

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

**MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI
COMME EXIGENCE PARTIELLE
DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE**

**PAR
HUGO DE LA SABLONNIÈRE**

**EFFET DU TITRE EN MAGNÉSIUM SUR LES PROPRIÉTÉS DE L'ALLIAGE
D'ALUMINIUM 319 (Al-Si-Cu-Mg).**

FÉVRIER 96



Mise en garde/Advice

Afin de rendre accessible au plus grand nombre le résultat des travaux de recherche menés par ses étudiants gradués et dans l'esprit des règles qui régissent le dépôt et la diffusion des mémoires et thèses produits dans cette Institution, **l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** est fière de rendre accessible une version complète et gratuite de cette œuvre.

Motivated by a desire to make the results of its graduate students' research accessible to all, and in accordance with the rules governing the acceptance and diffusion of dissertations and theses in this Institution, the **Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** is proud to make a complete version of this work available at no cost to the reader.

L'auteur conserve néanmoins la propriété du droit d'auteur qui protège ce mémoire ou cette thèse. Ni le mémoire ou la thèse ni des extraits substantiels de ceux-ci ne peuvent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

The author retains ownership of the copyright of this dissertation or thesis. Neither the dissertation or thesis, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

RÉSUMÉ

La détérioration de l'environnement préoccupe de plus en plus la population et les procédés industriels qui sont polluants ne sont plus acceptés. Dans l'industrie de l'aluminium, le traitement au chlore (très polluant) est le seul moyen efficace pour diminuer la quantité de magnésium dans le métal liquide d'où l'importance de s'assurer que tous les traitements sont strictement nécessaires.

L'alliage recyclé 319 est produit à partir de différents rebuts d'aluminium dont la composition chimique est éloignée de celle visée. Pour atteindre la composition chimique de l'alliage 319, les rebuts doivent être traités par différents procédés dont le traitement au chlore. En justifiant l'augmentation du titre en magnésium dans l'alliage 319, on évite le traitement au chlore ce qui permet de réduire les coûts de production tout en diminuant les émissions polluantes dans l'environnement.

L'objectif de cette étude est de déterminer si l'augmentation du titre en magnésium a des effets nuisibles sur les différentes propriétés de l'alliage 319. Plusieurs propriétés furent étudiées i.e. les propriétés de fonderie (propreté et fluidité), le processus de solidification et les propriétés mécaniques de traction.

Les propriétés de fonderie (i.e la qualité du métal liquide) furent étudiées principalement via la technique PoDFA (Porous Disc Filtration Apparatus). Cet appareil permet l'identification et l'évaluation de la concentration des différents types d'inclusions en présence dans l'alliage. Les essais PoDFA furent effectués en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation des inclusions. La fluidité du métal a également été mesurée pour s'assurer qu'elle reste inn affectée par l'addition du magnésium.

Le processus de solidification du métal liquide fut étudié principalement par le biais de l'analyse thermique. La composition chimique de l'alliage et la vitesse de solidification sont les principaux paramètres qui influencent ce processus. Les résultats obtenus ont été confirmés par un certain nombre d'essais de calorimétrie à balayage différentiel.

Les propriétés mécaniques de traction ont été étudiées en tentant d'optimiser le traitement de mise en solution de l'alliage 319.2. Dans cette phase du travail, l'influence de plusieurs paramètres fut analysée par des essais de traction, par la métallographie optique ou par la fractographie. Les paramètres qui furent étudiés sont: la composition chimique, le temps de traitement, la température de traitement, la température de trempe et le traitement en deux paliers. L'étude de la phase de silicium eutectique a été effectuée à l'aide d'un analyseur d'images de type LECO 2001. La présence de certains défauts fut également observée et leurs effets sur les propriétés mécaniques furent évalués.

REMERCIEMENTS

Je voudrais remercier M. F. H. Samuel, Professeur à l'Université du Québec à Chicoutimi, qui m'a permis, par ses conseils et son appui, de mener ce projet à terme.

Je m'en voudrais de passer sous silence la contribution de Mme Agnès Samuel, de M. Régis Boucher, de M. Dany Jean, de M. Benoît Thériault, de M. Bernard Lapointe, et de M. Gilles Lemire, ainsi que mes collègues qui m'ont été d'une aide précieuse lors de la réalisation des travaux. Je tiens à remercier M. Andrus Innus de la Société d'Électrolyse et de Chimie Alcan ltée, Jonquière, (SECAL) et Mme Aniko Juozapaitis du Centre de Recherche et de Développement d'Alcan à Kingston, Ontario.

Je souhaite exprimer toute ma gratitude aux organismes promoteurs de ce projet de recherche soit: le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et Génie du Canada (CRSNG), la Fondation de l'Université du Québec à Chicoutimi (FUQAC), le Centre Québécois de Recherche et de Développement de l'Aluminium (CQRDA), KB Alloys, Inc. ainsi que Stahl Specialty Co.

Finalement, je tiens à remercier mes parents et amis pour leur support depuis le début de ce projet.

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ	i
REMERCIEMENTS	iii
TABLE DES MATIÈRES	iv
LISTE DES FIGURES	viii
LISTE DES TABLEAUX	xix
CHAPITRE 1 INTRODUCTION	1
1.1 PROBLÉMATIQUE	2
1.2 OBJECTIF	4
1.3 MÉTHODOLOGIE GÉNÉRALE	5
CHAPITRE 2 REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	6
2.1 QUALITÉ DU MÉTAL LIQUIDE	7
2.1.1 Inclusions présentes dans le métal liquide	7
2.1.2 Classification des inclusions	8
2.1.3 Effets des inclusions sur la qualité des produits finis	8
2.1.4 Méthodes d'évaluation de la quantité d'inclusions	12
2.1.4.1 Méthodes chimiques	13
2.1.4.2 Technique PoDFA	14
2.1.4.3 LiMCA	17
2.1.5 Effet de la concentration en magnésium sur les inclusions	18
2.2 PRINCIPALES MÉTHODES D'ÉLIMINATION DES INCLUSIONS	21
2.2.1 Filtration	21
2.2.2 Flottaison et brassage	23

2.3	FLUIDITÉ	24
2.3.1	Définition	24
2.3.2	Facteurs influençant la fluidité	25
2.3.2.1	Fluidité de l'aluminium pur	25
2.3.2.2	Fluidité des alliages binaires	26
2.3.3	Influence des éléments d'addition courants	29
2.3.4	Influence des éléments d'addition mineurs	30
2.3.5	Méthodes de mesure de la fluidité	32
2.4	SOLIDIFICATION DU MÉTAL	33
2.4.1	Solidification à l'équilibre ou hors-équilibre	33
2.5	ALLIAGES APPARENTÉS AU SYSTÈME Al-Si-Cu-Mg	37
2.5.1	Système Aluminium-Cuivre	37
2.5.2	Système Aluminium-Magnésium	38
2.5.3	Système Aluminium-Silicium	38
2.5.4	Système Aluminium-Cuivre-Silicium	40
2.5.5	Système Aluminium-Silicium-Magnésium	41
2.5.6	Système Aluminium-Cuivre-Magnésium(-Silicium)	42
2.6	ANALYSE THERMIQUE	43
2.6.1	Principe de l'analyse thermique	44
2.6.2	Courbe de refroidissement dérivée	48
2.6.3	Utilisation de deux thermocouples	50
2.6.4	Analyse thermique des alliages de type 319	52
2.7	TRAITEMENTS THERMIQUES	54
2.7.1	Durcissement structural	56
2.7.2	Nomenclature des types de traitements thermiques	57
2.7.3	Traitement thermique des alliages Al-Si-Mg	60
2.7.4	Traitement thermique des alliages Al-Si-Cu-Mg	66
2.7.4.1	Traitement de mise en solution à palier unique	66
2.7.4.2	Traitement de mise en solution en deux paliers	69
2.7.5	Effet de l'addition du magnésium	69
CHAPITRE 3	MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE	73
3.1	MATÉRIAUX ET PRÉPARATION DE LA CHARGE DE MÉTAL	74
3.2	ESSAIS PoDFA	74
3.3	FLUIDITÉ	75
3.4	ANALYSE THERMIQUE	77

3.5	CALORIMÉTRIE À BALAYAGE DIFFÉRENTIEL	77
3.6	PRÉPARATION DES ÉPROUVENTES DE TRACTION	79
3.7	TRAITEMENT DE MISE EN SOLUTION ET VIEILLISSEMENT	79
3.8	TREMPE	80
3.9	ESSAIS DE TRACTION	80
3.10	MÉTALLOGRAPHIE	81
CHAPITRE 4		
ÉTUDE DE L'EFFET DU MAGNÉSIUM SUR LA QUALITÉ DE L'ALLIAGE 319.1 À L'ÉTAT LIQUIDE À L'AIDE DE LA TECHNIQUE PoDFA		82
4.1	INTRODUCTION	83
4.2	RÉSULTATS ET DISCUSSION	86
4.2.1	Fluidité	86
4.2.2	Scories	89
4.2.3	Analyse PoDFA	92
4.2.3.1	Poids du métal filtré	92
4.2.3.2	Dénombrement des inclusions	93
4.2.4	Exemples d'inclusions	107
4.2.5	Rôle des plaquettes ségrégées (Sludge)	115
CHAPITRE 5		
TRANSFORMATION DES PHASES PENDANT LA SOLIDIFICATION DANS UN MOULE CONVENTIONNEL		125
5.1	INTRODUCTION	126
5.2	RÉSULTATS ET DISCUSSION	127
5.2.1	Analyse thermique	127
5.2.2	Calorimétrie à balayage différentiel	145
CHAPITRE 6		
EFFET DU TRAITEMENT DE MISE EN SOLUTION SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE TRACTION DES ÉPROUVENTES COULÉES DANS UN MOULE STAHL		151
6.1	INTRODUCTION	152
6.2	ANALYSE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION	158
6.2.1	Effet de la composition de l'alliage	158
6.2.2	Effet de l'addition du magnésium	162

6.3	TRAITEMENT DE MISE EN SOLUTION	174
6.3.1	Traitement simple	174
6.3.2	Traitement de mise en solution en deux paliers	184
6.4	VIEILLISSEMENT	191
CHAPITRE 7		
ÉTUDE DE LA MICROSTRUCTURE ET DU MODE DE RUPTURE DES ÉPROUVENTES DE TRACTION		197
7.1	INTRODUCTION	198
7.2	RÉSULTATS ET DISCUSSION	202
7.2.1	Changements microstructuraux	202
7.2.1.1	Alliage non traité	202
7.2.1.2	Traitement de mise en solution à palier unique	208
7.2.1.3	Mise en solution à deux paliers	212
7.2.1.4	Caractéristiques des particules de silicium .	219
7.2.2	Fractographie des éprouvettes de traction	223
7.2.2.1	Apparence extérieure des éprouvettes . . .	223
7.2.2.2	Surfaces de rupture	224
7.2.2.3	Sections longitudinales	236
CHAPITRE 8		
CONCLUSIONS		244
RECOMMANDATIONS		250
BIBLIOGRAPHIE		252

LISTE DES FIGURES

Figure 1	Variation de la dureté de l'alliage 380 en fonction du temps de vieillissement à 155 °C. ¹	4
Figure 2	Variation de (a) la limite ultime et la limite élastique, (b) % d'allongement à la rupture ³	11
Figure 3	Densité d'un alliage A-S5U3G solidifié sous 80 mbar en fonction de sa teneur en hydrogène ⁴	12
Figure 4	Effet de la filtration sur la fluidité du métal ⁴	13
Figure 5	Principe de la méthode PoDFA (Porous Disc Filtration Apparatus) servant à mesurer la propreté du métal ⁶	15
Figure 6	Effet du temps de sédimentation sur la concentration d'inclusions mesurée par la technique PoDFA ⁶	16
Figure 7	Effet de la composition du gaz sur la performance d'un appareil de traitement du métal liquide en place ⁶	17
Figure 8	Mesures de la quantité d'inclusions effectuées à l'aide de l'appareil LiMCA et de la technique PoDFA en fonction du temps ⁶	20
Figure 9	Efficacité d'un filtre de céramique de 30 ppi en fonction des dimensions des inclusions ⁸	22
Figure 10	Influence de la pureté de l'aluminium sur sa fluidité ¹²	27
Figure 11	Influence de la propreté du métal liquide sur la fluidité de l'alliage Al-6Si-3.5Cu ¹³	27
Figure 12	Fluidité en fonction de la composition Al-Cu ¹⁴	29

