucune déformation), la fraction volumique de solide dans la zone active est égale à 1, quelle que soit la fraction volumique globale de solide. Ce qui est contraire aux hypothèses formulées.

Le rapport entre le volume de solide dans la zone active et le volume total représente la fraction volumique effective de solide qui participe à la résistance à l'écoulement. Ce rapport est égal au produit entre la fraction volumique de solide dans la zone active et la fraction volumique de zone active (Eqn. 3) :

$$f_{eff}^s = \frac{V_A^s}{V^t} = \frac{V_A^s}{V^A} \times \frac{V^A}{V^t} = f_A^s \times f_A \qquad (3)$$

Si la fraction volumique de zone active est supposée constante quelque soit la vitesse de cisaillement appliquée, la valeur de la fraction volumique effective de solide, pour un état d'équilibre donné, et sa loi d'évolution sont données par les équations (1) et (2). Cette fraction volumique effective de solide, pouvant également être considérée comme une variable interne du système, est très proche des paramètres de structure introduits d'abord par Kumar, Martin, Brown [KUM93, KUM94] puis plus récemment par d'autres auteurs [ZAV95, ALE00, KIRK00,WAH00, MOD98]. Ce paramètre de structure vaut 1 quand toutes les particules sont connectées entre elles et 0 quand toutes les particules sont désagglomérées. Un parallèle peut être fait avec la théorie de la percolation [DEG79, STA85] qui estime

qu'en-dessous d'une fraction volumique critique de solide, la phase solide se compose d' « îlots » isolés de particules connectées (**figure 13**) conduisant ainsi à considérer f^s_{eff} comme étant nulle. Au-dessus d 'une certaine fraction volumique f^c, le squelette solide macroscopique peut se créer (**figure 13**) et f^s_{eff} est donnée par l'équation (1). Ainsi, la fraction volumique effective de solide peut être évaluée par les équations suivantes (4) :

$$f^s_{eff} = f^s_A \times f_A = 0 \qquad \text{pour } f^s \le f^c \tag{4}$$

$$f^s_{eff} = f^s_A \times f_A = f_A \times \frac{f^s}{f^s + D(1-f^s)(\dot{\gamma})^n} \qquad \text{pour } f^s > f^c$$



$f^s \le f^c$ $f^s \ge f^c$

Figure 13 : la fraction critique (le seuil de percolation) définit le seuil de fraction solide au-delà duquel la phase solide passe d'îlots isolés à un squelette solide

17.3.3 Comportement local

Le comportement de la phase liquide est considéré comme étant newtonien et présentant une très faible viscosité alors que le comportement de la phase solide est considéré comme étant non newtonien et présentant une viscosité élevée. Les deux phases sont supposées isotropes et incompressibles, ce qui permet d'exprimer leur comportement en écrivant les équations suivantes qui ne font intervenir qu'un seul paramètre qui est la viscosité:

$$s^l_{ij} = \mu^l \dot{\varepsilon}_{ij} \qquad \text{avec} \quad \mu^l = K^l \tag{5}$$

$$s_{ij}^{s} = \mu^{s}\left(\dot{\varepsilon}_{eq}\right)\dot{\varepsilon}_{ij} \quad \text{avec } \mu^{s} = K^{s}\left(\dot{\varepsilon}_{eq}\right)^{m-1} \tag{6}$$

où : les exposants l et s font respectivement référence à la phase liquide et à la phase solide.

S_{ij} : tenseur déviatorique des contraintes,

$\dot{\varepsilon}_{ij}$: tenseur des vitesses de déformation,

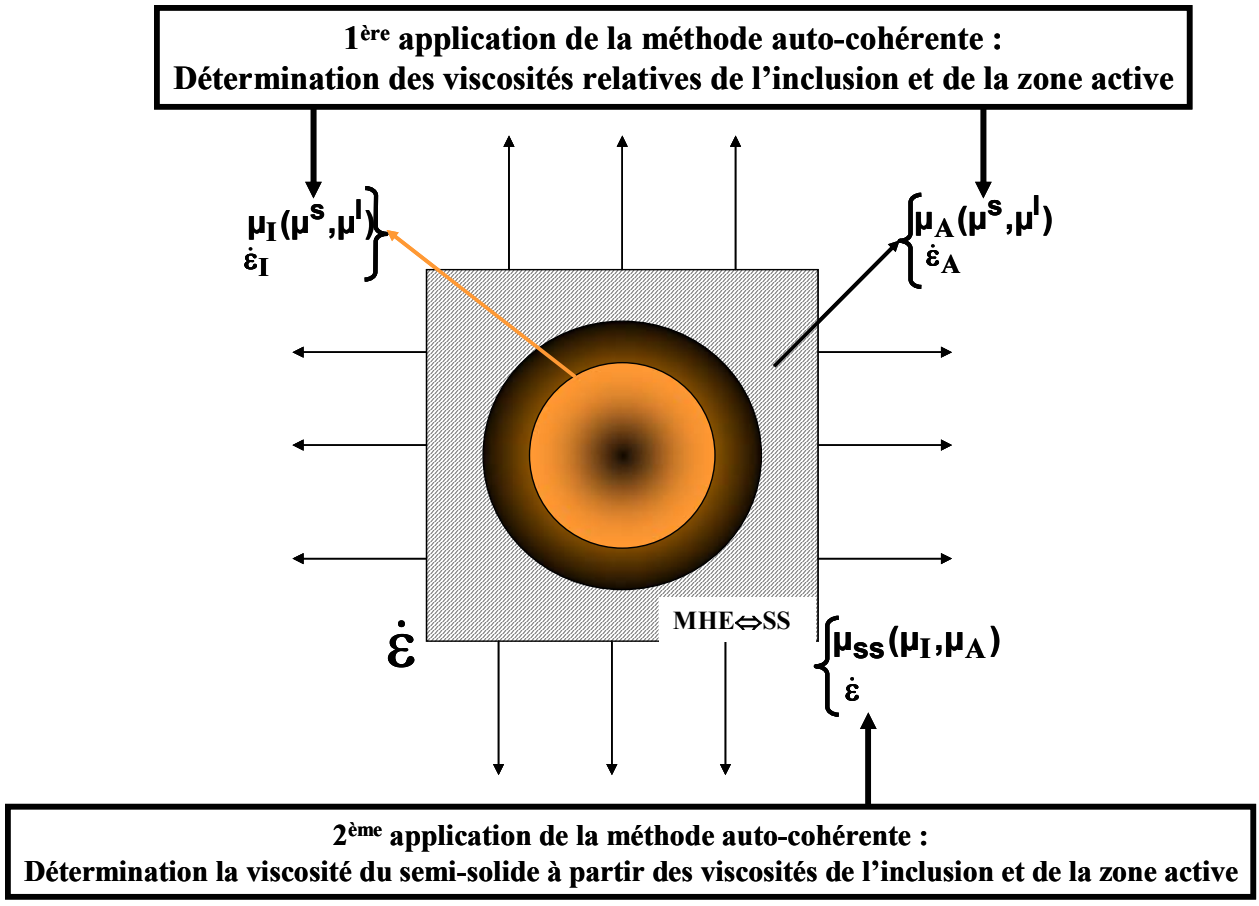
μ : viscosité,

K : consistance,

m : coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation.

17.3.4 Détermination de la viscosité effective du matériau semi-solide

La présente modélisation s'appuie donc sur la présence d'inclusions solides comportant du liquide piégé et sur la présence d'une zone active composée elle-même de liquide et de solide (les pontages). L'importance de cette zone active dans les mécanismes de déformation est prise en compte par le motif morphologique représentatif. Avant de déterminer les propriétés effectives du matériau semi-solide, il est nécessaire d'établir le comportement propre d'une part aux inclusions et d'autre part à la zone active à partir des comportements du liquide et du solide les composant. Pour ce faire, une approche de type auto-cohérente a été appliquée deux fois.



17.3.4.1 Détermination de la viscosité effective des inclusions et de la zone active

Les inclusions ainsi que la zone active sont considérées comme étant isotropes et incompressibles. Leurs viscosités effectives, définies par l'équation (7), sont évaluées en s'appuyant sur une approche auto-cohérente classique. Ceci nécessite que le liquide et le solide soient plongés dans un Milieu Homogène Equivalent B, noté MHE, présentant les mêmes propriétés effectives que l'inclusion ou que la zone active.

$$\Sigma_B = \mu_B \dot{E}_B \qquad (7)$$

L'indice B devient I quand il fait référence à l'inclusion et devient A quand il fait référence à la zone active. Σ_B et $\dot{E}_B$ sont les tenseurs de contrainte et de vitesse de déformation

macroscopiques du MHE B. L'écriture de la loi des mélanges pour la contrainte et la vitesse de déformation (Eqns 8 and 9) conduit aux expressions des viscosités effectives (Eqn. 10) :

$$\Sigma_B = f_B^s \sigma_B^s + (1 - f_B^s)\sigma_B^l \tag{8}$$

$$\dot{E}_B = f_B^s \dot{\varepsilon}_B^s + (1 - f_B^s)\dot{\varepsilon}_B^l \tag{9}$$

$$\mu_B = f_B^s \mu_B^s T_B^s + (1 - f_B^s)\mu_B^l T_B^l \tag{10}$$

Les tenseurs de localisation T_B^s et T_B^l sont donnés par :

$$\dot{\varepsilon}_B^s = T_B^s \dot{E}_B \tag{11}$$

$$\dot{\varepsilon}_B^l = T_B^l \dot{E}_B \tag{12}$$

où

$$T_B^s = \frac{5\mu_B}{3\mu_B + 2\mu_B^s} \tag{13}$$

$$T_B^l = \frac{5\mu_B}{3\mu_B + 2\mu_B^l} \tag{14}$$

et satisfont l'équation (15) :

$$f_B^l T_B^l + f_B^s T_B^s = Id \tag{15}$$

où Id est le tenseur identité. L'équation (10) peut être mise sous la forme :

$$\mu_B = \mu_B^l + f_B^s(\mu_B^s - \mu_B^l)T_B^l \tag{16}$$

17.3.4.2 Détermination de la viscosité effective du semi-solide

Comme cela a déjà été fait précédemment, les interactions mécaniques entre les inclusions enrobées sont résolues par l'application d'une méthode auto-cohérente. La viscosité effective du matériau semi-solide peut ainsi être déterminée par l'équation suivante:

$$\mu_{SS} = f_A \mu_A T_A + f_I \mu_I T_I = \mu_A + f_I (\mu_I - \mu_A) T_I \qquad (17)$$

où l'abréviation SS fait référence au matériau semi-solide. Le problème micro_méchanique des inclusions sphériques enrobées a été traité par Christenson and Lo [CHR79], Hervé and Zaoui [HER90]. Leurs approches se limitent à des cas de comportement élastique isotrope et à des particules solides sphériques. Dans la présente étude, l'approche de Cherkaoui et al [CHE94] est plus intéressante car une extension à des inclusions enrobées ellipsoïdales et à des matériaux anisotropes est possible. Ceci permet, par exemple, de prendre en compte l'évolution de la géométrie des inclusions enrobées durant le procédé de mise en forme. Cette approche est basée sur les fonctions de Green et les opérateurs interfaciaux [HIL83]. L'expression du tenseur de localisation dans le cas d'inclusions enrobées sphériques, la couche étant très mince, et de matériau isotrope incompressible s'écrit [CHE94] :

$$T_I = \frac{5\mu_{SS}}{3\mu_{SS} + 2\mu_I + (\frac{1-f_I}{f_I})\frac{6}{5}(\mu_I - \mu_A)\left(\frac{\mu_{SS}}{\mu_A} - 1\right)} \qquad (18)$$

où $f_I = \dfrac{R^3}{(R + \Delta R)^3}$

où R est le rayon des inclusions sphériques

ΔR l'épaisseur de l'enrobage.