Figure 13	Perte de fluidité à 600 °C de l'alliage eutectique Al-Si après l'addition de certains éléments traces ¹⁶	31
Figure 14	Représentation schématique de l'appareil Ragone.	33
Figure 15	Redistribution du soluté pendant la solidification à l'équilibre d'un alliage de composition de C_o ¹⁷	35
Figure 16	Redistribution du soluté pour une solidification avec une diffusion solide nulle et une diffusion liquide complète ¹⁷	36
Figure 17	Partie du diagramme d'équilibre Al-Cu ¹⁸	39
Figure 18	Diagramme d'équilibre des phases Al-Mg ²	40
Figure 19	Diagramme de phases Al-Si ²	41
Figure 20	Courbes de refroidissement idéalisées ⁵	46
Figure 21	Identification des différents paramètres de la courbe de refroidissement.	47
Figure 22	Taille moyenne des grains vs. T_L-T_u d'après la courbe d'analyse thermique de l'alliage A319 ²⁰	48
Figure 23	Courbe de solidification d'un alliage 356. (Thermocouple placé au centre) ²¹	50
Figure 24	Première dérivée de la courbe de solidification présentée à la figure 23 ²¹	51
Figure 25	Déférence de température entre la paroi et le centre du creuset ²¹	52
Figure 26	Courbes de solidification de l'alliage 319.1 au centre et à la paroi du creuset (taux de refroidissement de 0,6 °C/s) ²²	54
Figure 27	Courbes de solidification de l'alliage B319.1 au centre et à la paroi du creuset (taux de refroidissement de 0,6 °C/s) ²²	55

Figure 28	Illustration des intervalles de température utilisés pour le traitement thermique des alliages de la famille Al-Cu.	59
Figure 29	Volume arithmétique moyen (de trois compositions) des particules en fonction du temps de mise en solution à 540 °C ²⁶	62
Figure 30	Courbes de refroidissement obtenues à l'aide de différents médias ²⁷	63
Figure 31	Effet de la température de trempe sur les propriétés mécaniques de l'alliage A356 ²⁸	64
Figure 32	Effet du délai de trempe sur l'alliage A356 mis en solution à 520 °C / 5 hrs et vieilli à 155 °C/4,5 hrs ²⁸	65
Figure 33	Propriétés mécaniques de l'alliage 356 vs. la température et le temps de vieillissement à 154 °C ²⁷	66
Figure 34	Propriétés mécaniques de l'alliage 319.2 vs. temps de mise en solution. (métal filtré) ²⁹	68
Figure 35	Effets du traitement de mise en solution et du vieillissement sur la limite ultime et l'allongement à la rupture de l'alliage 319 ³¹	70
Figure 36	Variation de la limite ultime en fonction du contenu en magnésium, après coulée (haut), T5 (bas) ³²	72
Figure 37	Courbe de fréquence cumulative de la dimension des pores.	76
Figure 38	Schémas des deux types de moules utilisés pour l'analyse thermique. (a) Moule en graphite (b) moule métallique.	78
Figure 39	(a) Variation de la longueur de métal solidifié (essai Ragone) en fonction de la température (pendant le refroidissement).	87
Figure 39	(b) Variation de la longueur de métal solidifié (essai Ragone) en fonction du contenu en magnésium et du temps de sédimentation.	88

Figure 40	Forme et masse des scories recueillies à la surface du métal liquide à différentes étapes: (a) immédiatement après l'addition du Mg; (b) après trois heures d'attente	90
Figure 40	Forme et masse des scories recueillies (suite): (c) rebuts - immédiatement après la refonte et avant le dégazage (d) même creuset qu'en (c) - immédiatement après le dégazage.	91
Figure 41	Variation du poids de métal filtré en fonction du contenu en magnésium (0,1 % et 0,45 %) et du temps de sédimentation. .	94
Figure 42	Deux exemples de la masse de métal filtrée: (a) 1,5 kg - deuxième essai, lot 4; (b) 0,48 kg - quatrième essai, lot 4	95
Figure 43	(a) Concentration d'inclusions $\text{Al}_4\text{C}_3 > 3 \mu\text{m}$ en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.	99
Figure 43	(b) Concentration d'inclusions Al_2O_3 dispersées en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.	100
Figure 43	(c) Concentration d'inclusions (MgO dispersées et cuboïdes) en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.	101
Figure 43	(d) Concentration d'inclusions nuisibles en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.	102
Figure 44	(a) Concentration chlorures ioniques en fonction du contenu en magnésium et du temps de sédimentation.	103
Figure 44	(b) Concentration de Al_4C_3 en fonction du contenu en magnésium et du temps de sédimentation.	104
Figure 45	Nombre d'inclusions en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.	105
Figure 46	Variation de la quantité de scories en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.	106

Figure 47	Exemples d'inclusions générées pendant le processus de fonte: (a) scories - premier essai, lot 1; (b) morceau de graphite - premier essai, lot 3.	110
Figure 47	(c) Plaquettes ségrégées primaires; (d) scories (1), $\text{Al}_4\text{C}_3 < 3 \mu\text{m}$ (2), $\text{Al}_4\text{C}_3 > 3 \mu\text{m}$ (3), oxydes dispersés (4)	111
Figure 47	(e) Oxydes dispersés (flèche), chlorure ionique (1) - 3 ^{ième} essai, lot 5; (f) deux types de MgO , particules dispersées (1) et cuboïdes (2) - premier essai, lot 6.	112
Figure 48	Inclusions introduites durant l'essai: (a) Scories - 4 ^{ième} essai, lot 2 (flèche - direction de la filtration); (b) films d'oxydes et plaquettes ségrégées.	113
Figure 48	(c) Films d'oxydes épais en quantité modérée - 4 ^{ième} essai, lot 3; (d) films d'oxydes ségrégés - 3 ^{ième} essai, lot 6.	114
Figure 49	(a) Partie supérieure d'un échantillon PoDFA (métal propre); (b) précipitation des plaquettes ségrégées (avec des inclusions).	117
Figure 50	Inclusions et plaquettes ségrégées - deuxième essai, lot 3: (a) inclusions dans la partie métallique; (b) écoulement des plaquettes ségrégées dans le métal.	119
Figure 50	(c) Fracture des plaquettes ségrégées en petits fragments (pointés par les flèches).	120
Figure 51	Inclusions et plaquettes ségrégées - 2 ^{ième} essai, lot 4: (a) inclusions et plaquettes ségrégées au-dessus du filtre; (b) partie basse du filtre.	121
Figure 52	Deux exemples d'agglomération à la surface du filtre: (a) quatrième essai, lot 4; (b) premier essai, lot 7, immédiatement après le dégazage.	122
Figure 53	Microstructure du quatrième essai, lot 4: (a) micrographie à grande échelle montrant les détails de l'agglomération; (b) blocage du métal liquide sous la surface du filtre.	123

Figure 53	(c) Portion inférieure du filtre montrant l'infiltration complète du métal liquide (notez l'absence de plaquettes ségrégées).	124
Figure 54	Courbe de refroidissement caractéristique illustrant les principaux paramètres utiles à l'analyse thermique.	128
Figure 55	(a) Courbe de refroidissement température-temps obtenue à l'aide d'un moule en graphite pour l'alliage de base (alliage A).	129
Figure 55	(b) Courbe de refroidissement température-temps obtenue à l'aide d'un moule en graphite pour l'alliage de base contenant ≈ 0,5 % poids Mg.	130
Figure 55	(c) Courbe de refroidissement température-temps obtenue à l'aide d'un moule en graphite pour l'alliage contenant 0,025 % poids Sr.	131
Figure 55	(d) Courbe de refroidissement obtenue à l'aide d'un moule en graphite pour l'alliage de base contenant ≈ 0,5 % poids Mg et 0,0025 % poids Sr.	132
Figure 56	(a) Courbe de solidification température-temps obtenue à l'aide d'un moule métallique refroidi à l'eau pour l'alliage de base (alliage A) contenant ≈ 0,5 % poids Mg.	135
Figure 56	(b) Courbe de refroidissement température-temps obtenue à l'aide d'un moule métallique refroidi à l'eau pour l'alliage de base contenant ≈ 0,5 % poids Mg et 0,025 % poids Sr	136
Figure 57	Microstructure de l'alliage de base solidifié dans le moule en graphite.	137
Figure 58	(a) Différentes phases contenant du cuivre (b) ségrégation des phases de cuivre dans les zones sans silicium.(alliage A contenant ≈ 0,5 % poids Mg, moule en graphite)	138
Figure 58	(c) Morphologie de ce qu'on croit être la phase $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ (alliage A contenant ≈ 0,5 % poids Mg, moule en graphite).	139

Figure 59	(a) Morphologie de la phase de silicium (b) ségrégation de la phase de cuivre dans les zones sans eutectique de silicium. (alliage de base avec 0,025 % poids Sr, moule en graphite).	141
Figure 60	(a) Ségrégation des phases de cuivre sur les dendrites (b) transformation de $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ en $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ (fig. 60(a)).	142
Figure 61	(a) Alliage de base - A, (b) alliage de base avec $\approx 0,5$ % poids Mg (microstructure obtenue avec un moule métallique).	143
Figure 61	(c) alliage de base avec 0,025 % poids Sr, (d) alliage de base avec 0,5 % poids Mg et 0,025 % poids Sr (moule métallique).	144
Figure 62	(a) Courbe de calorimétrie à balayage différentiel pour l'alliage de base (alliage A).	146
Figure 62	(b) Courbe de calorimétrie à balayage différentiel pour les phases de cuivre (encerclé en (a)).	147
Figure 62	(c) Courbe de calorimétrie à balayage différentiel pour les phases de cuivre contenue dans l'alliage de base avec $\approx 0,5$ % Mg.	148
Figure 62	(d) Courbe de calorimétrie à balayage différentiel pour l'alliage de base avec 0,025 % poids Sr.	149
Figure 62	(e) Courbe de calorimétrie à balayage différentiel pour l'alliage de base contenant $\approx 0,5$ % poids Mg et 0,025 % poids Sr.	150
Figure 63	Schéma des traitements de mise en solution à palier unique utilisés dans le cadre de cette étude.	156
Figure 64	Schéma des traitements de mise en solution en deux paliers utilisés dans le cadre de cette étude	157
Figure 65	(a) Propriétés mécaniques de l'alliage de base A soumis à différents traitements thermiques	160
Figure 65	(b) Propriétés mécaniques de l'alliage de base B soumis à différents traitements thermiques.	161

Figure 66	(a) Effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage A non traité.	166
Figure 66	(b) Effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage A soumis au traitement T5.	167
Figure 66	(c) Effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage A soumis au traitement T4.	168
Figure 66	(d) Effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage A soumis au traitement T6.	169
Figure 66	(e) Effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage A soumis au traitement T7.	170
Figure 67	(a) Propriétés mécaniques de l'alliage A contenant 0,025 % poids Sr et 0,5 % poids Mg.	172
Figure 67	(b) Propriétés mécaniques de l'alliage A contenant 0,5 % poids Mg (traité de la même manière qu'en (a)).	173
Figure 68	Propriétés mécaniques de l'alliage A contenant \approx 0,5 % poids Mg après différents traitements de mise en solution.	177
Figure 69	(a) Effet du temps de mise en solution à 480 °C sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant \approx 0,5 % poids Mg.	180
Figure 69	(b) Effet du temps de mise en solution à 510 °C sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant \approx 0,5 % poids Mg.	181
Figure 70	(a) Effet du temps de mise en solution à 480 °C sur les propriétés de l'alliage B.	182
Figure 70	(b) Effet du temps de mise en solution à 510 °C sur les propriétés de l'alliage B.	183
Figure 71	(a) Effet du traitement de mise en solution à deux paliers sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant \approx 0,5 % poids Mg.	185

Figure 71	(b) Effet du traitement de mise en solution à deux paliers sur les propriétés mécaniques de l'alliage B.	186
Figure 72	(a) Effet du contenu en Mg sur les propriétés mécaniques de l'alliage A mis en solution pendant 8 hrs à 510 °C puis pendant 12 hrs à 540 °C.	188
Figure 72	(b) Effet du contenu en Mg sur les propriétés mécaniques de l'alliage B mis en solution pendant 8 hrs à 510 °C puis pendant 12 hrs à 540 °C.	189
Figure 73	Effet de la température de trempe sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant ≈ 0,5 % poids Mg.	190
Figure 74	Effet du vieillissement à 158 °C pendant 5 hrs sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant ≈ 0,5 % poids Mg.(détails des traitements de mise en solution au tableau 12).	194
Figure 75	Effet du traitement T7 (5 hrs à 250 °C) sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant ≈ 0,5 % poids Mg. (avec mise en solution pendant 12 hrs à 510 °C).	195
Figure 76	Comparaison de la réponse au vieillissement de l'alliage A(≈ 0,5 % poids Mg) après la mise en solution (12 hrs/510 °C). Vieillissement de 5 hrs à 158 °C ou 250 °C.	196
Figure 77	Schéma illustrant les gammes de températures pour les traitements de mise en solution à l'équilibre et hors-équilibre. . .	199
Figure 78	Microstructure des alliages 319 non modifiés: (a) alliage A, (b) alliage B.	203
Figure 79	Microstructure de l'alliage A non traité avec ≈ 0,5 % poids Mg: (a) particules grossières de phases contenant du cuivre, (b) phase eutectique Al ₂ Cu.	205
Figure 80	Microstructure de l'alliage B non traité avec ≈ 0,5 % poids Mg.	206
Figure 81	Microstructure de l'alliage A modifié contenant: (a) 0,1 % poids Mg et (b) 0,5 % poids Mg.	207

Figure 82	Dissolution de la phase Al_2Cu pour différents traitements de mise en solution dont les températures varient entre 480 et 540 °C.	209
Figure 83	Microstructure de l'alliage A traité pendant 8 hrs à 510 °C: (a) alliage de base, (b) alliage de base contenant 0,5 % poids Mg.	210
Figure 83	Microstructure de l'alliage A traité pendant 8 hrs à 510 °C: (c) alliage de base contenant 0,5 % poids Mg et 0,025 % poids Sr.	211
Figure 84	Microstructure de l'alliage B traité comme suit: (a) 24 hrs à 510 °C, (b) 12 hrs à 510 °C + 12 hrs à 540 °C.	213
Figure 85	Courbe contrainte-déformation de l'alliage B traité pendant 12 hrs à 510 °C et pendant 12 hrs à 540 °C.	214
Figure 86	Microstructure de l'alliage A avec ≈ 0,5 % poids Mg traité pendant: (a) 24 hrs à 510 °C, (b) 12 hrs à 510 °C et 12 hrs à 520 °C.	215
Figure 87	Microstructure de l'alliage A avec ≈ 0,5 % poids Mg: (a) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/525 °C, (b) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/530 °C.	217
Figure 87	Microstructure de l'alliage A avec ≈ 0,5 % poids Mg: (c) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/540 °C.	218
Figure 88	Apparence extérieure des éprouvettes ayant subi une mise en solution à deux paliers (12 hrs/510°C + 12 hrs à une seconde température).	225
Figure 89	Surfaces rupturées de deux éprouvettes (alliage B): (a) non traitée, (b) 12 hrs à 510 °C + 12 hrs à 540 °C.	226
Figure 90	Surface rupturée d'une éprouvette d'alliage A avec ≈ 0,5 % poids Mg traitée comme suit: (a) non traitée, (b) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/525 °C.	228
Figure 90	(c) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/530 °C, (d) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/540 °C.	229

Figure 91	Taches sombres sur une surface rupturée (alliage A, ≈0,5 % poids Mg): (a) 12 hrs/480 °C, (b) 12 hrs/510 °C.	230
Figure 91	Taches sombres sur une surface rupturée (alliage A, ≈0,5 % poids Mg): (c) 12 hrs/520 °C, (d) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/520 °C.	231
Figure 92	Fraction surfacique des taches sombres et pourcentage d'éprouvettes atteintes en fonction de la température de mise en solution (éprouvettes traitées pendant 12 hrs).	233
Figure 93	Photographie longitudinale de la zone occupée par la tache sombre montrant: (a) aucun signes de la tache sous la surface, (b) la zone encerclée en (a).	234
Figure 94	Sections longitudinales sur la surface rupturée de deux types d'alliages 319 non traités: (a) alliage B, (b) alliage A.	238
Figure 95	Sections longitudinales sous la surface de rupture (alliage B); (a) traité 24 hrs/510 °C et (b) traité 12 hrs/510 °C + 12 hrs/520 °C.	241
Figure 96	Sections longitudinales sous la surface de rupture (alliage A, ≈ 0,5 % poids Mg); (a) traité 24 hrs/510 °C et (b) 12 hrs/510 °C +12 hrs/520 °C.	242
Figure 97	Phases de cuivre fondues, alliage A, 0,5 % poids Mg, traité comme suit: (a) 12 hrs/510 °C+12 hrs/530 °C, (b) 12 hrs/510 °C+12 hrs/540 °C.	243

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1	Inclusions indigènes retrouvées dans les alliages d'aluminium de fonderie ²	9
Tableau 2	Effet de l'addition du bore, de l'attente et du brassage sur la propreté d'un alliage de calibre commercial ⁶	19
Tableau 3	Composition chimique de l'alliage 380 (% poids).	20
Tableau 4	Composition chimique des alliages 319.1 et B319.1.	53
Tableau 5	Réactions durant la solidification des alliages 319.1 et B319.1 ²² .	53
Tableau 6	Composition chimique des deux alliages utilisés dans le cadre de cette étude.	75
Tableau 7	Concentration de films d'oxydes Al_2O_3	108
Tableau 8	Variation dans la température du silicium eutectique (T_{eu})	134
Tableau 9	Réactions observées sur la figure 55(b) pour l'alliage 319.1 de base contenant $\approx 0,5$ % poids Mg.	134
Tableau 10	Concentration du Mg et du Sr dans les différentes coulées . . .	155
Tableau 11	Traitements thermiques suggérés par la Aluminum Association pour l'alliage 319 coulé dans un moule permanent ⁵⁸	159
Tableau 12	Traitements de mise en solution en une étape effectués dans le cadre de ce travail.	175
Tableau 13	Effet de la présence des taches sombres sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant $\approx 0,5$ % poids Mg. Les éprouvettes ont été soumises aux traitements thermiques énumérés au tableau 12.	176

Tableau 14	Effet de la présence des taches sombres sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg. Les éprouvettes ont été soumises aux traitements de mise en solution énumérés au tableau 12 et vieillies pendant 5 hrs à $158\text{ }^{\circ}\text{C}$	193
Tableau 15(a)	Variation des caractéristiques des particules de silicium dans l'alliage B ($0,06\%$ poids Mg) en fonction du traitement de mise en solution.	221
Tableau 15(b)	Variation des caractéristiques des particules de silicium dans l'alliage A ($0,5\%$ poids Mg) en fonction du traitement de mise en solution.	222
Tableau 16(a)	Titres des éléments (%) mesurés sur la matrice et sur une tache sombre à la surface d'une section d'éprouvette rupturée ($0,06\%$ poids Mg).	235
Tableau 16(b)	Titres des éléments (%) mesurés sur la matrice et sur une tache sombre à la surface d'une section d'éprouvette rupturée ($0,5\%$ poids Mg)	235

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

1.1 PROBLÉMATIQUE

Au cours des dernières années, l'industrie de l'aluminium a pris conscience de ses responsabilités face à la population en ce qui concerne la pollution. On cherche à éliminer le gaspillage d'une part et les traitements et procédés polluants d'autre part. Le recyclage des rebuts d'aluminium est efficace depuis déjà quelques années et les produits d'aluminium recyclé ont acquis leur place dans différents marchés, tout particulièrement dans le domaine des cannettes de boisson gazeuse. De plus, les traitements chimiques à base de chlore sont beaucoup moins fréquents aujourd'hui qu'ils ne l'étaient il y a quelques années.

L'alliage 319, qui fait partie du système Al-Si-Cu-Mg, est un alliage fabriqué à partir de matériaux recyclés. Considéré comme un alliage d'usage général, il a d'excellentes caractéristiques pour faciliter la coulée ainsi que des bonnes propriétés mécaniques. On l'utilise surtout dans l'industrie de l'automobile pour fabriquer entre autres choses les têtes de cylindres et d'autres pièces de moteurs.

L'alliage 319, qui fait partie du système Al-Si-Cu-Mg, est l'un de ces métaux. Considéré comme un alliage d'usage général, il a d'excellentes caractéristiques pour faciliter la coulée ainsi que des bonnes propriétés mécaniques. On l'utilise surtout dans l'industrie de l'automobile pour fabriquer entre autres choses les têtes de cylindres et d'autres pièces de moteurs.

Samuel et Liu¹ ont effectué une étude portant sur l'effet du contenu en magnésium sur le vieillissement de l'alliage 380 refroidi à l'eau. Les essais, fait sur des pièces contenant 0,06 % Mg, 0,33 % Mg et 0,5 % Mg et ayant subi un traitement thermique T6, montrent une augmentation sensible de la dureté jusqu'à un titre en magnésium de 0,33 % Mg (figure 1). De plus, les auteurs concluent qu'il est probable que le traitement T5 donne les mêmes résultats que le traitement T6 dans les conditions de refroidissement typiques à l'industrie. Cette étude permet donc de croire que l'addition de magnésium aurait le même effet sur l'alliage 319 en tenant compte des similitudes entre les deux alliages. Cette augmentation permettrait de réduire le temps de traitement au chlore qui est nécessaire pour diminuer la quantité de magnésium contenue dans le métal recyclé. Une diminution du temps de traitement se traduirait par une réduction des coûts et par une amélioration sensible du procédé qui deviendrait ainsi plus écologique.

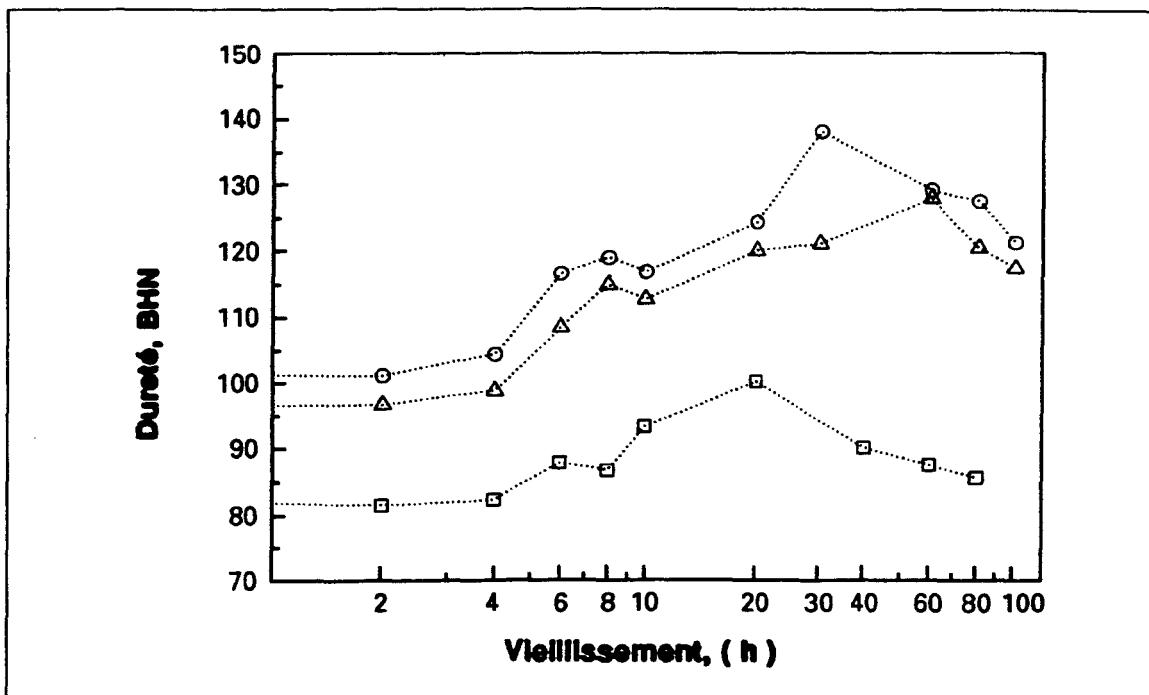


Figure 1 Variation de la dureté de l'alliage 380 en fonction du temps de vieillissement à 155 °C.¹

1.2 OBJECTIF

Cette étude cherche à évaluer l'effet de l'augmentation du titre en magnésium sur certaines propriétés de l'alliage 319.1. Dans la première partie du travail, qui concerne la qualité du métal liquide, les inclusions feront l'objet d'une attention particulière étant donné leur importance en ce qui concerne les propriétés mécaniques. La seconde partie du travail vise l'optimisation du traitement de mise en solution par le biais d'une étude approfondie de différents facteurs comme le titre en magnésium, la température et le temps de mise en solution, la température de

trempe, etc. L'ensemble de l'expérimentation fut effectuée sur l'alliage commercial recyclé (319.1, désigné comme alliage A dans l'ensemble du texte), le reste (à titre comparatif) portant sur l'alliage de première qualité (319.2, désigné alliage B).