Cherkaoui et al [CHE94] ont démontré que les valeurs du tenseur de localisation T_I, obtenues grâce à leur approche, sont identiques à celles obtenues par le calcul exact établi par

Zaoui and Hervé [HER90] à la condition que $\frac{\Delta R}{R} \leq 0.2$ soit pour une fraction volumique de zone d 'inclusions comprise entre 0.6 et 1.

17.4 Confrontation modèle/points expérimentaux

Dans cette partie, le modèle est appliqué dans un premier temps aux alliages bas point de fusion puis à l'acier. Les résultats numériques obtenus par la méthode auto-cohérente sont comparés aux résultats expérimentaux recueillis dans la littérature pour les alliages bas point de fusion et aux résultats expérimentaux obtenus sur l'acier au cours des travaux de cette thèse et exposés dans le chapitre précédent. La démarche étant quasiment la même pour les différentes confrontations, une discussion détaillée sur les paramètres du modèle, tel que par exemple le seuil de percolation, sera présentée pour l'alliage Sn-15%Pb et ne sera pas répétée dans les cas suivants.

17.4.1 Confrontation modèle/Sn-15%Pb

Les comparaisons seront ici faites avec des expériences effectuées dans des conditions isothermes sur des alliages de Sn-15%Pb à microstructure globulaire (**figure 14**).

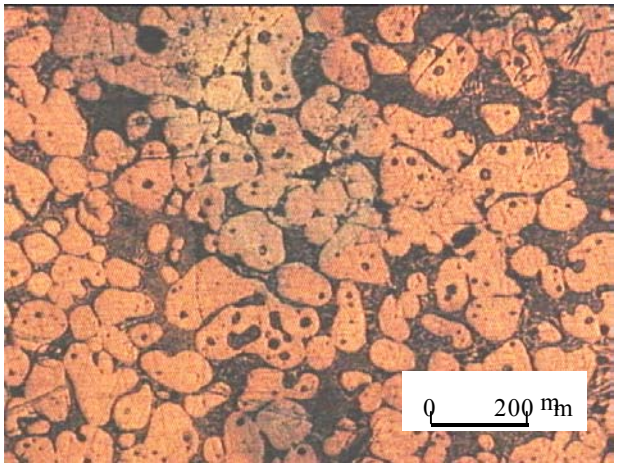


Figure 14 : micrographie d'un alliage Sn-15%Pb présentant une phase solide à structure globulaire obtenue par traitement thermique

La **figure 15** permet d'observer deux types d'essais réalisés sur des lopins semi-solides à microstructure globulaire de Sn-15%Pb pour des fractions volumiques de solide s'échelonnant de 0.3 à 0.63. Les premiers essais réalisés pour des vitesses de cisaillement faibles (10^{-5} à 10 s^{-1}), sont des essais de compression entre plateaux parallèles [LAX80, MAR95, SUE82]. Les seconds essais ont été réalisés sur un viscosimètre de Couette [SPE72, JOL76, KUM93, KOK00, MAC97, TUR91] pour des vitesses de cisaillement plus élevées(10 à 1000 s^{-1}).

Les résultats obtenus montrent l'existence de deux zones :

- la première, notée zone 1, représentant une zone de faibles vitesses de déformation et de viscosités élevées
- la seconde, notée zone 2, représentant une zone de vitesses de déformation élevées et de viscosités faibles.

Les essais concernant la région de transition entre les zones 1 et 2 sont quasi inexistants.

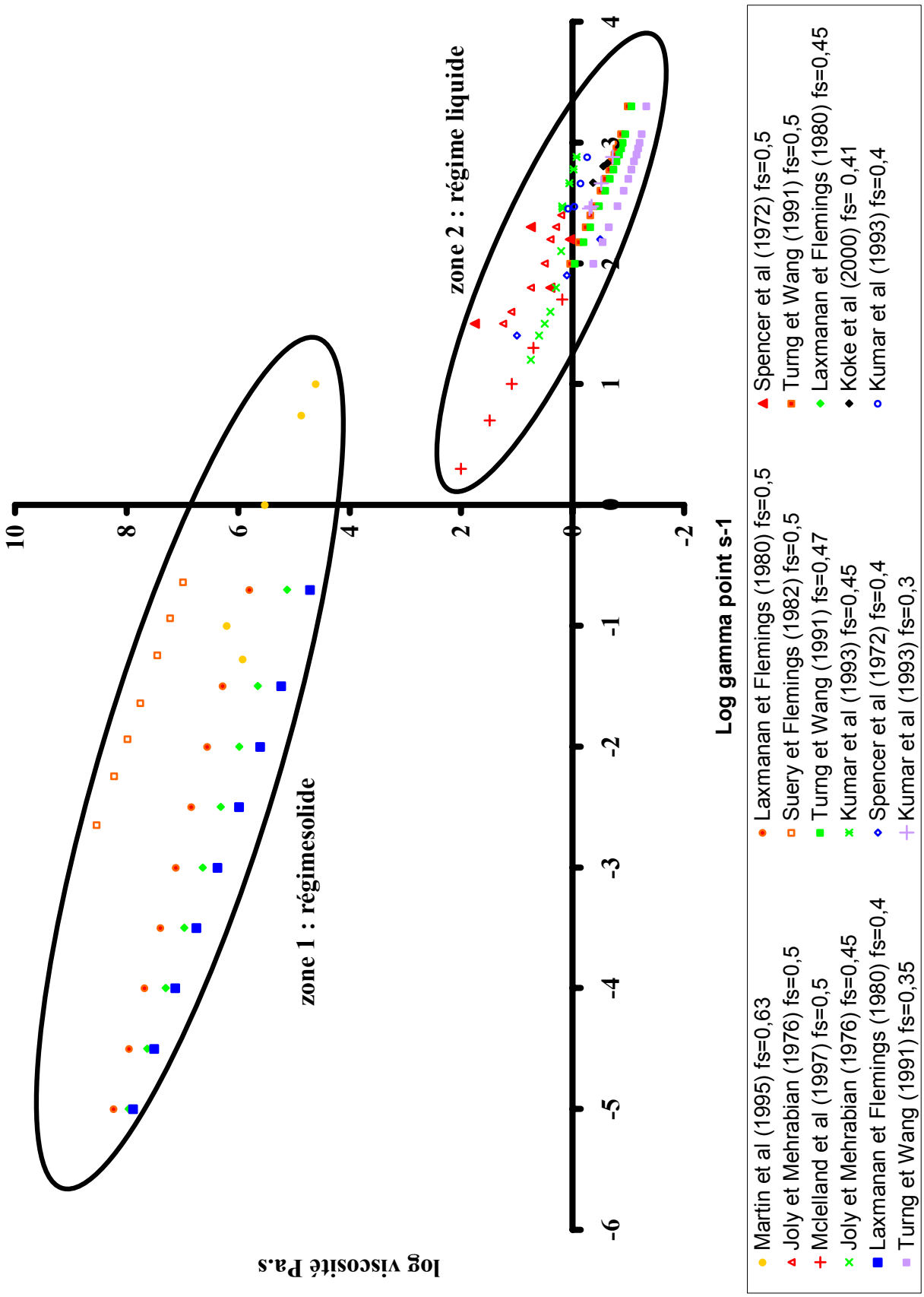


Figure 15 : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement. Résultats expérimentaux sur des alliages de Sn-15%Pb issus de la littérature

Pour la suite des calculs, la viscosité de la phase liquide est prise égale à 1.81×10-3 Pa.s [LUC84]. La fraction volumique critique de solide f^c est prise égale à 0.4. Cette valeur sera discutée plus tard. Les paramètres nécessitant une identification concernent tous deux la phase solide et sont la consistance K^s et le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m, les coefficients D et n de l'équation (2) ainsi que la fraction volumique de zone active f_A, sont considérés, en première approximation, comme étant constants et donc indépendants du changement de vitesse de déformation. L'identification de tous ces différents paramètres est réalisée à partir de comparaisons faites entre les résultats numériques obtenus pour des vitesses de cisaillement variant de 10^{-5} à 10^3 s^{-1}, et les résultats expérimentaux issus de la littérature correspondant à une fraction volumique de solide de 0.5. La « meilleure » corrélation entre expérience et modèles de comportement, pour une fraction de solide de 0.5, est atteinte pour les valeurs données dans le **tableau 16**. Concernant la fraction volumique de solide égale à 0.45, le même jeu de paramètres que celui identifié pour la fraction de solide de 0.5 est utilisé pour les calculs. Seule la valeur de la fraction volumique de solide initiale est modifiée, soit 0.45 au lieu de 0.5.

K^s (MPa)	m	D	n	f_a
1	0.43	0.8	0.2	0.007

Tableau 16 : valeurs permettant d'avoir la meilleure corrélation entre résultats expérimentaux et numériques pour une fraction volumique de solide fs égale à 0.5

Les **figures 17** et **18** permettent de comparer le modèle et l'expérience [LAX80, JOL 76] pour les petites vitesses de cisaillement (zone1) et pour les grandes vitesses de cisaillement (zone2) pour des fractions de solide de 0.5 et 0.45. Si l'identification des paramètres a été faite pour une fraction de solide de 0.5, les figures montrent la capacité de prédiction du modèle quand celui-ci est appliqué pour une fraction de solide égale à 0.45. Ceci tend à

prouver la validité du modèle. Le modèle décrit de manière satisfaisante la présence des deux zones.