1.3 MÉTHODOLOGIE GÉNÉRALE

Afin de s'assurer de la validité des résultats, les essais furent répétés pour chacune des conditions. Ainsi, les essais de fluidité effectués à l'aide de l'appareil Ragone ont été répétés à trois reprises dans chaque situation pour un grand total de près de 100 essais. Pour les essais PoDFA, il fut nécessaire de répéter les essais à quatre reprises pour assurer la qualité des mesures (45 essais PoDFA en tout). Les analyses thermiques ont été exécutés avec deux types de moules conventionnels (moule en graphite et moule métallique refroidi à l'eau) pour évaluer l'effet de la vitesse de solidification sur les quatre types d'alliages étudiés dans cette section du travail. Les essais de traction visant l'évaluation de l'effet des traitements thermiques standards ont été répétés 5 fois pour chacune des conditions à l'étude. Les essais de tractions servant à l'étude du traitement de mise en solution ont été répétés 15 fois pour chaque condition. En tout près de 500 éprouvettes de traction ont été examinées. Les changement microstructuraux ont été observés à l'aide d'un microscope optique sur environs soixante échantillons polis.

CHAPITRE 2

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE 2

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1 QUALITÉ DU MÉTAL LIQUIDE

A l'état liquide le métal est beaucoup plus réactif à son environnement qu'à l'état solide. C'est donc à l'état liquide que le métal court le plus de risques d'être corrompu. L'addition d'éléments d'alliage, l'usure et la dégradation des parois en contact avec le métal liquide sont tous des facteurs qui contribuent à l'augmentation du nombre d'impuretés en présence dans le métal. La fluidité est aussi un facteur important pour la réalisation de pièces coulées complexes comprenant des cavités de dimensions réduites.

2.1.1 Inclusions présentes dans le métal liquide

On appelle généralement inclusion, toute phase solide ou liquide exogène qui est présente dans l'aluminium liquide. Ainsi, tout ce qui n'est pas en solution homogène dans l'aluminium liquide peut être considéré comme une inclusion.

2.1.2 Classification des inclusions

Les inclusions peuvent être classées en deux catégories selon leurs origines: les inclusions exogènes et les inclusions indigènes. Les inclusions exogènes proviennent de l'extérieur du métal liquide. Parmi les inclusions exogènes, on retrouve des particules réfractaires comme l'alumine, la silice et le carbure de silicium. Ces particules sont le résultat de l'usure des creusets qui contiennent l'aluminium liquide. Les inclusions indigènes viennent soit des diverses réactions chimiques qui se produisent à l'intérieur du métal, soit des traitements chimiques volontaires du métal comme, par exemple, l'addition d'affineurs de grains (tableau 1). Les inclusions peuvent être liquides ou solides. On les retrouve également sous différentes formes comme la particule simple, le groupe de particules et le film².

2.1.3 Effets des inclusions sur la qualité des produits finis

La quantité et la nature des inclusions dans l'aluminium doivent être contrôlées avec soin. En trop grand nombre, elles sont responsables de plusieurs types de défauts que l'on retrouve dans les produits finis. Elles influencent défavorablement la plupart des caractéristiques recherchées dans un alliage.

Tableau 1 Inclusions indigènes retrouvées dans les alliages d'aluminium de fonderie².

Type	Origine	Forme	Dimensions (μm)
Al_2O_3 (alumine)	Scories	particules	0,2 - 30
		films	10 - 5000
MgO	Scories	particules	0,1 - 5
		films	10 - 5000
MgAl_2O_4 (spinel)	Scories	particules	0,1 - 5
		films	10 - 5000
Chlorure , Fluorure	Flux	particules	0,1 - 5
TiC	Affineurs de grains	particules	0,1 - 5
TiB_2 , AlB_2	Affineurs de grains	particules groupées	1 - 30
		particules	0,1 - 3
Fe - Cr - Mn (Plaquettes ségrégées ou Sludge)	réaction dans le métal à basse température	particules	1 - 50

Les inclusions présentes dans l'aluminium favorisent l'amorce de la rupture dans une pièce soumise à un effort quelconque. Elles diminuent donc la résistance ultime en traction de l'alliage. De plus, elles influencent défavorablement l'allongement à la rupture du matériau. Plusieurs travaux ont déjà démontré la relation entre le nombre d'inclusions présentes dans le métal et les propriétés mécaniques. Samuel et al.³ ont montré cette relation (figure 2) dans une publication concernant l'effet de la propreté du métal sur les propriétés du composite Al-10 %, Si-10 % vol., SiC(P). Parmi leurs conclusions, on retrouve le fait que la diminution du nombre d'inclusions par le processus de filtration augmente la résistance et la ductilité de l'alliage de manière significative (figure 2).

La dureté de certaines inclusions, comme les particules de céramique, est beaucoup plus grande que celle de l'aluminium. Ainsi, la facilité avec laquelle on usine la pièce s'en trouve affectée. De plus, il est généralement admis que les inclusions d'oxydes contenues dans l'aluminium liquide jouent le rôle de germes favorisant la formation de porosités dans le métal⁴. Certains chercheurs supposent que pendant la solidification, il y a décomposition d'une partie des hydrures contenus dans le métal, donc qu'il y a libération d'hydrogène. Quoi qu'il en soit, il est prouvé qu'un métal plus propre est plus résistant à la formation de porosités (figure 3).

La présence de films d'oxydes solides dans la phase liquide de l'aluminium affecte également la fluidité du métal comme on peut le constater sur la figure 4 provenant des travaux de Groteke⁵.

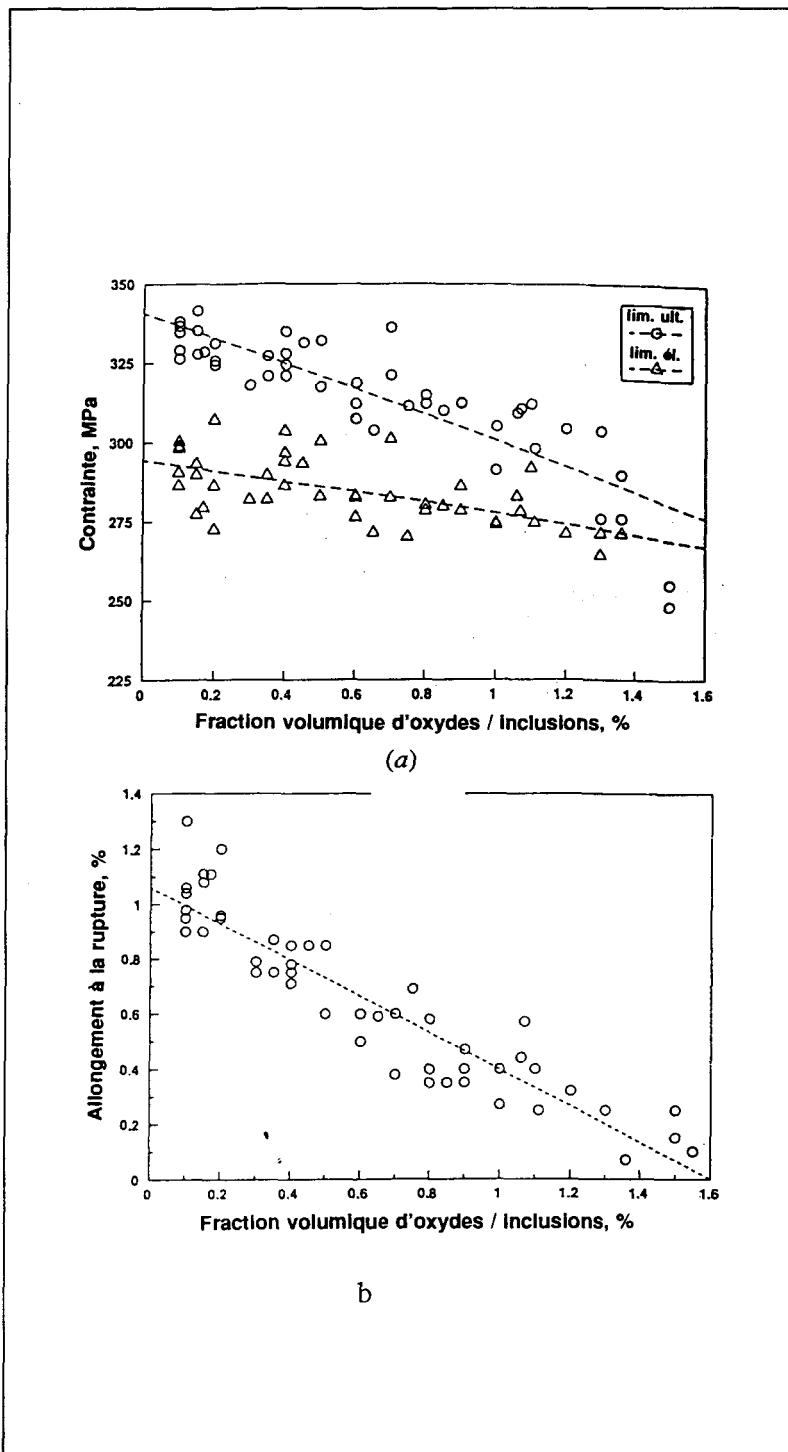


Figure 2 Variation de (a) la limite ultime et la limite élastique, (b) % d'allongement à la rupture³.

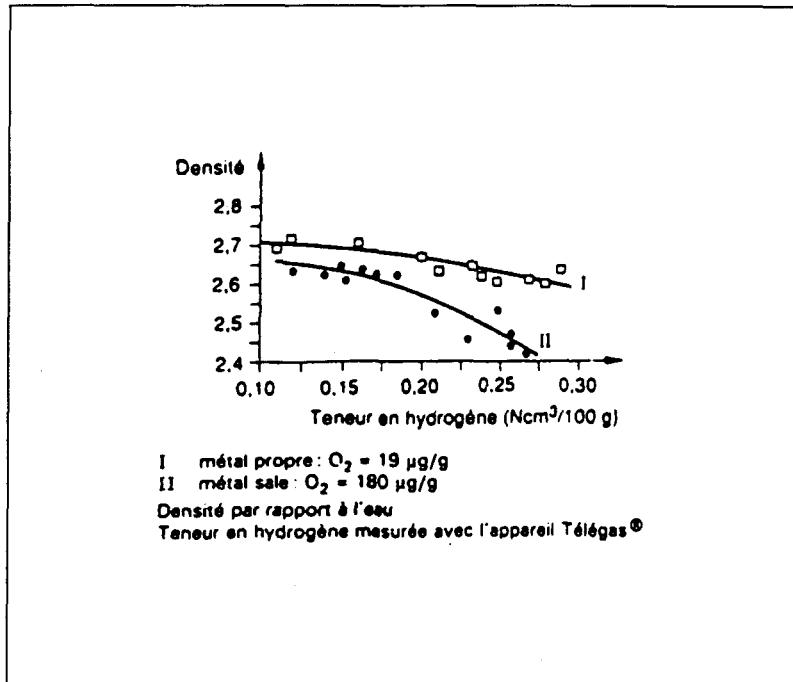


Figure 3 Densité d'un alliage A-S5U3G solidifié sous 80 mbar en fonction de sa teneur en hydrogène⁴.

2.1.4 Méthodes d'évaluation de la quantité d'inclusions

Avec les exigences croissantes de l'industrie concernant la qualité des produits, il devient important d'évaluer rapidement et efficacement la propreté du métal. La forme des inclusions en présence, leurs dimensions et leur nature sont autant d'informations importantes pour caractériser la qualité du métal liquide. Toutefois, la tâche est compliquée par le fait que les inclusions non-métalliques ne sont pas réparties uniformément dans le métal. De plus, la concentration extrêmement faible des inclusions rend leur caractérisation plutôt difficile. Plusieurs

techniques ont été élaborées à cette fin.

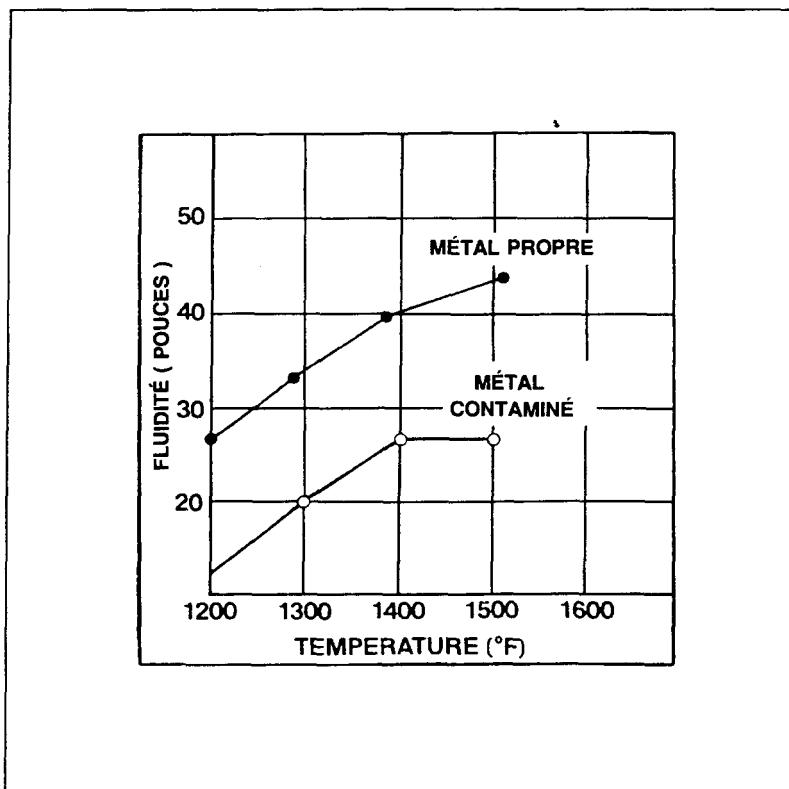


Figure 4 Effet de la filtration sur la fluidité du métal⁴.