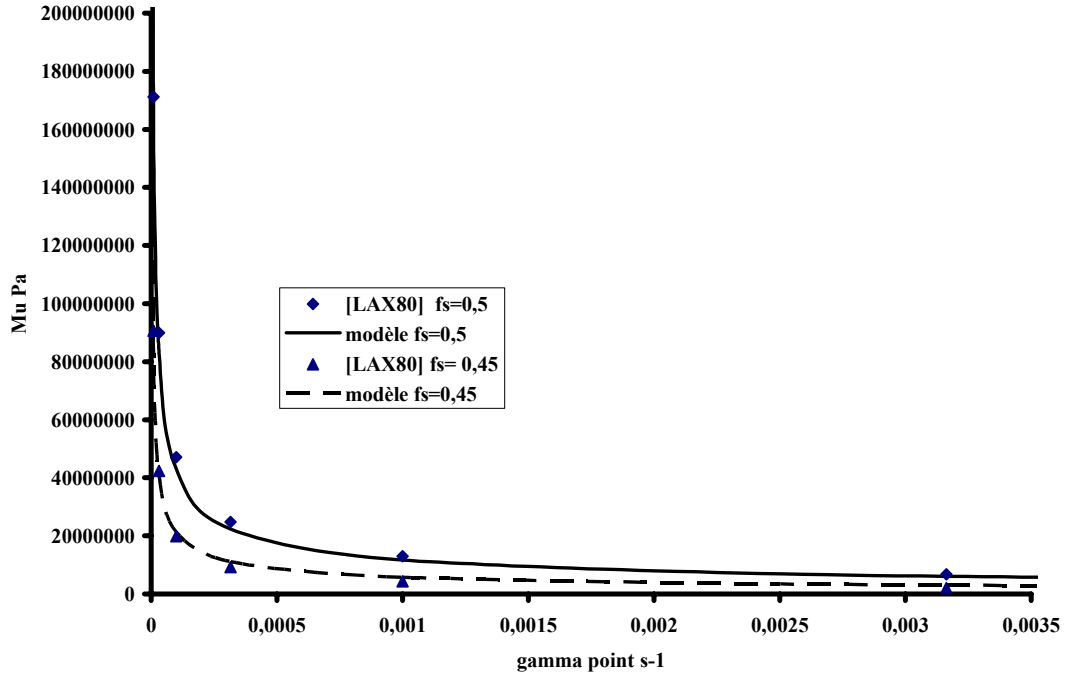
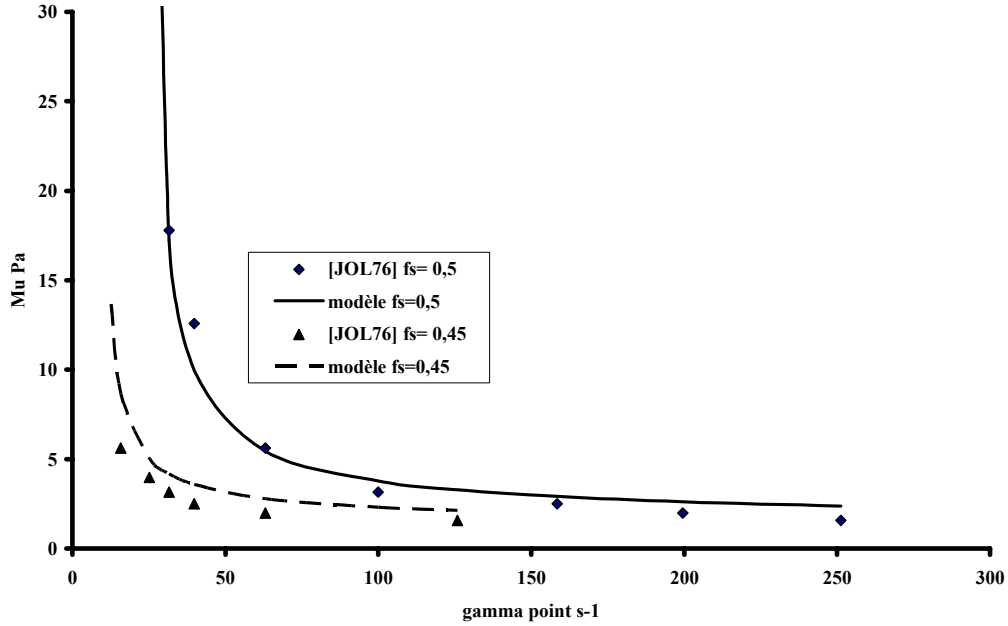


Figure 17: Comparaison graphique entre modèle et données expérimentales pour un alliage Sn-15%Pb à petites vitesses de cisaillement pour des fractions de solide égales à 0.5



et 0.45

Figure 18: Comparaison graphique entre modèle et données expérimentales pour un alliage Sn-15%Pb à grandes vitesses de cisaillement pour des fractions de solide égales à 0.5 et 0.45

Mais dans la zone de transition où aucun point expérimental n'est donné, celui-ci prédit une chute brutale de la viscosité pour une vitesse de déformation proche de 1 s^{-1} comme le montre la **figure 19.**

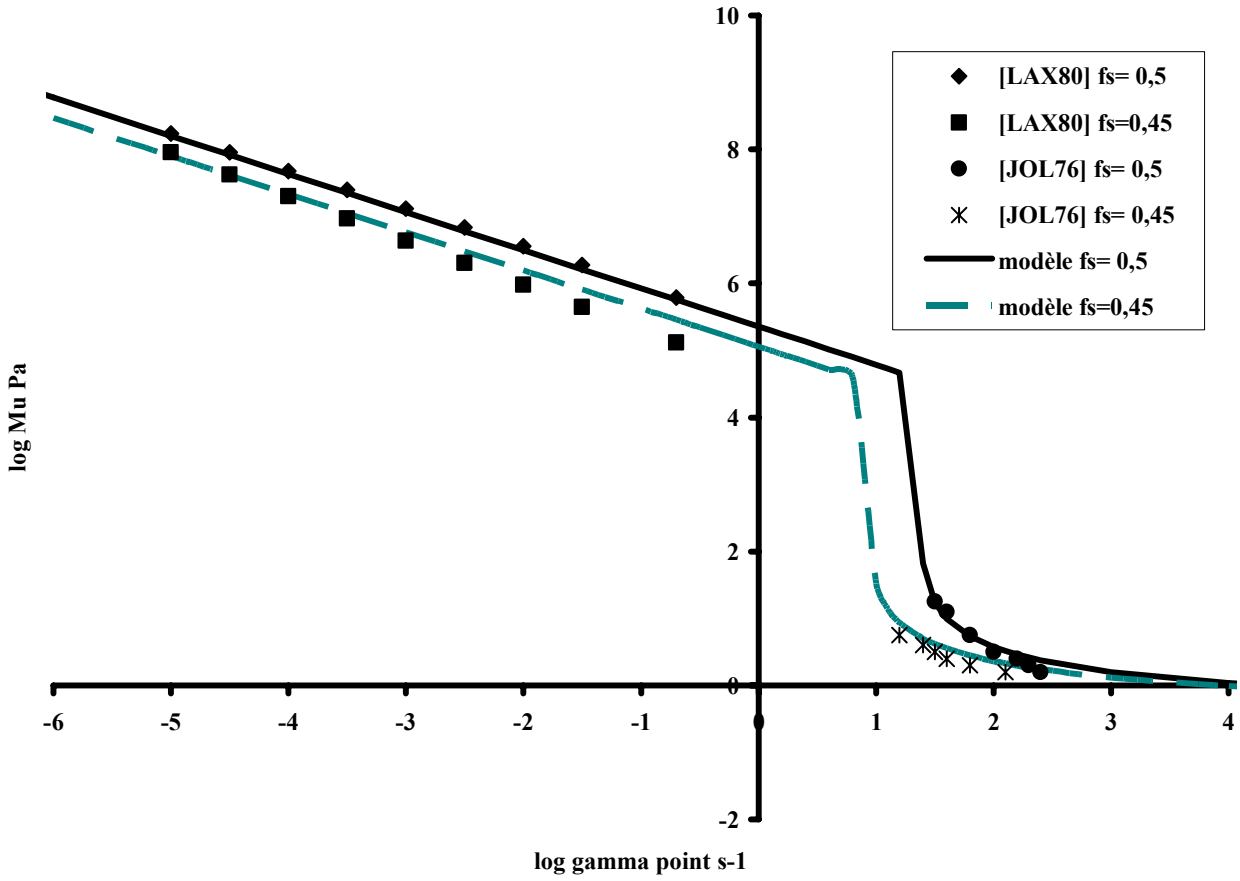
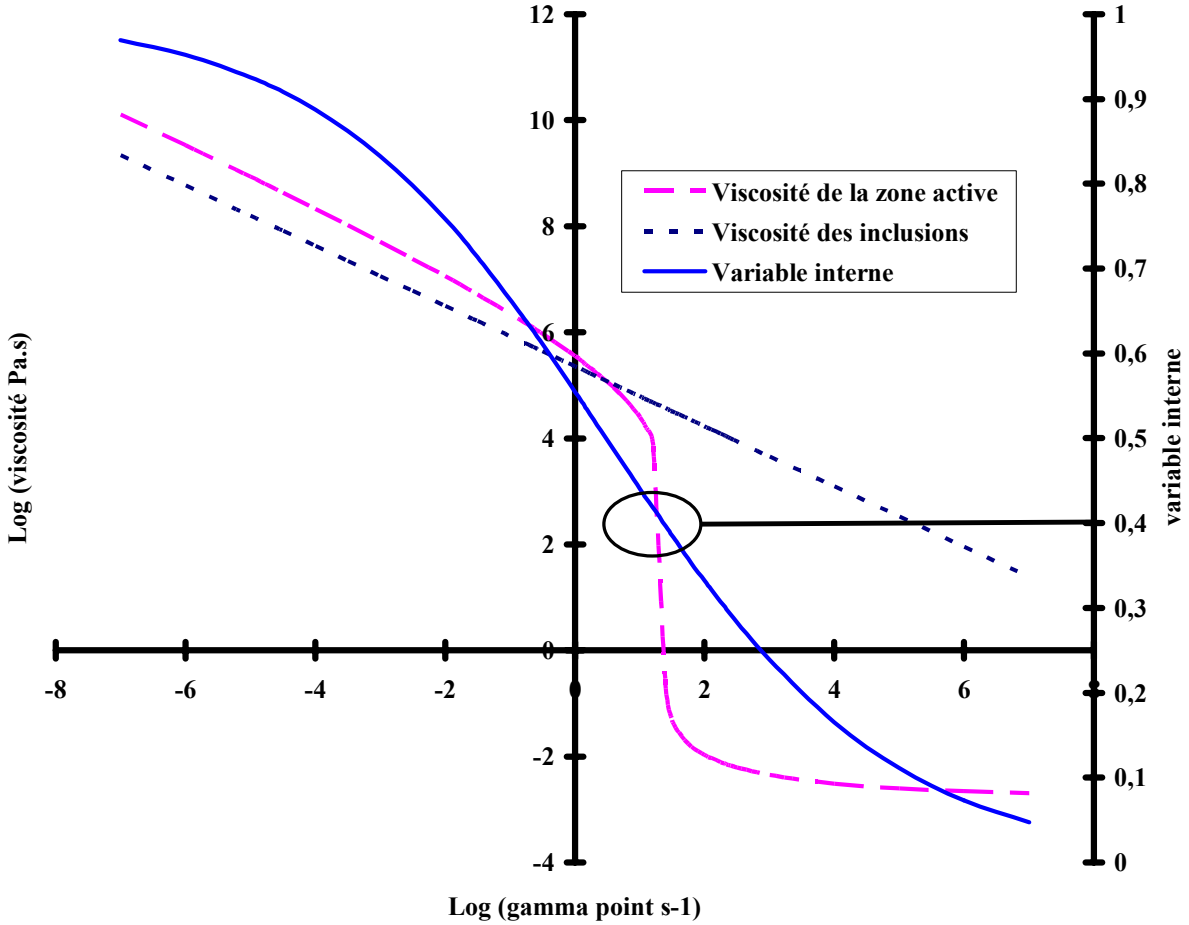


Figure 19 : comparaison entre le modèle et les données expérimentales pour du Sn-15%Pb pour toute la gamme de vitesses de cisaillement pour des fractions de solide égales à 0.5 et 0.45 (échelle logarithmique).