2.1.4.1 Méthodes chimiques

Ces méthodes permettent d'identifier les différents types d'impuretés présentes dans le métal liquide. Toutefois, selon Doutre et al.⁶, elles apportent peu d'informations sur la quantité et la forme des inclusions ou sur la répartition de celles-ci à l'intérieur de la matrice. La faible concentration en inclusions explique, principalement, cette situation.

2.1.4.2 Technique PoDFA.

Les méthodes métallographiques sont généralement plus intéressantes. Il devient possible avec ces techniques de déterminer la nature et les dimensions des inclusions. Par contre, dans un alliage relativement propre, on ne retrouve qu'une vingtaine de particules par ml. Il s'avère donc préférable d'utiliser une des méthodes dites de préconcentration.

La technique PoDFA⁶ qui consiste à faire passer un échantillon d'aluminium liquide dans un filtre est l'une de ces méthodes (figure 5). Le résidu de filtration prélevé à la surface du filtre fait ensuite l'objet d'une métallographie. Cette observation du résidu de filtration permet de déterminer la nature et la quantité de chaque type d'inclusions. Cette technique permet l'étude par exemple, de la sédimentation de chaque catégorie d'inclusions (figure 6). Elle a également été utilisée pour vérifier l'efficacité d'un traitement du métal liquide en place. La figure 7 montre les résultats obtenus par Doutre et al.⁶, pour deux mélanges de gaz différents, avec un système de traitement du métal liquide disponible dans le commerce. Cette recherche démontre clairement une diminution de la propreté du métal après un traitement à base d'azote, alors qu'il n'y a pas de changements significatifs de la qualité du métal liquide après un traitement à base d'argon. Une étude du concentré d'inclusions obtenu avec le mélange à base d'argon, a révélé la présence d'un grand nombre de films d'oxydes absents au début du traitement.

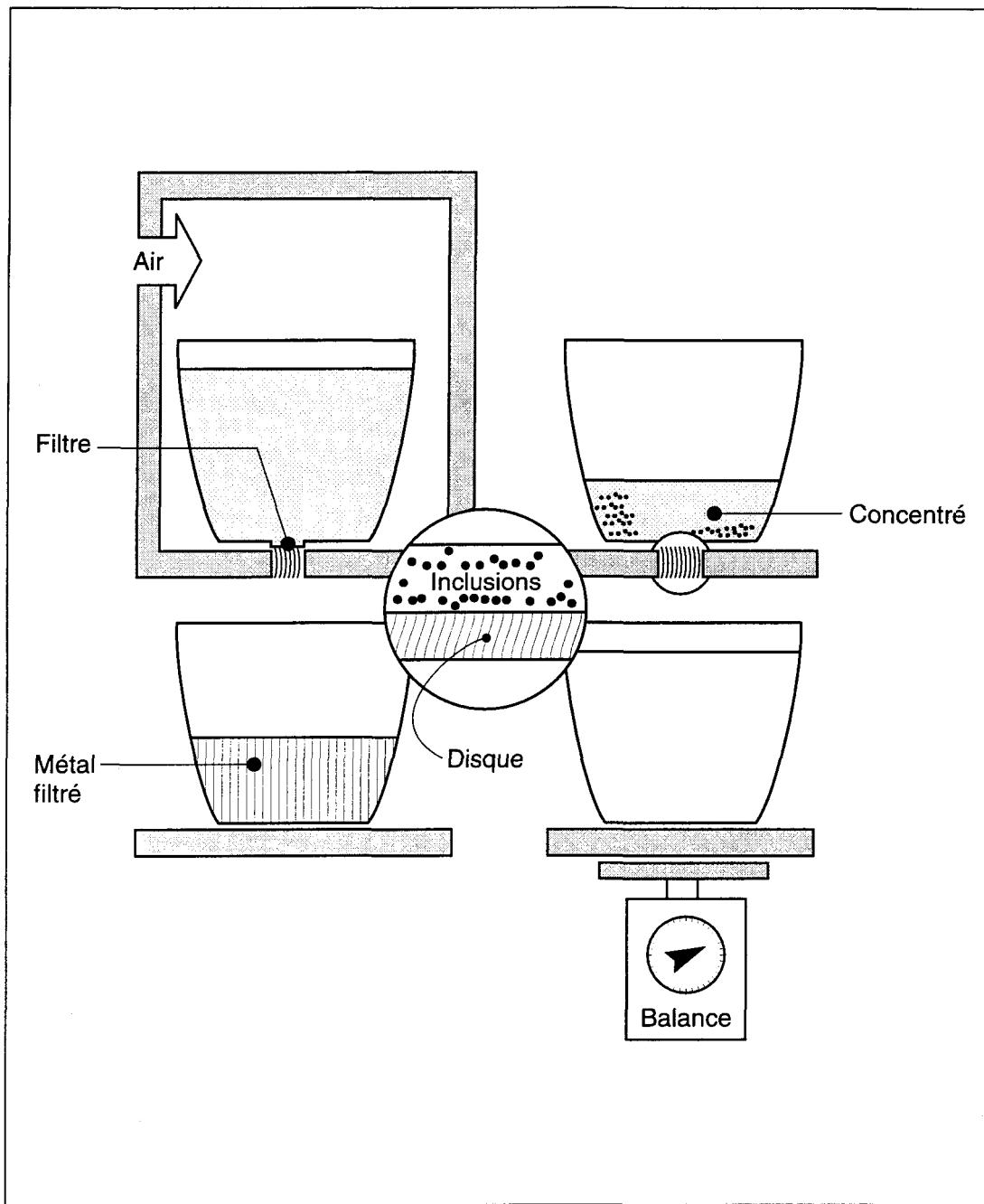


Figure 5 Principe de la méthode PoDFA (Porous Disc Filtration Apparatus) servant à mesurer la propreté du métal⁶.

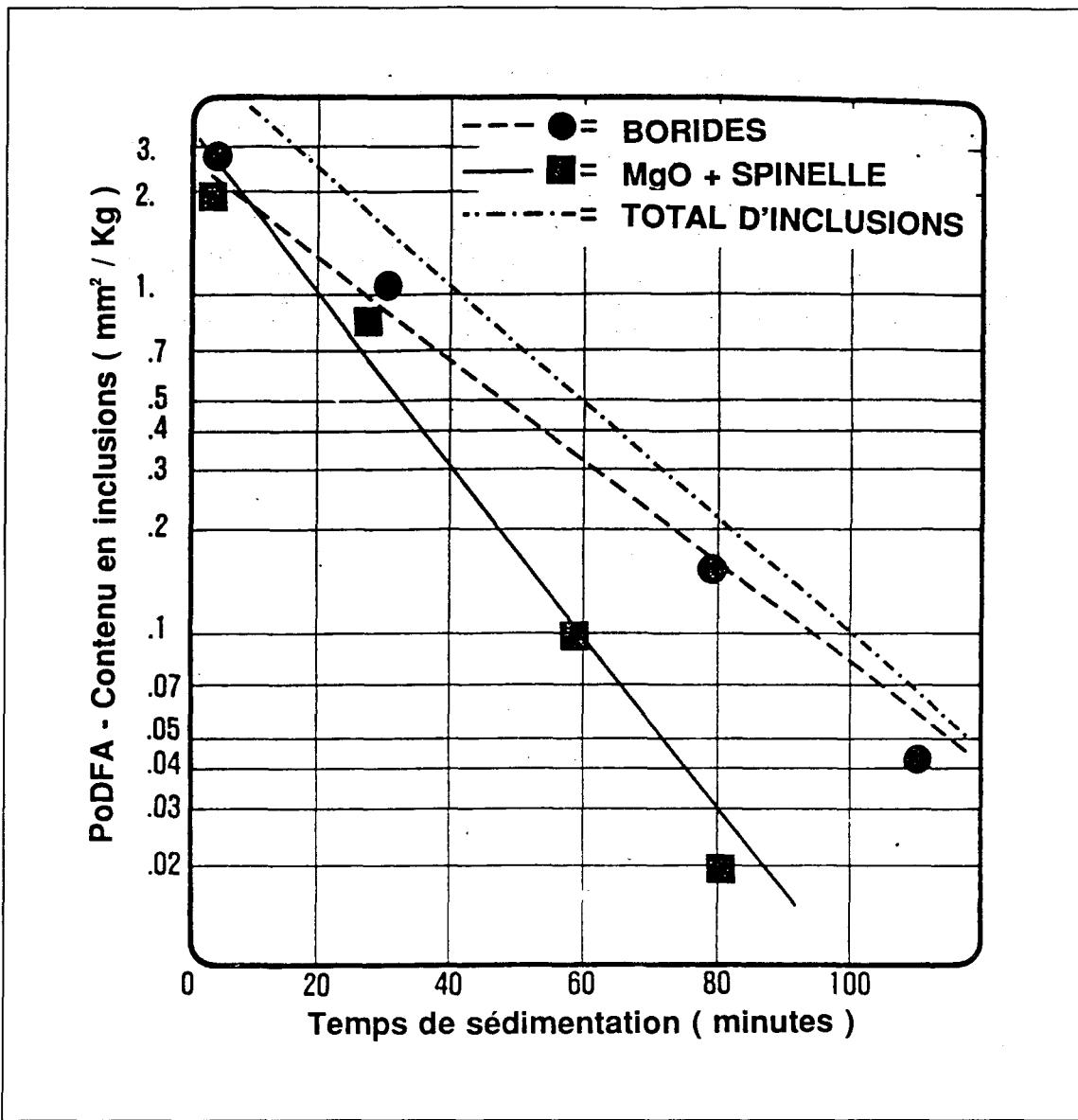


Figure 6 Effet du temps de sédimentation sur la concentration d'inclusions mesurée par la technique PoDFA⁶.

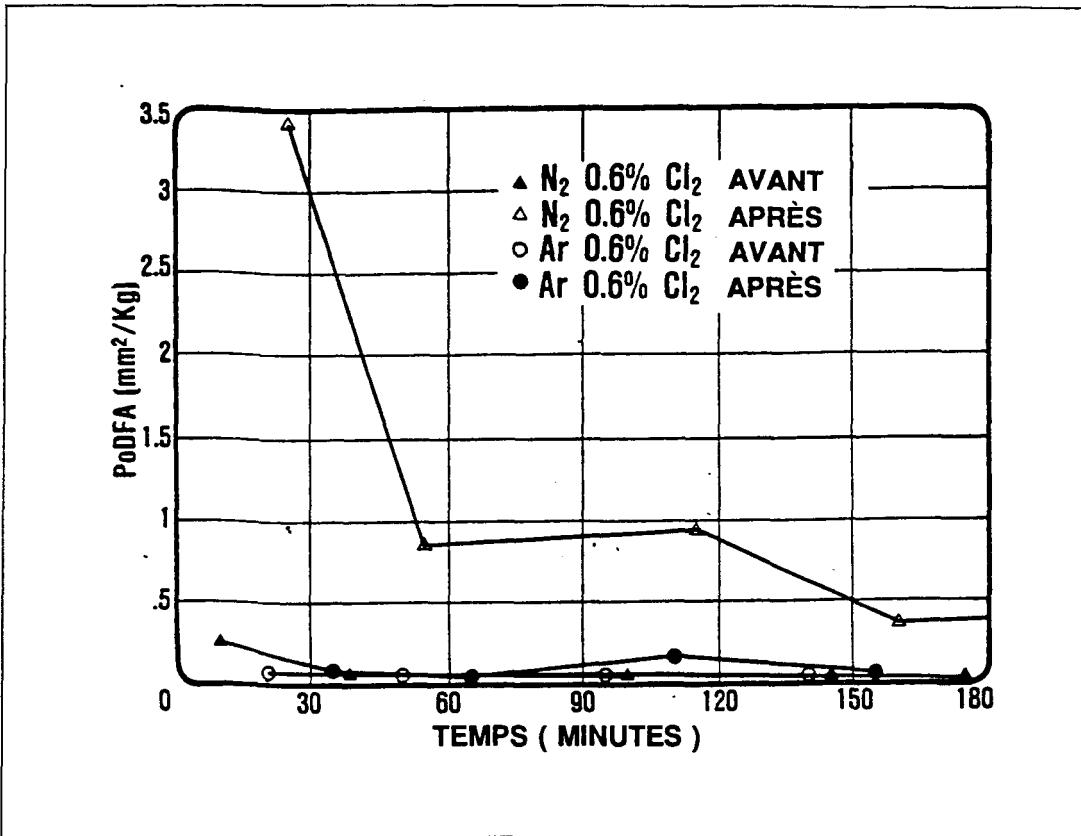


Figure 7 Effet de la composition du gaz sur la performance d'un appareil de traitement du métal liquide en place⁶.