La **figure 20** illustre l'évolution de la variable interne f_A^s, de la viscosité de la zone active et des inclusions en fonction de la vitesse de cisaillement La variable interne à tendance à décroître avec une augmentation de la vitesse de cisaillement. Pour des vitesses de cisaillement s'échelonnant de 10^{-5} à 1 s^{-1}, la fraction volumique de solide, dans la zone active, alors supérieure à 0.4, « gouverne le comportement du matériau ». En effet, dans ce cas, la

déformation est localisée dans les pontages solide-solide de la zone active, conduisant ainsi à une viscosité élevée. Les propriétés de la zone active étant alors régies par la phase solide, le



comportement du matériau semi-solide est assimilé à un comportement viscoplastique de type comportement solide.

Figure 20 : évolution de la variable interne f_A^s, de la viscosité de la zone active et des inclusions en fonction de la vitesse de cisaillement

La valeur du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m figurant dans l'équation constitutive de la phase solide est prise proche de 0.4, ce qui est cohérent avec la valeur de ce coefficient pour un matériau solide déformé à chaud. Par contre, la valeur de la consistance du solide K^s est inférieure à la valeur trouvée pour un solide pur à la même température. Cette dernière peut être calculée en s'appuyant sur une extrapolation de loi de fluage déterminée par N'Guyen [NGU91]. De par cette loi, la consistance pour un solide a été

trouvée égale à 15 MPa.s. Comme l'ont suggéré Kiuchi et al [KIU00] ainsi que Modigell et al [MOD98] dans leurs travaux, le réseau solide dans un matériau semi-solide n'est pas aussi « résistant » que le solide parfaitement compact. Il est plus aisé de séparer deux aimants par cisaillement, les deux aimants s'apparentant ici à deux particules solides connectées par un pontage, que de cisailler un bloc formé d'un seul morceau. Ainsi, K^s ne représente non pas la résistance à l'écoulement d'un solide compact mais décrit la « résistance d'agglomération » entre les pontages du squelette solide. Lorsque la vitesse de cisaillement augmente, les pontages vont être petit à petit brisés pour devenir quasi inexistants. Cette rupture de pontages conduit à une chute progressive de la fraction volumique de solide dans la zone active pour finalement chuter brutalement à une fraction de 0.4. Cette valeur est directement liée à la « conception » du modèle auto-cohérent appliqué à un système pour lequel le contraste entre les différentes phases est très important : elle correspond à son seuil de percolation [DEG79, STA85]. Dans les cas où $f_A^s < 0.4$, le degré d'agglomération entre les particules solides n'est pas suffisant pour former dans le matériau un squelette rigide. Alors que précédemment, la phase solide imposait son comportement viscoplastique, lorsque f_A^s est inférieure à une certaine valeur la phase liquide gouverne avec un comportement de type newtonien. Ce changement de phase « gouvernante » conduit directement à la chute brutale de la viscosité du matériau.

Le rôle de la phase solide est décrit par deux paramètres qui sont : le seuil de percolation défini comme étant la fraction solide critique pour laquelle la percolation de la phase solide est atteinte ainsi que la fraction de solide dans la zone active qui correspond par ailleurs à la fraction de solide active dans le transfert d'effort d'un grain à l'autre. Le premier de ces deux paramètres est supposé être indépendant de la vitesse de cisaillement et sa valeur

est choisie comme étant égale à 0.4. Ce choix est fondé sur les raisonnements suivants. Etant donné que le nombre de pontages solide-solide est très inférieur à la quantité de particules solides, la fraction volumique de zone active doit être beaucoup plus faible que la fraction volumique d'inclusions. Ce qui est cohérent avec la valeur f_A identifiée (**Tableau 16**). De ce fait, la fraction volumique de solide contenue dans l'inclusion est très proche de la fraction volumique globale de solide. Il est donc nécessaire de relier le seuil global de percolation f_c et le seuil de percolation mécanique des inclusions lié directement à la formulation du modèle auto-cohérent. Néanmoins, ce seuil de percolation est un paramètre statique et ne permet pas de décrire ni la densité du réseau solide ni son influence sur la résistance à la déformation. Dans le présent modèle, ces rôles sont attribués à un autre paramètre qui est la fraction volumique de solide dans la zone active. Ce paramètre permet de prendre en compte l'évolution de la microstructure comme fonction de la vitesse de cisaillement.

17.4.2 Confrontation modèle / AZ91

Dans la littérature, divers alliages de magnésium à l'état semi-solide ont été étudiés. Ces alliages font partie des familles AZ (AZ31, AZ91, AZ99,….), AM (AM50, AM60, AM70) ou encore ZE (ZE33, ZE42) [RYO94,TIS90, SAN92, NUS96, COL93]

L'alliage de magnésium AZ91 a été retenu pour cette étude pour la quantité de données expérimentales.

La confrontation entre le modèle micro-macro et les points expérimentaux issus de la littérature sur l'alliage de magnésium AZ91 à structure globulaire reprend exactement la même démarche que pour la confrontation modèle/Sn-15%Pb.

La microstructure globulaire obtenue par refusion partielle d'un alliage AZ91 est observée sur la **figure 21**. Tout comme sur la microstructure du Sn-15%Pb, une répartition spécifique du solide et du liquide est observée. La schématisation du modèle se retrouve bien : des particules solides comportant du liquide piégé, du liquide « libre » et des pontages entre certaines particules solides

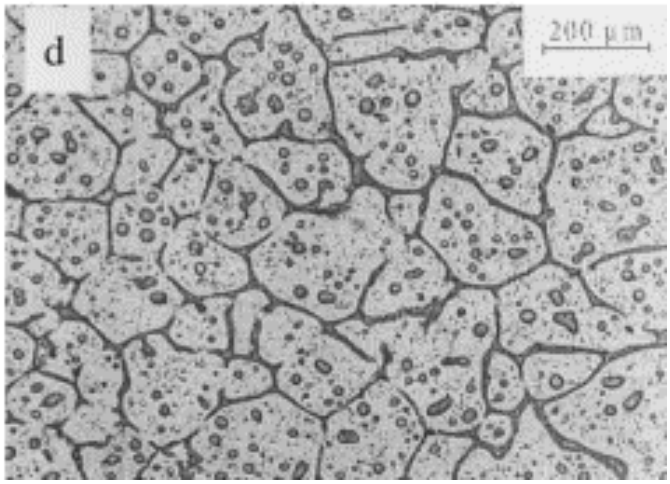


Figure 21 : microstructure d'un alliage AZ91semi-solide obtenu par refusion partielle [GEB99]

La **figure 22** permet d'observer les divers résultats obtenus à fortes vitesses de déformation (environ 10^2 s^{-1} à $10^3 s^{-1}$) sur viscosimètre [GHO94] et par filage inverse [GEB99]. Les fractions de solide ont des valeurs très proches et sont respectivement égales à 0.515, 0.674, 0.58.

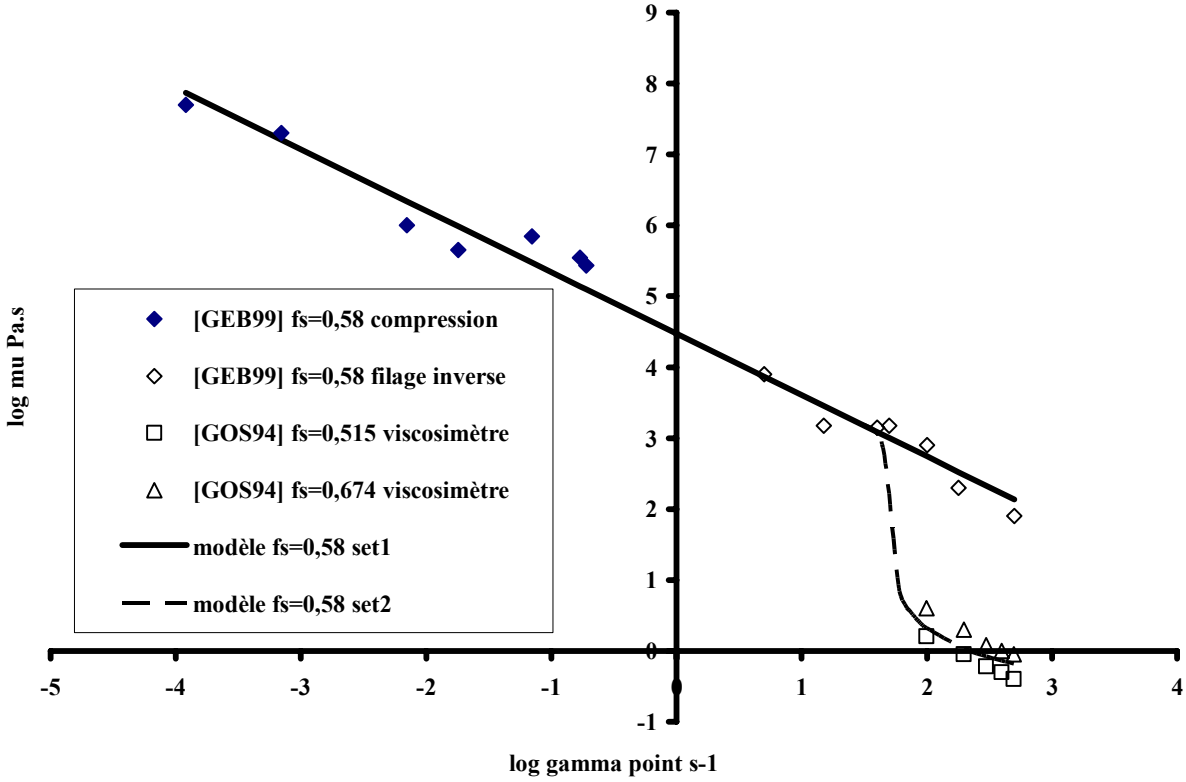


Figure 22 : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour un alliage de magnésium AZ91 et confrontation avec le modèle

Le **tableau 23** présente les valeurs des paramètres appliquées pour ajuster les résultats obtenus pour les deux types de tests. La seule différence entre ces deux groupes de paramètre apparaît sur le coefficient D intervenant dans l'équation d'évolution de la fraction de solide dans la zone active.

	K^s (MPa)	m	D	n	f_A
Set 1	0.062	0.1338	0.95	0.2	0.025
Set 2	0.062	0.1338	0.2	0.2	0.025

Tableau 23 : Valeurs permettant d'obtenir la meilleure corrélation entre résultats numériques et expérimentaux pour de l'AZ91

17.4.3 Confrontation modèle / Aluminium

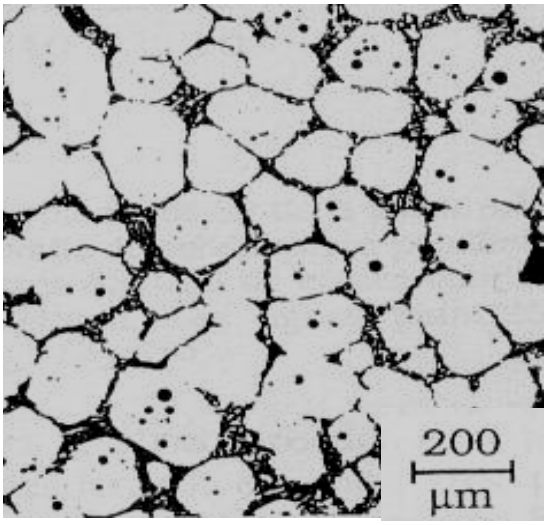
Dans la littérature, de nombreux alliages à base d'aluminium (Al-Cu, Al-Si) à l'état semi-solide ont été étudiés [FIG00, XIA00, KAN99, MAD96].