2.1.4.3 LiMCA

Il existe une technique de mesure très prometteuse qui est encore actuellement en développement. L'appareil appellé LiMCA (Liquid Metal Cleanliness Analyzer) est dérivé d'un appareil médical appelé Coulter Counter qui servait à l'origine à compter le nombre de particules de gras dans le sang. Les appareils de la série LiMCA mesurent les variations de résistivité dans un mince tube de métal liquide où passent des inclusions non-conductrices. L'appareil compte le nombre de

particules et enregistre la distribution statistique des dimensions des inclusions. Le tableau 2 montre un exemple d'application du système LiMCA. Cette expérience conduite par Doutre et al.⁶, visait l'étude de la précipitation et de la sédimentation des Borides de titane-vanadium. L'aluminium de calibre commercial (99,7 %) a subit les différentes opérations présentées sur ce tableau. Les résultats obtenus à l'aide de cet appareil sont similaires à ceux obtenus avec la méthode PoDFA comme le montre la figure 12. Cette technique ne peut être utilisée pour les métaux recyclés étant donné que la quantité de saletés dans ces alliages est trop grande. De plus, l'appareil est très coûteux et nécessite la formation d'une main-d'œuvre spécialisée.

2.1.5 Effet de la concentration en magnésium sur les inclusions

Une recherche effectuée par Fasoyinu⁷ concernant les effets de l'augmentation du pourcentage de magnésium sur l'alliage A380 (tableau 3), peut donner une bonne idée des résultats auxquels s'attendre avec l'alliage 319. Dans son étude, exécutée à l'aide de la méthode PoDFA, le fait de varier la concentration en magnésium de 0,08 % jusqu'à 0,57 % ne semble pas mener à l'augmentation de la quantité d'inclusions contenant du magnésium (MgO et $MgAl_2O_4$).

Tableau 2 Effet de l'addition du Bore, de l'attente et du brassage sur la propreté d'un alliage de qualibre commercial⁶.

	Opération	Concentration d'inclusions ($> 20 \mu\text{m}$) par kg
A	Le métal est maintenu à une température de 700°C pendant 6 heures	850
B	Brassage	8 200
C	Attente de 2 heures	2 900
D	Addition de 20 ppm de Bore avec brassage	74 000
E	Attente de 5 minutes	23 000
F	Brassage	75 000
G	Attente de 50 minutes	20 000
H	Attente de 1 heure 10 minutes	8 400
I	Attente de 1 heure 10 minutes	8 000
J	Addition de 85 ppm de Bore avec brassage	227 000
K	Attente de 10 minutes	95 000
L	Attente d'une nuit (≈ 12 heures)	2 100
M	Brassage	74 000

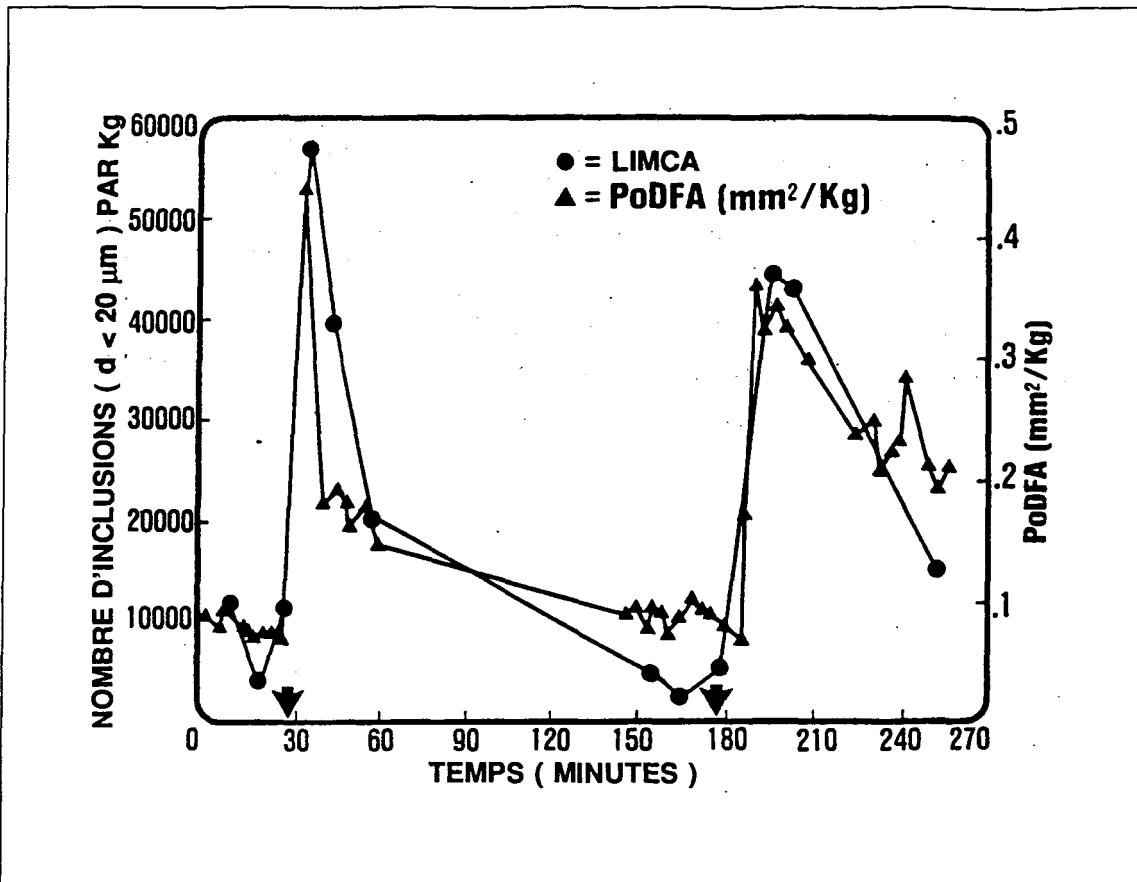


Figure 8 Mesures de la quantité d'inclusions effectuées à l'aide de l'appareil LiMCA et de la technique PoDFA en fonction du temps⁶.

Tableau 3 Composition chimique de l'alliage 380 (% poids).

Alliage	Si	Cu	Zn	Fe	Mn	Ni	Mg
380	7,5 - 9,5	3,0 - 4,0	3,0	1,3	0,5	0,5	0,1

2.2 PRINCIPALES MÉTHODES D'ÉLIMINATION DES INCLUSIONS

2.2.1 Filtration

Selon Gruzleski et Closset², la filtration à l'aide du filtre de céramique poreux peut être divisée en deux mécanismes différents. Le premier mécanisme, la filtration par agglomération, a lieu à la surface du filtre. Les particules, dont les dimensions sont plus grandes que celles des pores du filtre, restent coincées à la surface de celui-ci pour former graduellement un autre filtre. Ce processus finira à la longue par bloquer le filtre de céramique puisque l'accumulation continue tant que le métal circule.

Le deuxième mécanisme se produit à l'intérieur du filtre de céramique poreux. Les particules qui ont réussi à s'infiltrer dans le réseau de pores peuvent entrer en collision avec la surface intérieure du filtre et y adhérer. Le contact entre l'inclusion et la paroi du filtre peut avoir lieu grâce à trois principes, par interception directe de la paroi, par inertie ou sédimentation et finalement par une combinaison d'effets dynamiques du fluide.

Évidemment, étant donné que la filtration est le résultat de tout ces procédés, il est logique de penser qu'elle sera plus efficace pour des inclusions faisant partie d'une certaine gamme de dimensions et moins efficace pour une autre gamme. Les résultats, obtenus par Dupuis et al.⁸, concernant l'efficacité des filtres de céramique poreux de 30 pores par pouce (ppi), montrent la relation entre l'efficacité d'un filtre

et les dimensions des inclusions (figure 9).

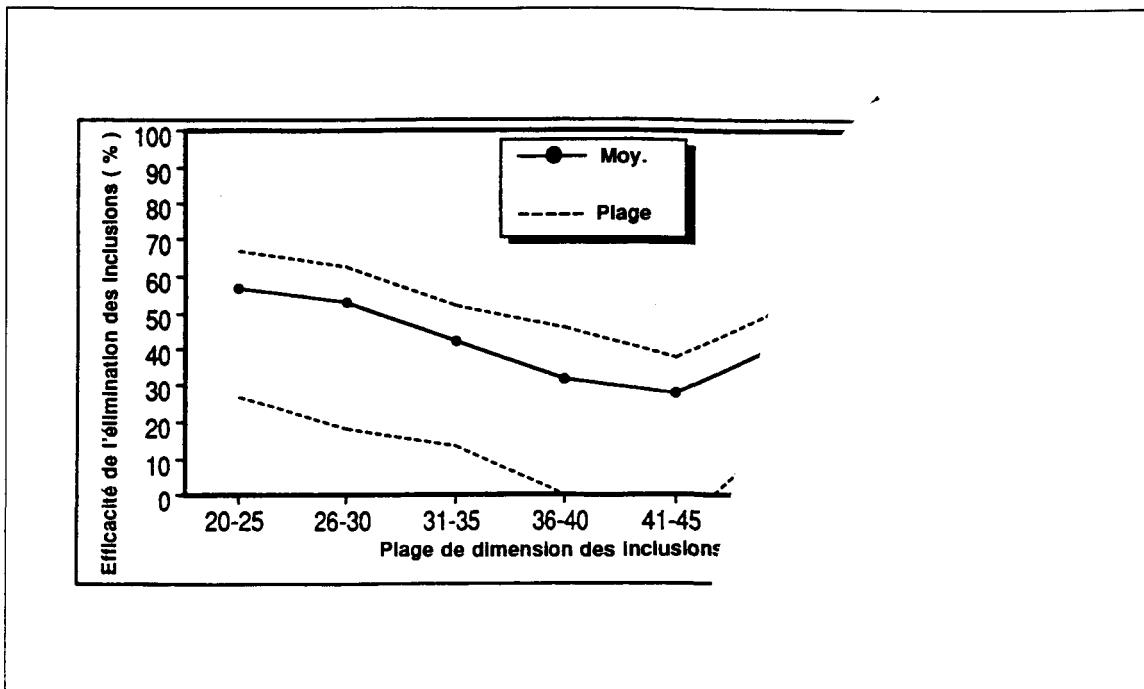


Figure 9 Efficacité d'un filtre de céramique de 30 ppi en fonction des dimensions des inclusions⁸.

L'efficacité de la filtration est sensible à certaines conditions que l'on peut éviter dans un laboratoire. Il est nécessaire d'éviter les fluctuations de débit à l'entrée du filtre ce qui pourrait libérer des agglomérats d'inclusions déjà accumulés sur le filtre. Un niveau de vibration trop élevé peut, également, avoir le même effet.

2.2.2 Flottaison et brassage

Cette technique, développée au départ pour éliminer une partie de l'hydrogène en solution dans le métal liquide, a prouvé son utilité pour l'élimination partielle des inclusions également présentes dans le métal.

La flottaison est assurée par les bulles de gaz inertes (argon, azote) qui sont réparties le plus uniformément possible dans le métal liquide à l'aide d'un agitateur rotatif perforé. Une certaine proportion des inclusions qui entrent en collision avec les bulles de gaz sont emportées vers la surface du bain où elles adhèrent à la couche d'oxydes pour y être recueillies.

Le brassage est pour sa part effectué directement par l'agitateur rotatif et par l'ensemble des bulles de gaz qui montent à la surface du bain. Les inclusions transportées par ces courants se retrouvent sur les parois du creuset et à la surface du métal liquide.

Martins et Sigworth⁹, dans leur revue de la littérature portant sur le sujet, ont conclu qu'une période de brassage de 10-15 minutes est suffisante pour éliminer les inclusions pouvant être atteintes par ce procédé. Ils affirment aussi que peu importe le mécanisme (flottaison ou brassage), il est très difficile d'éliminer les inclusions plus petites que 10 microns. La flottaison semble toutefois plus efficace à ce titre que le brassage. Ils ajoutent que même si les bulles de gaz de près 5 mm de diamètre ont une efficacité de près de 100% en ce qui concerne le dégazage, la diminution du diamètre permettrait une amélioration du processus de flottaison des

petites inclusions.