Les alliages à base d'aluminium de type Al Si 7 Mg, c'est à dire la famille des A356 et A357, ont été retenus pour cette étude.

Tout comme pour la confrontation modèle/magnésium, la démarche est semblable à celle pour le Sn-15%Pb et donc la justification de certaine valeur (seuil de percolation par exemple) n'est pas reprise dans ce paragraphe.

La microstructure globulaire obtenue par refusion partielle d'un alliage AS7G03 (A356) est observée sur la **figure 24**. Tout comme pour les deux microstructures précédentes (Sn-15%Pb et AZ91), une répartition spécifique du solide et du liquide est observée. La distribution des phases est celle retenue par le modèle micro-macro proposé : des particules solides comportant du liquide piégé, du liquide « libre » et des pontages entre certaines particules solides.

Figure 24 : microstructure d'un alliage d'aluminium A356 semi-solide obtenue



par refusion partielle maintenu à 580°C(fs=0.45)pendant 30 minutes [LOU92]

La **figure 25** montre les résultats obtenus par Loué [LOU92] pour deux alliages Al-Si semi-solides (refusion partielle) en réalisant des essais de compression entre deux plateaux parallèles (pour taux de cisaillement $<10^{-1}$ s^{-1}) et des essais de filage inverse (pour taux de cisaillement supérieur à 10^{-1} s^{-1}).

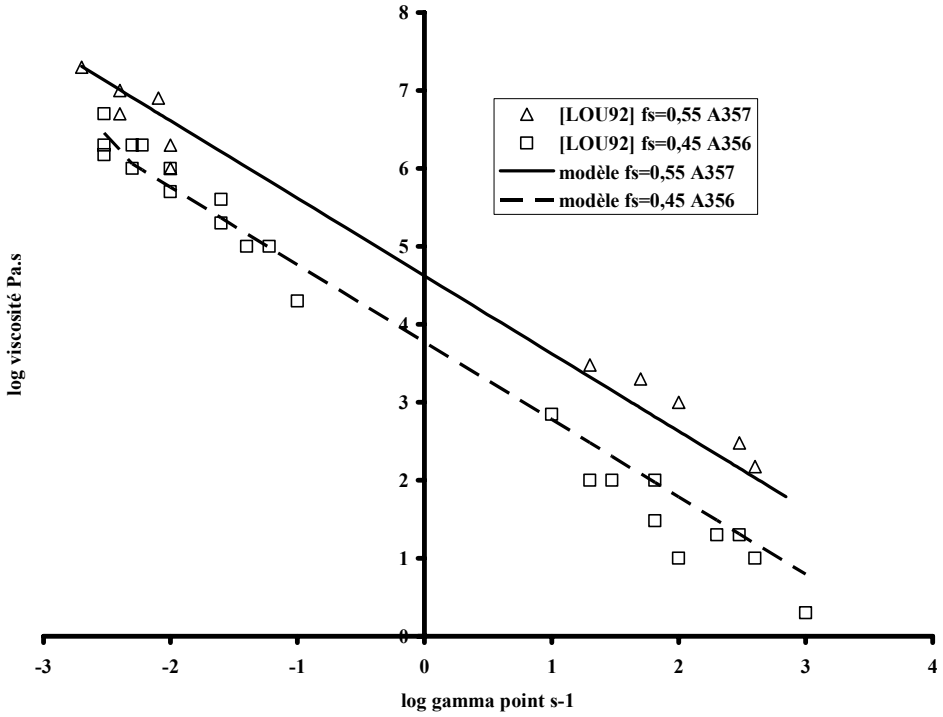


Figure 25 : viscosité en fonction du taux de cisaillement pour deux alliages Al-Si semi-solides [LOU92] et confrontation modèle

La viscosité de la phase liquide est prise égale à $1.15x10^{-3}$ Pa.s [LUC84]. La fraction volumique critique de solide f^c est prise égale à 0.4. La fraction volumique de zone active est considérée comme étant constante.

Comme dans le cas du Sn-15%Pb, l'identification des paramètres du modèle est réalisée à partir de comparaisons successives faites entre les résultats numériques du modèle et les résultats expérimentaux issus de la littérature pour toute la gamme de vitesses de cisaillement considérée (environ de 10^{-4} s^{-1} à 10^{3} s^{-1}) pour une fraction de solide égale à 0.45 et 0.55. Le **tableau 26** rassemble les valeurs des paramètres permettant d'obtenir la meilleure corrélation entre le modèle et les points expérimentaux pour les deux cas considérés et la **figure 25** illustre la comparaison modèle/expérimental.

	K^s (MPa)	**m**	**D**	**n**	**f_A**
A356	0.042	0.0038	0.2	0.2	0.01
A357	0.097	0.0038	0.2	0.2	0.01

Tableau 26 : Valeurs permettant d'obtenir la meilleure corrélation entre résultats numériques et expérimentaux pour un alliage A356 pour une fraction de solide de 0.45pour un alliage A357 pour une fraction de solide de 0.55

17.4.4 Confrontation modèle/acier

Dans le chapitre précédent, l'identification des paramètres rhéologiques de l'acier durant la mise en forme par thixoforgeage a été réalisée en s'appuyant sur des simulations numériques couplées à une méthode inverse. La connaissance de ces paramètres (consistance K, coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m) permet de retrouver la viscosité du

matériau en fonction de la vitesse de déformation. Le modèle micro-macro, développé peut alors être appliqué afin d'analyser les propriétés rhéologiques de l'acier.

La microstructure globulaire obtenue par refusion partielle d'un acier C80 est observée sur la **figure 27**. Solide et liquide sont répartis d'une façon spécifique. La schématisation du modèle se retrouve bien : des particules solides comportant du liquide piégé, du liquide « libre » et des pontages entre certaines particules solides.

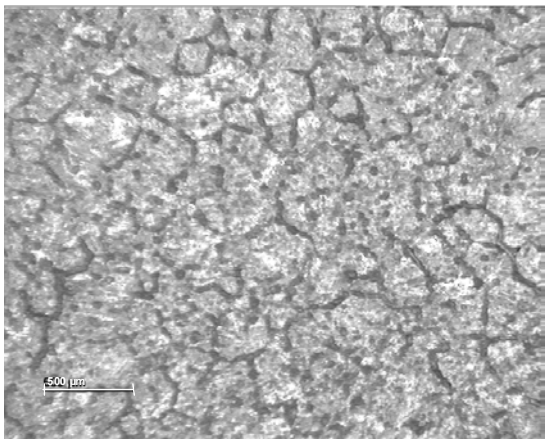


Figure 27 : microstructure d'un acier C80 semi-solide obtenue par refusion partielle

L'identification des paramètres est obtenue à partir de comparaisons successives entre les résultats numériques du modèle et les points expérimentaux pour une fraction de solide de 0.6. La gamme de vitesses de déformation s'étend de $10s^{-1}$ à $475s^{-1}$. Pour ces calculs, la consistance de la phase liquide est prise égale à $4.94x10^{-3}$ Pa.s [LUC84]. Les paramètres identifiés sont la consistance de la phase solide ainsi que le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m. En première approximation, la fraction de zone active est considérée comme étant constante durant l'évolution de la vitesse de déformation et est prise

très petite ($2.7x10^{-5}$). Le paramètre m, apparaissant dans l'équation constitutive de la phase solide est égale à 0.45, ce qui est cohérent avec la valeur correspondant à la déformation à chaud d'un matériau solide. La consistance de la phase solide est trouvée égale à 1.5 MPa.s. Ces différentes valeurs donnant une corrélation modèle/expérience satisfaisante sont reportées dans le **tableau 28**.

Paramètres	m	Ks (MPa.s)	Kl (MPa.s)	f_A	D	n
Valeurs	0.45	1.5	$4.94*10^{-9}$	$2.7*10^{-5}$	0.9	0.2

Tableau 28 : Jeu de paramètres satisfaisant pour la corrélation modèle/filage axial pour du C80

Comme le montre la **figure 29**, le modèle est capable de décrire convenablement l'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse de déformation et ceci en partie grâce à l'introduction de la variable interne.

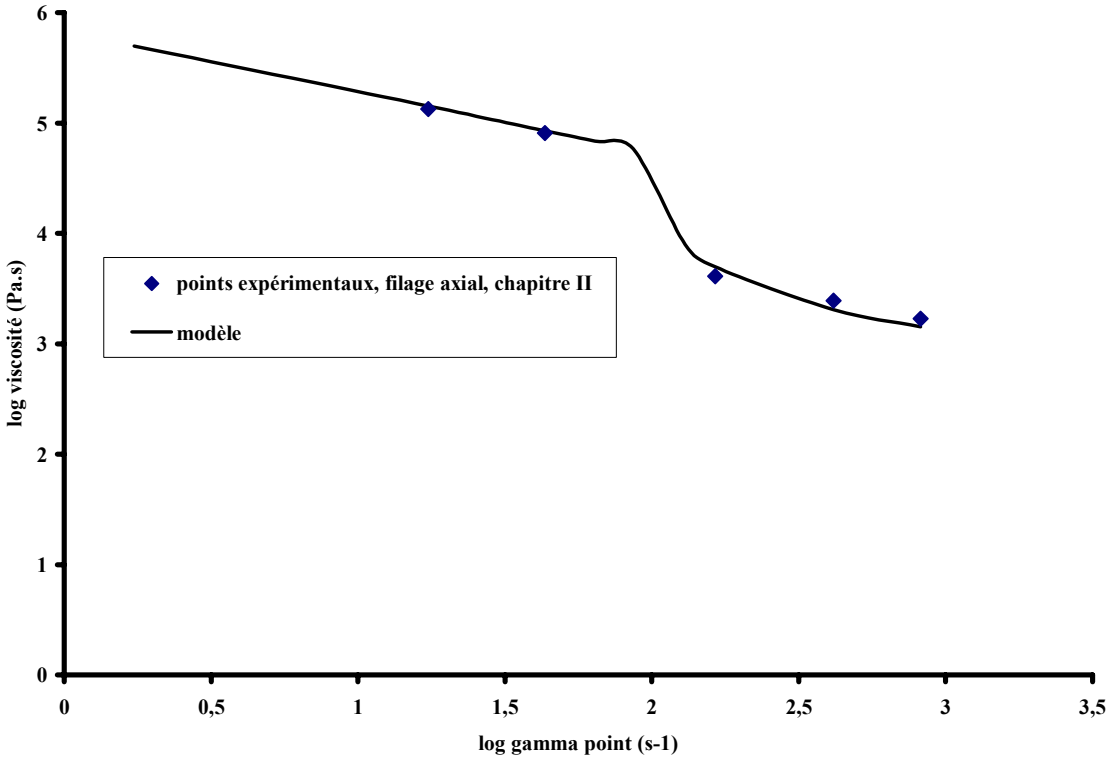


Figure 29 : Confrontation modèle/points expérimentaux issus des essais de filage axial sur du C80

17.4.5 Discussion

Concernant l'alliage de Plomb-Etain, la **figure 19** permet de comparer résultats expérimentaux et numériques pour des fractions volumiques de solide égale à 0.45 et 0.5. Une augmentation de la fraction solide implique une augmentation de la viscosité, ce qui est particulièrement bien décrit par le modèle dans la zone 1. Comme il est expliqué précédemment, l'efficacité du réseau solide est directement liée à la fraction volumique de solide dans la zone active qui augmente quand la fraction de solide globale augmente. Par contre, la consistance de la phase solide est supposée constante et ne dépend pas de la fraction volumique globale de solide et donc pas de la température. Cette hypothèse est justifiée par la bonne corrélation existante entre résultats expérimentaux et numériques obtenus dans la zone 1. Pourtant, il est certain que cette supposition peut ne plus être valable pour d'autres fractions de solide. L'augmentation de la fraction globale de solide ne fait pas qu'augmenter la viscosité pour une vitesse de cisaillement donnée mais a également un effet direct sur la région de transition : plus la fraction de solide augmente, plus la chute de viscosité apparaîtra tardivement, c'est-à-dire plus il faudra une vitesse de cisaillement élevée pour observer la chute. En d'autres termes, la vitesse de déformation critique nécessaire à briser un nombre suffisant de pontages solide-solide, c'est-à-dire pour obtenir une fraction de solide dans la zone active égale à 0.4, et à libérer assez de liquide pour atteindre un comportement newtonien augmente quand la fraction globale de solide augmente. Ce phénomène est traduit par l'équation (4). Cette tendance à décaler la zone de transition semble être en accord avec les résultats expérimentaux mais demande confirmation avec des résultats expérimentaux complémentaires dans la zone de transition. Il est nécessaire de préciser que la loi d'évolution

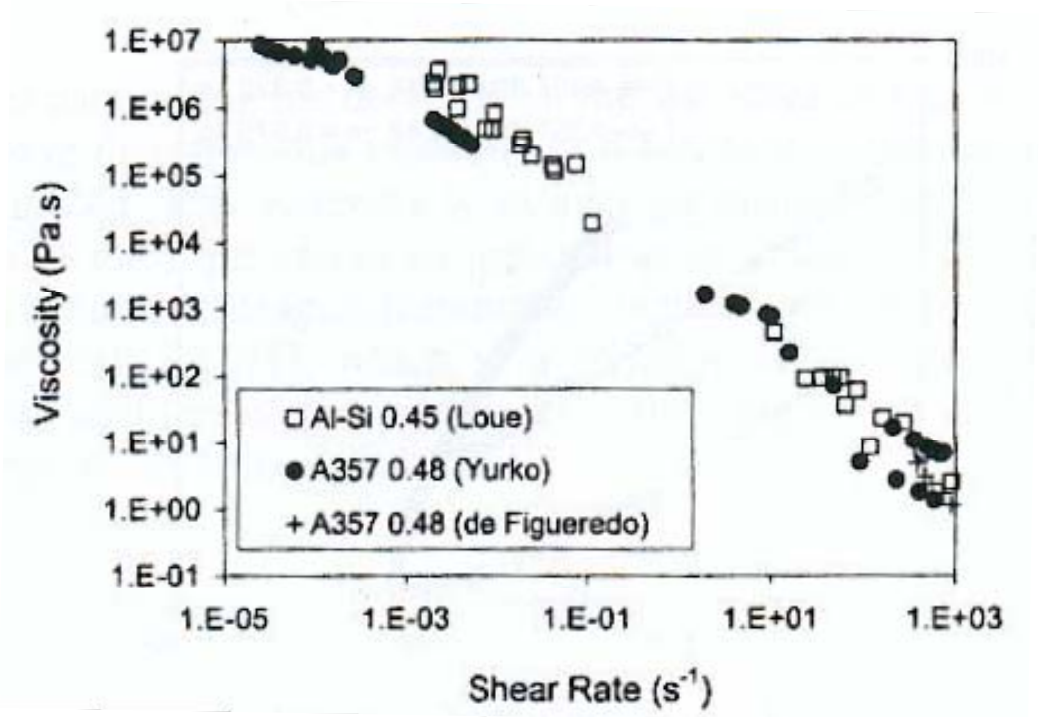
de la fraction solide dans la zone active a été identifiée au travers de résultats expérimentaux pour une fraction globale de solide de 0.5. Les deux coefficients D et n apparaissant dans l'équation (2) et supposés constants pour les simulations numériques, sont très probablement dépendants de la fraction globale de solide d'une part et de la vitesse de cisaillement d'autre part.

Comme le montre la **figure 22** concernant l'alliage de magnésium étudié, les viscosités mesurées à partir de tests en viscosimètre sont plus faibles que celles mesurées à partir des essais de filage inverse pour la même vitesse de cisaillement. Divers auteurs [GHO94, GEB99, MOD00, FAN02] pensent que cette différence de mesure, d'un rapport 4 environ, peut être attribuée à la différence de microstructure des matériaux durant les essais. En effet, les essais de filage inverse sont réalisés à partir d'alliages ayant subi une refusion partielle alors que les essais en viscosimètre ont été réalisés à partir d'alliages partiellement solidifiés. Modigell et Koke [MOD00] ont montré, pour un alliage Sn-15%Pb, que le diamètre moyen des particules solides pour un alliage refondu est environ 6 fois plus faible que pour un alliage partiellement solidifié. De plus, les pontages entre les particules solides sont plus résistants en raison de la dépendance au temps du phénomène d'agglomération. Ainsi les semi-solides possèdent un réseau solide plus fortement connecté dans le cas des essais de filage inverse que dans le cas des essais en viscosimètre. Ceci induit des mesures de viscosité plus élevées. Ce qui est cohérent avec les valeurs de f^s_A trouvées dans ce cas qui restent supérieure à 0.4. La **figure 22** illustre également les mesures de viscosité, à faibles vitesses de déformation, obtenues lors d'essais de compression entre plateaux parallèles. Il est quasi possible de joindre par une ligne droite les points obtenus à basses vitesses et ceux obtenus à grandes vitesses en filage inverse. Ceci est certainement lié au fait que dans les deux cas les essais ont été réalisés sur des alliages ayant subi une refusion partielle. Le modèle présenté prend bien en compte cette différence structurale au travers de la fraction de solide de la zone active, la variable

interne. La corrélation entre numérique et expérimental est satisfaisante comme le montre la **figure 22**. Il est nécessaire de souligner que la transition solide-liquide n'est pas clairement identifiée étant donné le manque de points expérimentaux. La vitesse de cisaillement pour laquelle se produit ce changement de comportement est donnée à titre indicatif par le modèle.

Par rapport aux résultats obtenus pour le Sn-15%Pb, la consistance du solide est beaucoup plus faible dans le cas de l'AZ91 (1 MPa.s pour le Sn-15%Pb contre 0.062 MPa.s pour le magnésium). De même le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m ne vaut plus 0.43, ce qui est proche de la valeur pour la déformation à chaud des matériaux solides, mais prend une valeur beaucoup plus faible : 0.13, qui se rapproche du liquide. La corrélation entre numérique et expérimentale est satisfaisante.

Il est nécessaire de souligner que la transition solide-liquide n'existe pas dans les cas traités pour l'aluminium. Cette tendance est confirmée par des essais plus récents de Yurko et Flemings [YUR02] sur un alliage d'aluminium et qui viennent conforter les points expérimentaux de Loué [LOU92] comme le montre la **figure 30**. De plus, il est nécessaire de modifier les paramètres du modèle afin d'obtenir une bonne corrélation entre les points expérimentaux et les résultats donnés par le modèle pour les différentes fractions de solide (**tableau 26**). Ceci ne va pas dans le sens prédictif du modèle. Dans ses travaux, Loué



[LOU92] associe le comportement de l'aluminium semi-solide à un comportement pseudo plastique de type $\mu = k\dot{\gamma}^{n-1}$.

Figure 30 :Comparaison de divers résultats expérimentaux obtenus sur un alliage A357 [YUR02]

Si la transition comportement de type solide à comportement de type liquide n'existe pas dans l'aluminium, cela peut être dû au matériau, aux essais rhéologiques réalisés, ou peut-être cette transition apparaît-elle pour des vitesses de déformation plus élevées.

La **figure 29** souligne la présence de deux domaines dans le cas de l'acier: Les cas du Plomb-Etain et du magnésium se retrouvent même si la transition solide-liquide présente une amplitude beaucoup plus faible. Aux faibles vitesses de déformation, la phase solide contrôle les propriétés de la zone active entraînant une forte viscosité et un comportement effectif viscoplastique de type « solide ». En effet, dans ce domaine de vitesse, il y a présence d'un squelette de solide assez fortement connecté qui participe activement à la transmission de l'effort. Aux plus fortes vitesses de déformation, une chute de la viscosité est observée. Plus la vitesse de déformation va croître, plus les liaisons entre les particules solides vont se briser conduisant à une diminution progressive de la fraction de solide dans la zone active jusqu'à une valeur critique de 0.4. Cette valeur correspond au seuil de percolation mécanique du modèle autocohérent classique dans le cas d'un milieu composé de deux phases incompressibles présentant un fort contraste mécanique [BER81]. Lorsque la fraction de solide dans la zone active est inférieure à 0.4, le nombre de pontage n'est plus suffisant pour obtenir un squelette rigide au sein du matériau. Ainsi, même si la transition solide-liquide présente une amplitude beaucoup plus faible, les propriétés du semi-solide sont gouvernées par la phase liquide et celui-ci se comporte comme un fluide newtonien.

18 Conclusion

Le comportement des matériaux semi-solides est modélisé ici en se servant d'outils de micromécanique et en appliquant le principe du modèle 3 phases. Le modèle prend en compte une répartition particulière, proche de la réalité, des phases solide et liquide, et met en avant les mécanismes de déformation prédominants. Le modèle capte très bien le rôle des deux phases. L'évolution de la répartition des phases durant la déformation et la localisation de la déformation sont pris en compte par le choix du motif morphologique représentatif et par la variable interne. La chute brutale de la viscosité dans la zone de transition est directement liée aux conditions imposées par la méthode autocohérente. Le contraste entre le comportement des deux phases est trop grand. De plus, le seuil de percolation a un rôle trop important par rapport au rôle de la fraction de solide dans la zone active, la variable interne.

Il serait intéressant d'améliorer la formulation de la loi d'évolution de la variable interne qui ne dépend pour le moment que de la vitesse de déformation et de la fraction volumique de solide globale, ce qui est encore trop grossier. L'étude pourrait porter sur l'introduction de nouvelles variables internes ou ce serait non plus la fraction de solide dans la zone active qui varierait mais directement la zone active, ou encore le comportement de la phase liquide ne serait plus supposé newtonien.

L'application du modèle au travers de comparaison avec des résultats expérimentaux a été réalisée et donne des résultats satisfaisants. Les capacités prédictives du modèle ont également été prouvées dans ce chapitre pour les divers alliages étudiés sauf dans le cas de l'aluminium. Il a également été mis en évidence que les moyens expérimentaux, tout comme les moyens d'obtention de l'état semi-solide (solidification ou refusion partielles) ont une réelle influence sur les résultats obtenus. Ceci a été souligné en particulier dans le cas de l'alliage de magnésium étudié.

La validité du modèle étant prouvée, il serait intéressant de l'implémenter dans un code d'éléments finis afin de simuler au mieux le comportement des semi-solides et d'optimiser les choix des matériaux ou encore la vitesse de cisaillement optimale permettant d'atteindre les contraintes les plus faibles durant la mise en forme par thixoforgeage.