2.3 FLUIDITÉ

La capacité d'un métal à remplir adéquatement toutes les parties d'un moule est une propriété essentielle à la réalisation de pièces coulées de bonne qualité. Cette propriété intéresse les métallurgistes depuis plusieurs années déjà comme en témoignent certains articles de Portevin et Bastien¹⁰ parus dans les années trente. Une bonne fluidité permet entre autres de réaliser des pièces plus complexes à des températures de coulée plus basses ce qui a une incidence directe sur les propriétés mécaniques du métal employé.

2.3.1 Définition

La fluidité est définie par Mollard et al.¹⁵ comme étant la capacité d'un métal à remplir chaque petits espaces, que ce soit de la cavité d'un moule ou entre les fibres ou toutes autres composantes servant d'armature à un composite.

2.3.2 Facteurs influençant la fluidité

Une solidification lente permet au métal de se rendre plus facilement dans les différentes parties du moule au détriment toutefois des propriétés mécaniques puisque dans ce cas la microstructure est grossière. En coulant à une température plus élevée, on retarde le début de la solidification ce qui favorise le déplacement du métal en fusion. Le matériel avec lequel le moule a été fabriqué et la nature du revêtement qui recouvre la surface intérieure du moule ont un effet direct sur la coulabilité. Ces matériaux influencent les échanges thermiques entre le métal en fusion et le moule, affectant ainsi la vitesse de solidification. Dans le cas des moules en sable, l'effet du matériel de confection a été étudié depuis nombres d'années, notamment par Flemings et al.¹¹. Ces études montrent que le choix du liant à utiliser est déterminant quant à l'amélioration de la fluidité du métal coulé.

2.3.2.1 Fluidité de l'aluminium pur

Les métaux purs possèdent une excellente fluidité même à la température du liquidus. La pureté du métal est très importante en ce qui concerne la fluidité. Les résultats obtenus par Lang¹² sont présentés à la figure 10. En améliorant la propreté du métal, il est possible d'améliorer la fluidité de celui-ci. Groteke¹³, a démontré qu'il y a une relation directe entre la propreté du métal liquide et sa fluidité pour un alliage Al-6Si-3,5Cu (figure 11). Dans ce cas, le métal propre affiche une fluidité de

20 % supérieure à celle du métal sale.

2.3.2.2 Fluidité des alliages binaires

Deux phénomènes ont des effets directs sur la fluidité, il s'agit premièrement du processus de solidification et deuxièmement de la cristallisation. Au fur et à mesure que le métal se déplace dans le moule, il perd de la chaleur, ce qui entraîne éventuellement, dans le cas des alliages binaires, le début de la solidification lorsque la température atteint celle du liquidus. Ainsi, on peut immédiatement constater l'importance de l'intervalle de solidification. Selon Portevin et Bastien¹⁰, lorsque ce processus est entamé, le comportement du métal peut être décrit en trois stades principaux.

Dans le premier stade, les cristaux qui se forment à l'intérieur du métal ne sont pas en assez grand nombre pour entrer en contact. On peut donc dire qu'ils nagent dans le liquide et n'empêchent pas le déplacement de la phase liquide. La phase solide est discontinue et la phase liquide est continue. Dans le deuxième stade, les cristaux sont en assez grand nombre pour s'agglutiner pour former une masse continue qui permet tout de même le passage de la phase liquide. A ce point, les deux phases sont continues mais seule la phase liquide peut se déplacer. Dans le troisième et dernier stade de la solidification, les cristaux sont en nombre suffisamment grand pour bloquer le liquide. Les deux phases sont continues et sont

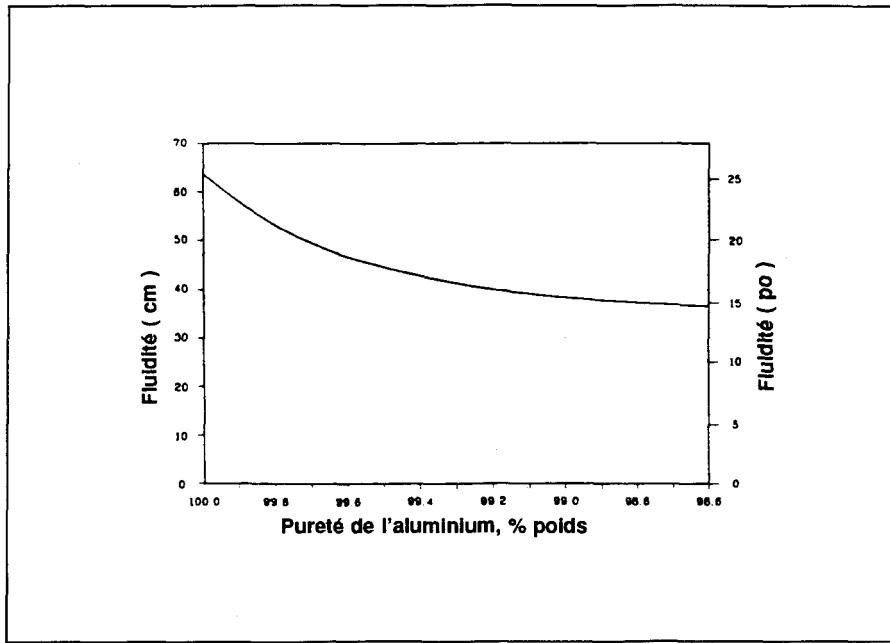


Figure 10 Influence de la pureté de l'aluminium sur sa fluidité¹².

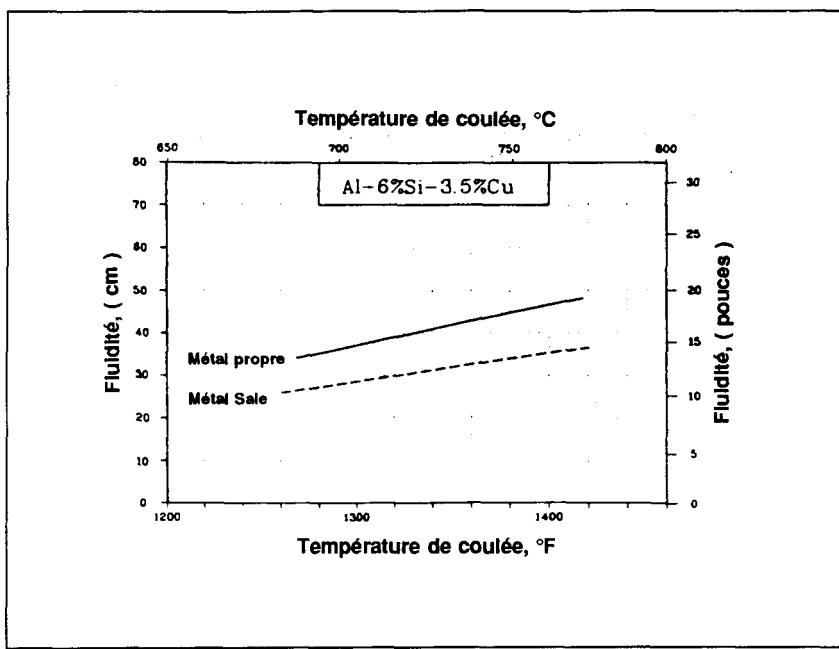


Figure 11 Influence de la propreté du métal liquide sur la fluidité de l'alliage Al-6Si-3.5Cu¹³.

immobilisées. A ce point, la fluidité du métal est nulle et la solidification est presque terminée. Le taux de cristallisation et la forme des cristaux influencent l'importance respective de chacun de ces stades. De cette conclusion, on peut déjà entrevoir le comportement particulier de l'alliage ayant une composition près de l'eutectique, puisque le premier stade est de loin le plus important dans ce cas.

La fluidité est généralement inversement proportionnelle à l'intervalle de solidification. Le maximum de fluidité est atteint généralement lorsque le mélange est uniforme (eutectique, métal pur). La figure 12 illustre bien ce comportement. La fluidité serait donc dépendante non seulement de l'intervalle de solidification mais aussi de la forme des cristaux. Des cristaux de formes convexes et compactes sont plus difficiles à agglutiner que des cristaux de type dendritique plus allongés. Ce sont ces faits qui expliqueraient l'augmentation considérable de la fluidité au voisinage de la composition eutectique, résultat obtenu par plusieurs chercheurs dont Floreen et Ragone¹⁴ (figure 12).

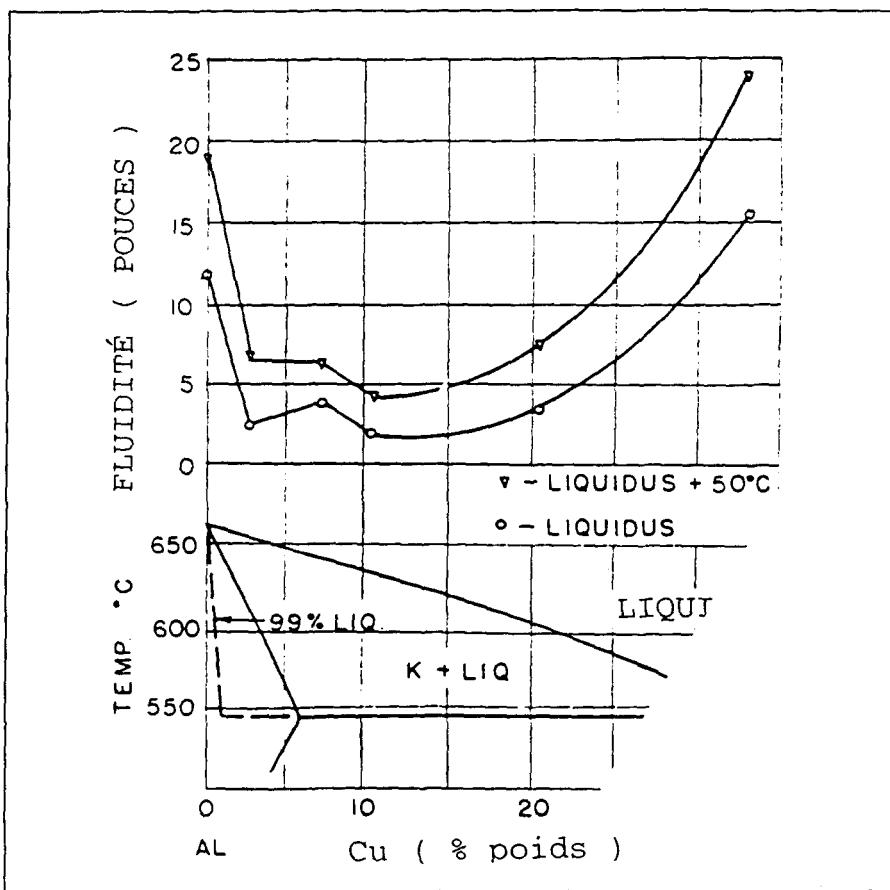


Figure 12 Fluidité en fonction de la composition. Al-Cu¹⁴

2.3.3 Influence des éléments d'addition courants

Dans la revue de la littérature effectuée par Mollard et al.¹⁵, on constate que pour les familles d'alliages Al-Cu et Al-Mg, la fluidité décroît rapidement avec l'augmentation de la concentration de l'élément allié. Dans les deux cas, le minimum de fluidité est atteint approximativement à la concentration la plus couramment utilisée au niveau industriel. La fluidité augmente par la suite ou elle atteint un maximum aux environs de la composition eutectique. La fluidité maximale de l'alliage

Al-Cu est plus grande que celle de l'aluminium pur tandis que celle du système Al-Mg lui est inférieure.

La famille Al-Si, probablement la plus importante, réagit d'une manière comparable. Par contre, le maximum de fluidité est atteint non pas à la composition eutectique (12 % Si), mais à une concentration en silicium de 18 %.