19 Références bibliographiques

[ABO86] Abouaf M., Chenot J.L., *Modélisation numérique de la déformation à chaud des poudres métalliques*, J.of Th. And Appl. Mech., 5, 1986, pp121-140.

[ALE00] Alexandrou A.N., Burgos G.R., Entov V.M., *Rheology of semi-solid suspensions : current understanding and future challenges*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp161-167.

[BAT72] Batchelor G. K., Green J. T., *The hydrodynamic interaction to two small freely moving spheres in a linear flow field*, J. Fluid Mech., 56, 1972, pp375-400.

[BAT72a] Batchelor G. K., Green J. T., *The determination of the bulk stress in a suspension of spherical particles to order 2*, J. Fluid Mech., 56, 1972, pp401-427.

[BEN78] Bensoussan A., Lions J.L., Papanicolaou G., *Asymptotic Analysis for periodic structures,* North Holland, Amsterdam, 1978.

[BER81] Berveiller M., Zaoui A., A simplified self-consistent scheme for the plasticity of two-phase metals, Res Mechanica Letters, 11, 1981, pp119-124.

[BER95] Berveiller M., Zaoui A., *Modélisation du comportement mécanique des solides microhétérogènes*, Introduction à la mécanique des polymères éd. G'sell C., Haudin J.M., Institut National Polytechnique de Lorraine, 1995, pp225-249.

[BUR98] Burgos G.R., Alexandrou A.N., Entov V., *Two-phase model of flow of semi-solid materials*, 5th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Golden, Colorado, June 23-25 ,1998, pp217-224.

[BUR99] Burgos G.R., Alexandrou A.N., J. Rheol, 43, 1999, pp485-498.

[CHA85] Charreyron P.O., Flemings M.C., *Rheology of semi-solid dendritic Sn-Pb alloys at low strin rate : application to forming process*, Int. J. Mater. Sci., 27, 11, 1985, pp 781-791.

[CHE94] Cherkaoui M, Sabar H., Berveiller M, *Micromechanical approach of the coated inclusion problem and applications to composite materials*, J. of Eng. Mat. and Tech., 116, 1994, pp274-278.

[CHR79] Christensen R.M., Lo K.H., *Solutions for effective shear properties in three-phase sphere and cylinder models*, J. Mech. Phys. Solids, 27, 1979, pp315-330.

[COL93] Collot J., *Les différentes techniques de préparation et de mise en forme à l'état semi-solide des alliages métalliques : applications aux alliages de magnesium*, Fonderie Fondeur d'aujourd'hui, 129, 1993, pp35-46.

[CRO65] Cross M.M., *Rheology of non newtonian fluids : a new flow equation for pseudoplastic systems*, J. of Colloïd Sci., 20, 1965, pp417-437.

[DEG79] De Gennes P.G., *Scaling concepts in polymer physics*, Cornell UP, New York,1979.

[DOH84] Doherty R., Lee H., Feest E., *Microstructure of stir-cast metal*, Mat. Sc. And Eng., 65, 1984, pp181-189.

[EIN06] Einstein A., *Eine neue Bestimmung des moleküldimensionen*, Ann. Phys., 19, 1906, pp289-306.

[EIN11] Einstein A., *Berichtung zu meiner Arbeit : eine neue Bestimmung des moleküldimensionen*, Ann. Phys., 34, 1911, pp591-592.

[ESH57] Eshelby J.D., The *determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems*, Proc. R. Soc. Lond., A241, 1957, pp376-396.

[FAN02] Fan Z., Chen J.Y., *Modelling of rheological behaviour of semi-solid metal slurries. II : steady state behaviour*, Mat Sci Tech, 18, 3, 2002, pp 243-249.

[FIG00] De Figueredo A.M., Kato A., Flemings M.C., *Viscosity of semi-solid A357 alloy in the transient high shear rate regime*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp477-482.

[FLE91] Flemings M.C*., Behavior of Metal alloys in the semisolid state*, Metall. Trans. A, 22, 1991, pp957-981.

[FRA67] Frankel N.A., Acrivos, *On the viscosity of a concentrated suspensions of solid spheres*, Chem. Eng. Sc., 22, 1967,pp 847-853.

[GEB99] Gébelin J.C., *Etude expérimentale et simulation numérique du comportement de l'alliage de magnesium AZ91 à l'état semi-solide*, Thèse, INP Grenoble, 1999.

[GEI00] Geindrault C., Auriault J.L., *Mechanical behavioour of metallic alloys in semi-solid state : mathematical modelling by an upscaling technique***,** , 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp831-836.

[GOS94] Gosh D., Fan R., Vanschilt C., *Thixotropic properties of semi-solid magnesium alloys AZ91D and AM50*, 3rd International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, 1994, pp. 85-94

[GUN92] Gunasekera J.S., *Development of a constitutive model for mushy (semi-solid) materials*, 1992, 2nd International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Cambridge, Massachussets, Edition S.B. Brown and M.C. Flemings, 1992, pp. 211-222.

[HAS69] Hashin Z., *The inelastic inclusion problem*, Int. J. Eng. Sci., 7, 1969, pp11-36.

[HER90] Hervé E, Zaoui A., *Modelling the effective behavior of non-linear matrix-inclusion composites*, Eur. J. Mech A, 9, 1990, pp505-515.

[HER93] Hervé E., Stolz C., Zaoui A., *On the behaviour of inhomogeneous elastic media : variational approach and morphological analysis*, Mat. Sci. Forum, 123-125, 1993, pp245-256.

[HIL83] Hill R., *Interfacial operators in the mechanics of composite media*, J. Mech. Phys. Solids, 31, 4, 1983, pp347-357.

[HIR93] Hirai M., Takebayashi K., Yoshikawa Y., *Effect on chemical composition on apparent viscosity of semi-solid Alloys*, ISIJ Int, 33, 11, 1993, pp1182-1189.

[ITO92] Ito Y., Flemings M.C., Cornie J.A., *Rheological behaviour and microstructure of Al-6wtpcSi. Nature and Properties of Semi-Solid materials*, edited by Shekar J.A. and Dantzig J.A., TMS, Warrendale, PA, 1992, pp3-17.

[JOL76] Joly P.A., Mehrabian R., *The rheology of a partially solid alloy*, J. of Mat. Sci., 11, 1976, pp1393-1418.

[KAN99] Kang C.G., Choi J.S., Kim K.H., *The effect of strain rate on maroscopic behavior in the compression forming of semi-solid aluminium alloy*, J. Mat. Proc. Tech, 88, 1999, pp159-168.

[KAT91] Kattamis T.Z., Piccone T.J., *Rheology of semi-solid Al-4.5%CU-1.5%Mg alloy*, Mat. Sci & Eng., A131, 2, 20 Jan. 1991, pp262-272.

[KIR00] Kirkwood D.H., Ward P.J., Barkhudarov M., Chin S.B., Atkinson H.V., Liu T.Y., *An initial assessment of the flow-3D thixotropic model*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp545-551.

[KIU00] Kiuchi M., Yangimoto J., Yokobayashi H., *A new mathematical model to simulate flow of mushy/semi-solid alloys*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29 2000, pp507-513.

[KOK99] Koke J., Modigell M., Petera J., Appl. Mech Eng,4, 1999, pp345-350

[KOK00] Koke J., Hufschmidt M., Modigell M., Heine C., Han S., Stapf S., Petera J., *Segregation and wall slip in semi-solid alloys : measurement, modelling and simulation*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29 2000, pp623-628.

[KRI59] Krieger I. M., Dougherty T. J., *A mechanism for non newtonian flow in suspensions of rigid spheres*, Trans. Soc. Rheol., 3, 1959, pp137-152.

[KUH71] Kuhn H.A., Downey C.L., *Deformation characteritics and plasticity theory of sintered powder materials*, Int. J. of Powder Metall., 7, 1, 1971, pp15-25.

[KUM92] Kumar P., Martin C., Brown S.B., *Flow behavior of semi-solid alloys slurries*, 2nd International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, edition S.B. Brown and M.C. Flemings, Cambridge, Massachussetts, 1992, pp248-262.

[KUM93] Kumar P., Martin C., Brown S.B., *Shear rate thickening behavior of semisolid slurries*, Metall. Trans. A, 24, 1993, pp1107-1116.

[KUM94] Kumar P., Martin C., Brown S.B., Constitutive modeling and characterization of the flow behavior of semi-solid metal alloy slurries – I The flow response, Acta Metall. Mater., 42, 1994, pp3595-3602.

[LAL85] Lalli L.A., *A model for deformation et segregation of solid liquid mixtures*, Metall. Trans. A, 16A, 1985, pp1393-1403.

[LAX80] Laxmanan V., Flemings M., *Deformation of semi-solid Sn-15 pct Pb alloy*, Met. Trans. A, 11A, 1980, pp1927-1937.

[LEH85] Lehuy H, Masounave J., Blain J, *Rheological behaviour and microstructure of stir-casting zinc aluminium alloys*, J. of Mat. Sci., 20, 1, Jan. 1985. pp105-113.

[LOU92] Loué W.R., *Evolution microstructurale et comportement rhéologique d'alliages Al-Si à l'état semi-solide*, Thèse INP Grenoble, 1992

[LUC84] Lucas L.D., *Viscosité des principaux métaux et métalloïdes*, Tech. Ing., MB1, M66, 1984

[MAC97] Mc Lelland A.R.A., Henderson N.G., Atkinson H.V., Kirkwood D.H., *Anomalous rheological behavior of semi-solid alloy slurries at low shear rates*, Mat Sci Eng, A232, 1997, pp110-118.

[MAD96] Mada M. and Ajersch F., *Rheological model of semi-solid A356-SiC composite alloys. Part I : dissociation of agglomerate structures during shear*, Mat. Sci and Eng, A212, 1996, pp157-170.

[MAD96a] Mada M. and Ajersch F., *Rheological model of semi-solid A356-SiC composite alloys. Part II : Reconstitution of agglomerate structure at rest*, Mat. Sci and Eng, A212, 1996, pp171-177.

[MAR94] Martin C., Kumar P., Brown S.B., *Constitutive modeling and characterization of the flow behavior of semi-solid metal alloy slurries – II Structural evolution under shear deformation*, Acta Metall. Mater., 42, 1994, pp3603-3614.

[MAR95] Martin C.L., Brown S. B., Favier D., Suéry M., *Shear deformation of high solid fraction (>0.60) semi-solid Sn-Pb under various structures*, Mat. Sci. and Eng., A202, 1995, pp 112-122.

[MAR96] Martin C.L, Favier D., Suery M., Viscoplastic behaviour of porous metallic materials saturated with liquid part I and part II, Int. J. Plas., 13, 3, 1996, pp215-259.

[MOD98] Modigell M., Koke J., Petera J., *Two-phase model for metals alloys in the semi-solid state*, 5th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Golden, Colorado, June 23-25, 1998, pp317-326.

[MOD99] Modigell M., Koke J., *Time dependant rheological properties of semi-solid metal alloys*, Mech Time Depend Mater., 3, 1999, pp15-30.

[MOD00] Modigell M., Koke J., Kopp R., Neudenberger D., Sahm P.R., Klaassen O., Comparison of rheological measurement methods for semi-solid alloys, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp605-609.

[MOR56] Mori Y., Ototake N., Chem. Eng, vol 20, 1956, p488

[NAN90] Nan W.S, Guangji S., Hanguo Y., *Rheological study of partially solidified Tin-Lead and Aluminium-Zinc alloys for stir-casting*, Mater Trans, JIM, 31, 8, 1990, pp715-722.

[NGU91] N'Guyen T.G., *Modélisation du comportement rhéologique d'alliages semi-solides*, Thèse, INP Grenoble, 1991.

[NGU94] N'Guyen T.G., Favier D., Suéry M., *Theoritical and experimental study of the isothermal mechanical behaviour of alloys in the semi-solid state*, Int. J. of Plasticity, 10, 6, 1994, pp663-693.

[NUS96] Nussbaum A.I. « Ed », *Semi-solid forming of aluminium and magnesium*, Light metal age, June 1996, pp6-22.

[QUA96] Quaak C.J., Katgerman L., Kool W.H., *Viscosity evolution of partially solidified aluminium slurries after a shear rate jump*, 4th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Edited by D.H. Kirkwood and P. Kapranos, Univ. Of Sheffield, UK, 1996, pp35-39.

[QUE85] Quemada D., *Phenomenological reology of concentrated dispersions, I :clustering effects and structure dependent packing fraction*, J. Mech. Th. Appl, vol special, 1985, pp267-288.

[RIC70] Rice J.R., J of Appl. Mech., 47, 1970, pp728

[ROU00] Rouff C., Bigot R., Favier V., Robelet M., *Mechanical behavior of semi-solid materials*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp405-410.

[ROU00a] Rouff C., Bigot R., Favier V., Robelet, Characterization of semi-solid materials, Euromat 2000, Advanced in mechanical behaviour, plasticity and damage, 1, Editors Miannay D., Costa P., François D., Pineau A., 2000, 523-527.

[RYO94] Ryoo Y.H., Kim D.H., *Evolution of the microstructure during semi-solid state processing of Mg-Al-Zn-X alloys*, 3rd International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, 1994, pp95-104.

[SAN80] Sanchez-Palencia E., *Non homogeneous media and vibration theory,* Lectures notes in physics, 27, Springer-Verlag, Berlin, 1980.

[SAN92] Sannes S., Gjestland H., Arnberg L., *Thixotropic magnesium alloys*, 2nd International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, 1992, pp76-85.

[SEC84] Seconde J.F., *Microstructure et rhéologie des alliages Sn-Pb semi-solides*, Thèse, INP Grenoble, 1984

[SHI76] Shima S., Oyane M., *Plasticity theory for porous solid*, Int.l J. of Mech. Sci., 18, 1976, pp285-291.

[STA85] Stauffer D., *Introduction to percolation theory*, Taylor and Francis, London and Philadelphia, 1985.

[SUE82] Suery M., Flemings M.C., *Effect of strain rate on deformation behavior of semi-solid dendritic alloys*, Met. Trans. A, 13, 1982, pp1809-1819.

[SUE96] Suery M., *Mise en forme à l'état semi-solide : rhéoformage et thixoformage*, Tech. Ing., MC, M612, 1996.

[THO65] Thomas D., *Transport characteristic of suspension : VII a note on the viscosity of newtonian suspension of uniform spherical particles*, J. Colloid Sc, 20, 1965, pp267-277.

[TIS90] Tissier A., Apelian D., Regazzoni G., *Magnesium rheocasting : a study of processing-microstructure interactions*, J Mat Sci, 25, 1990, pp1184-1196.

[TOY91] Toyoshima S., Takahashi, *A numerical simulation of forming processes for semi-solid materials*, ISIJ Int, 31, 6, 1991, pp577-582.

[TUR91] Turng L.S., Wang K.K, *Rheological behavior and modelling of semi-solid Sn-15%Pb Alloy*, J. of Mat. Sci., 26, 1991, pp2173-2183.

[VAL98] Valer J., Saint Antonin F., Meneses P., Suery M., *Influence of processing on microstructure and semi-solid behavior of Al-Ge alloys*, 5th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Colorado, 1998, pp3-10.

[VAN49] Vand V., J. Phys. Colloïd. Chem., 52, 1949, p277

[VER00] Verrier S., Braccini M., Josserond C., Salvo L., Suéry M., Cloetens P., Ludwig W., *3D characterisation by x-ray tomography of semi-solid aluminium alloys,* 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp771-776.

[WAH00] Wahlen A., *Modeling the thixotropic flow behavior of semi-solid aluminium alloys*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp565-570.

[XIA00] Xiangjie Y., Shuisheng X., Taylan A., *Semi solid metal casting of aluminium alloys : the influence of shear rate on viscosity*, 6th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Turin (Italy), September 27-29, 2000, pp.533-538.

[YUR02] Yurko J.A., Flemings M.C., *Rheology and microstructure of semi-solid aluminium alloys compressed in the drop-forge viscosimeter*, Met. Mat. Trans. A, 33A, 2002, pp2737-2746

[ZAV95] Zavaliangos A. and Lawley A., *Numerical simulation of thixoforming*, J. Mat. Eng. and Perf., 4, 1995, pp40-47.

[ZAV98] Zavaliangos A., *Modeling of the mechanical behaviour of semi solid metallic alloys at high volume fractions of solid*, Int. J. Mech. Sci. , 40, 10, 1998, pp1029-1041.

Le but de cette thèse était de mieux comprendre les mécanismes de déformation apparaissant durant la mise en forme par thixoforgeage. Afin de répondre à cet objectif, le travail s'est articulé autour de trois parties : une première partie bibliographique traite de l'état semi-solide, une deuxième partie plus expérimentale présente les résultats obtenus suite aux divers essais rhéologiques réalisés sur différents matériaux semi-solides, une troisième partie est largement consacrée à la modélisation du comportement des semi-solides.

Dans la première partie, l'état semi-solide a été décrit. La formation et l'évolution des alliages à l'état semi-solide sont d'abord étudiées. Puis le comportement rhéologique des semi-solides à structures dendritiques et surtout à structures globulaires est exposé. Le comportement rhéofluidifiant et thixotrope ainsi que les mécanismes conduisant à ce type de comportement (agglomération-désagglomération des particules solides) sont expliqués. Il apparaît finalement qu'une fenêtre de travail favorable au thixoforgeage est composée de vitesses de déformation suffisamment grandes et de semi-solides offrant une structure globulaire plutôt que dendritique afin de diminuer les efforts de mise en forme et d'éviter les problèmes de ségrégation.

Dans la deuxième partie, plus expérimentale, les divers matériaux étudiés (Plomb-Etain et acier) ainsi que les différents essais rhéologiques (indentation, filage axial et radial) et leurs résultats sont présentés. Les essais d'indentation sur l'alliage à bas point de fusion ont permis de mettre en évidence les paramètres (microstructure, vitesse de déformation, température de l'indenteur) ayant une influence sur le comportement des matériaux semi-solides. Les résultats de ces essais ont conforté les conditions de travail favorables à la mise en forme par thixoforgeage vus dans le chapitre I (structure primaire globulaire, vitesse de déformation

suffisamment élevée,…). Néanmoins, cet essai n'a pas été appliqué à l'acier car la gamme de vitesses de déformation est trop faible et la déformation semble trop localisée (juste sous l'indenteur). Les essais de filage axial, permettant une plus large plage de vitesses de déformation ont alors été réalisés sur un acier C80. Ces essais ont permis de mettre en évidence l'existence d'une vitesse de déformation critique au dessus de laquelle les problèmes d'éjection de liquide semblent disparaître. Les essais de filage radial réalisés sur un acier C38 confirment l'existence de deux domaines d'écoulement délimités par une vitesse de déformation critique.

Afin de déterminer les paramètres rhéologiques des semi-solides étudiés, nous avons utilisé une méthode inverse couplant résultats expérimentaux et simulations numériques. Il est apparu que la loi de Norton Hoff utilisée n'est pas satisfaisante pour décrire le comportement global d'un semi-solide (nécessité de changer les paramètres de la loi afin d'obtenir une bonne corrélation expérimental/numérique dans les domaines faibles et fortes vitesses de déformation, allure des courbes efforts/déplacement différente). Il est donc nécessaire d'introduire une nouvelle loi de comportement dans un code de calcul.

Dans la dernière partie de ce chapitre, la faisabilité de pièces thixoforgées en acier à géométrie complexes est prouvée. La santé mécanique des pièce réalisée est bonne : il n'y a pas de porosité. Un porte-fusée, pièce issue de l'industrie automobile, réalisé par ASCOMETAL CREAS, est présenté. Même si la santé de la pièce n'est pas encore satisfaisante, la bonne géométrie de la pièce prouve, qu'en apportant quelques améliorations, des pièces complexes et saines en acier sont réalisables par ce nouveau procédé de mise en forme.

Dans la troisième partie, après avoir présenté les grandes catégories de modèles existants, un nouveau modèle trois phases basé sur une transition d'échelles est proposé. Celui-ci repose sur une distribution bimodale des phases liquide et solide permettant de mettre en avant les mécanismes de déformation très localisés mais contrôlant le comportement global du semi-solide. Une variable interne et le choix spécifique d'un motif morphologique représentatif permettent de traduire l'évolution de la microstructure durant la déformation et la localisation de la déformation. Le modèle ainsi défini permet de bien capter le rôle clé du liquide et du solide et leur distribution. Mais les conditions imposées par la méthode autocohérente entraînent une chute de la viscosité trop brutale dans la zone de transition d'un comportement solide à un comportement liquide. Il faudrait également agir sur la définition de la loi d'évolution de la variable interne qui reste encore trop grossière (dépendante uniquement de la fraction de solide et la vitesse de déformation) et qui de ce fait, voit son rôle diminuer devant celui du seuil de percolation. Néanmoins, le modèle rhéologique a été appliqué à des matériaux bas point de fusion (Sn-15%PB, AZ91, A356, A357) et à l'acier. L'identification des paramètres du modèle a été effectuée suite à des confrontations avec des résultats expérimentaux issus de la littérature. Le modèle donne des résultats très satisfaisants et le caractère prédictif du modèle a été mis en évidence, sauf dans le cas de l'aluminium.

D'autres travaux devront être réalisés à l'avenir. Il est nécessaire d'enrichir ce modèle rhéologique afin que la transition entre la zone des fortes et des faibles viscosités soit moins brutale. Une réflexion pourrait être faite sur la loi d'évolution de la variable interne existante, voire sur l'introduction de nouvelles variables internes. L'implémentation de ce modèle dans un code de calcul paraît également nécessaire dans le but d'avoir des simulations capables de prédire au mieux le comportement d'un matériau semi-solide durant une mise en forme.

Sur le plan expérimental, des essais de filage axial et radial complémentaires sont nécessaires afin de confirmer les résultats déjà obtenus et d'aboutir à une meilleure connaissance du comportement mécanique des semi-solides. De même, il serait intéressant, pour un même essai de comparer les réponses de diverses nuances d'acier afin de déterminer si des nuances sont plus propices au thixoforgeage que d'autres.

Finalement, la mise en forme à l'état semi-solide est un procédé prometteur au vu des résultats présentés dans ce travail et offrant un intérêt grandissant, preuve en est : un congrès spécifiquement dédié aux semi-solides International Semi-Solid Processing of Alloys and Composites se tient tous les deux ans depuis 1990 et ne cesse de voir croître son nombre de participants.