2.3.4 Influence des éléments d'addition mineurs

Comme les éléments d'additions majeurs, ceux considérés mineurs ont une influence sur la fluidité des alliages d'aluminium. Mollard et al.¹⁵ considèrent que l'addition de plusieurs éléments brise la solidification simple que l'on retrouve dans les alliages binaires. Ce genre d'alliage donne un métal d'une texture différente qui gèle plus rapidement réduisant ainsi la fluidité. Les affineurs de grains comme le titane, ont sensiblement les mêmes effets. Les affineurs les plus efficaces sont idéaux puisqu'ils sont utilisés en moins grande quantité dans le métal. Il est difficile d'évaluer avec précision l'effet du strontium et du sodium sur la fluidité puisqu'ils sont utilisés à des concentrations de silicium variant de 10% à 20 % Si. A ces concentrations la fluidité des alliages Al-Si varie grandement et masque, du moins partiellement, l'effet du strontium ou du sodium. Toutefois, il est possible d'affirmer que la modification de la phase de silicium réduit la fluidité. Il est aussi nécessaire de préciser que d'après l'ensemble des travaux effectués sur le sujet, il ne s'agirait que d'une diminution de 10 % tout au plus. Les travaux de Venkateswaran et al.¹⁶

portant sur l'effet des éléments traces sur la fluidité de l'alliage Al-11.4% Si (composition eutectique) ont montré que la majorité des éléments traces utilisés pour la modification ont un effet négatif sur la fluidité (figure 13).

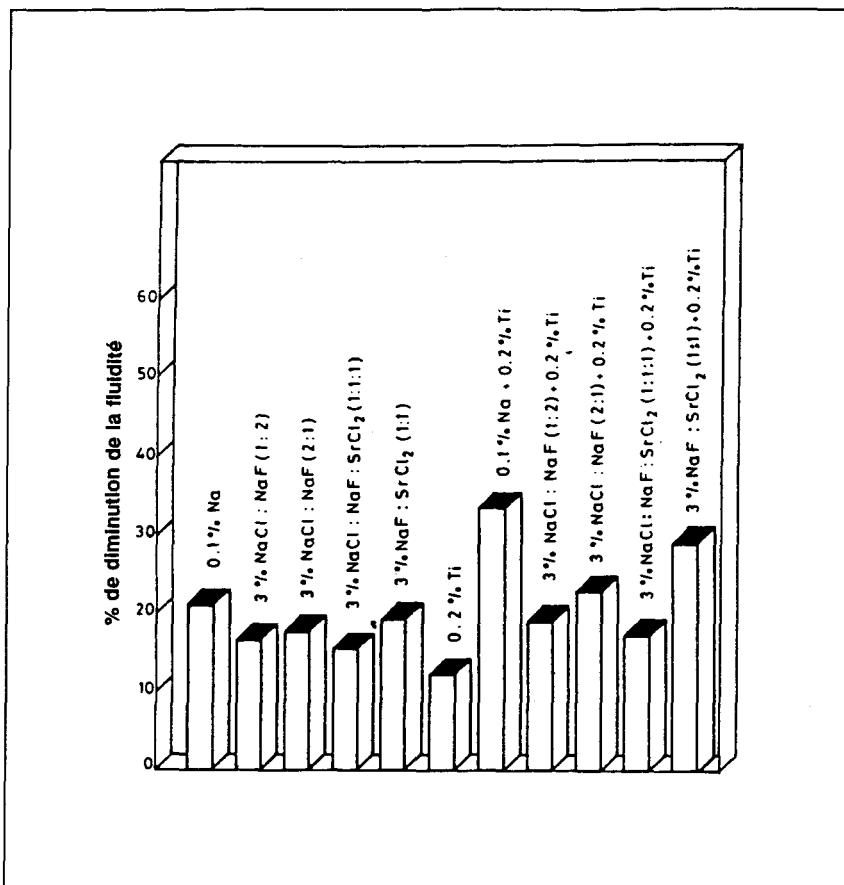


Figure 13 Perte de fluidité à 600 °C de l'alliage eutectique Al-Si après l'addition de certains éléments traces¹⁶.

2.3.5 Méthodes de mesure de la fluidité

Étant donné les nombreux facteurs qui influencent la fluidité, il n'existe ni définition, ni norme concernant ce type de mesures. Différentes techniques ont été utilisées afin d'évaluer la fluidité d'un alliage, mais il semble que jusqu'à maintenant aucune d'elles n'a su faire l'unanimité. Deux méthodes sont toutefois plus utilisées dans l'industrie i.e. les moules en forme de spirale et la méthode Ragone.

Les moules de sable ou de métal en forme de spirale ont été utilisés dans plusieurs études concernant la fluidité dont celle de Mollard et al.¹⁵. Les résultats obtenus à l'aide de ces techniques sont intimement reliés aux dimensions du moule, au matériel de confection (type de sable, liant, etc...), aux turbulences et à la pression de métal durant la coulée. Le moule est conçu de façon à maintenir la pression de métal constante et à diminuer la formation de turbulences et d'oxydes. Ce genre de moule est très intéressant pour l'étude des paramètres de la fluidité qui sont reliés à la nature du moule mais ils posent quelques difficultés en ce qui concerne notamment la reproductibilité des résultats. De plus, il est difficile d'effectuer des mesures en place dans une usine.

La deuxième méthode, maintenant appelé Ragone, du nom de son inventeur, est couramment utilisée (figure 14). Il s'agit en fait d'un tube de verre de diamètre déterminé auxquel on applique une succion lorsque l'extrémité est plongée dans le métal. Les avantages du système Ragone sont nombreux: la succion est calibrée, la forme du canal est facile à contrôler et l'appareil est assez robuste pour supporter

une utilisation industrielle. De plus, la simplicité de la technique et la possibilité de répéter plusieurs fois les mesures rendent cette technique plus qu'intéressante.

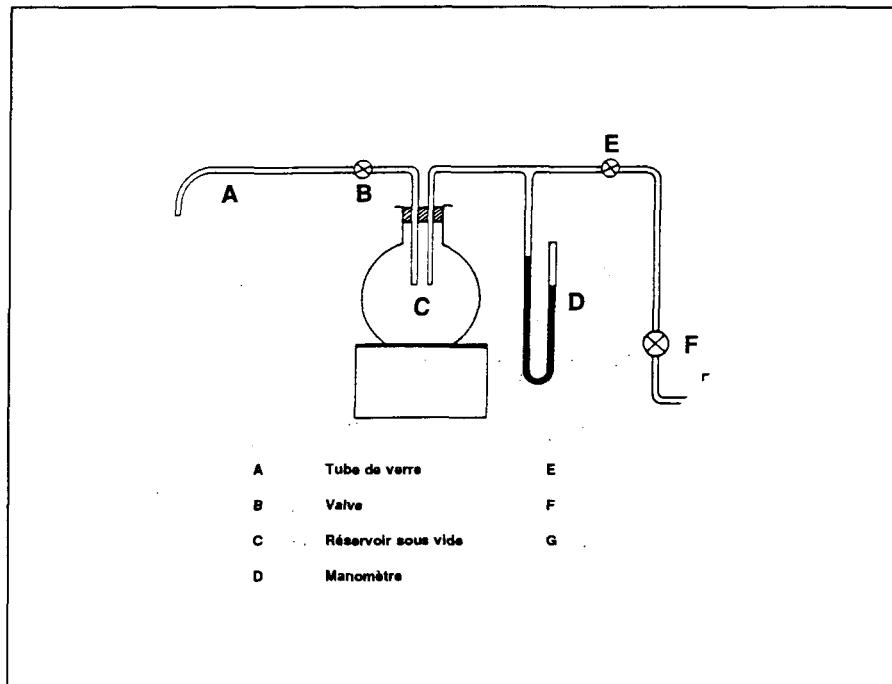


Figure 14 Représentation schématique de l'appareil Ragone.

2.4 SOLIDIFICATION DU MÉTAL

2.4.1 Solidification à l'équilibre ou hors-équilibre

La solidification à l'équilibre n'est pas observée dans les conditions de coulée industrielles, ainsi il est nécessaire de connaître l'effet qu'a la déviation d'un procédé vis-à-vis des conditions d'équilibre. La déviation vers les conditions hors-équilibre a

un effet significatif sur la microstructure observée et par le fait même sur les propriétés mécaniques du métal¹⁷.

La solidification à l'équilibre est approchée lorsque $L^2 \ll D_s t$, où L est la distance solidifiée, D_s est le coefficient de diffusion du soluté dans le solide et t le temps. La figure 15 représente la redistribution du soluté pendant la solidification à l'équilibre d'un alliage de composition C_o .

Un alliage de composition C_o , commence à se solidifier à la température T_L et termine sa solidification à la température T_s . La concentration initiale du solide (au début de la solidification) est de kC_o , où k est le coefficient de partition à l'équilibre (C_s^*/C_L^*), le ratio solide-liquide de soluté à l'interface. Parce que l'on suppose que la diffusion à l'état solide est complétée, la concentration de soluté à l'état solide (C_s) est égale à la concentration de soluté à l'interface solide (C_s^*) sur la ligne du solidus. La diffusion dans le liquide est aussi complétée. Après le refroidissement on obtient une phase solide, uniforme et unique avec une concentration en soluté C_o .

La solidification avec équilibre local, a lieu à des vitesses de solidification variant de 0,1 à 100 °C/s. Elle peut être approximée en supposant que $D_s \approx 0$ et que l'équilibre local à l'interface est maintenu ($k=C_s^*/C_L^*$) et $D_L \approx \infty$. La figure 16 représente ce type de solidification. Le premier solide qui se forme, à la température T_L , a une concentration en soluté de kC_o . Aux températures en deçà du liquidus, le solide qui se forme à l'interface de solidification contient plus de soluté que celui qui s'est formé auparavant. Donc, vers la fin de la solidification, il y a formation d'un

eutectique instable dans la région interdendritique. La dissolution de cet eutectique a lieu pendant l'homogénéisation du métal.

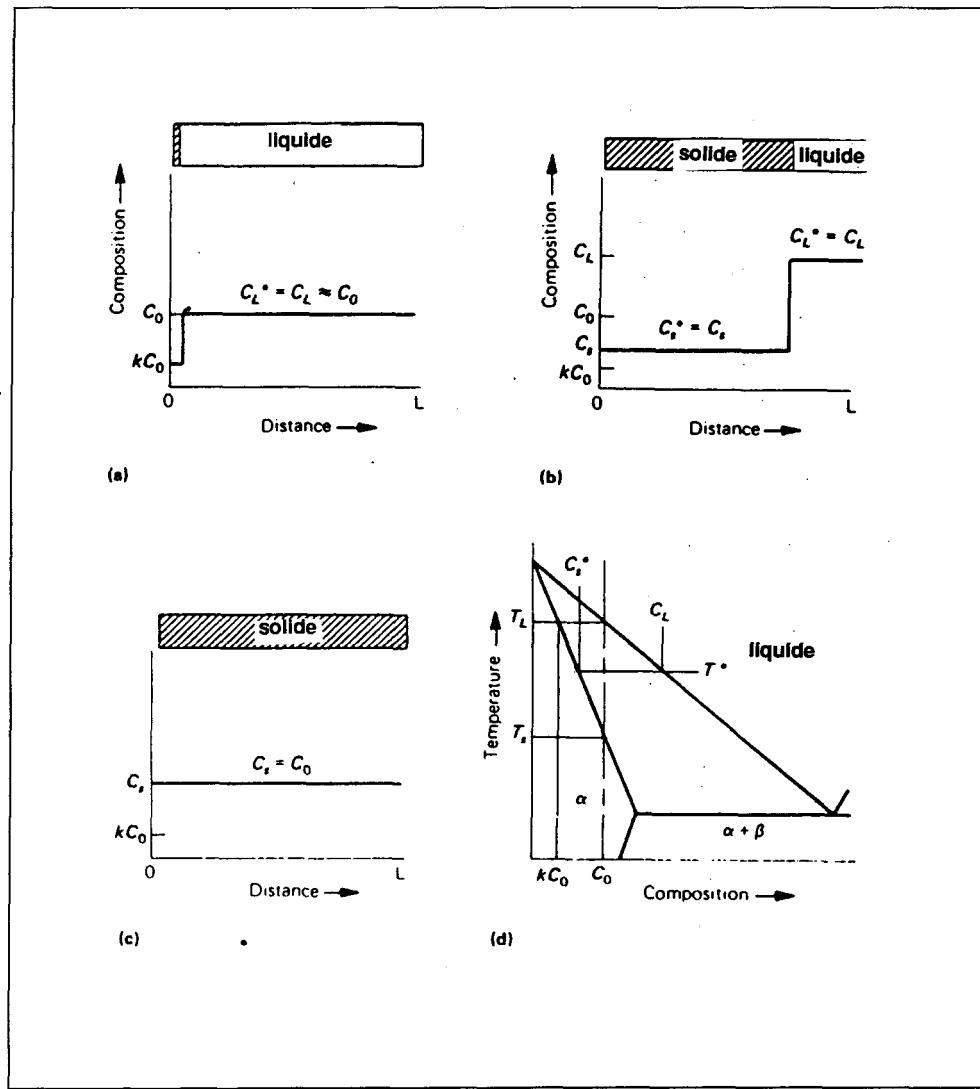


Figure 15 Redistribution du soluté pendant la solidification à l'équilibre d'un alliage de composition de C_0^{17} .

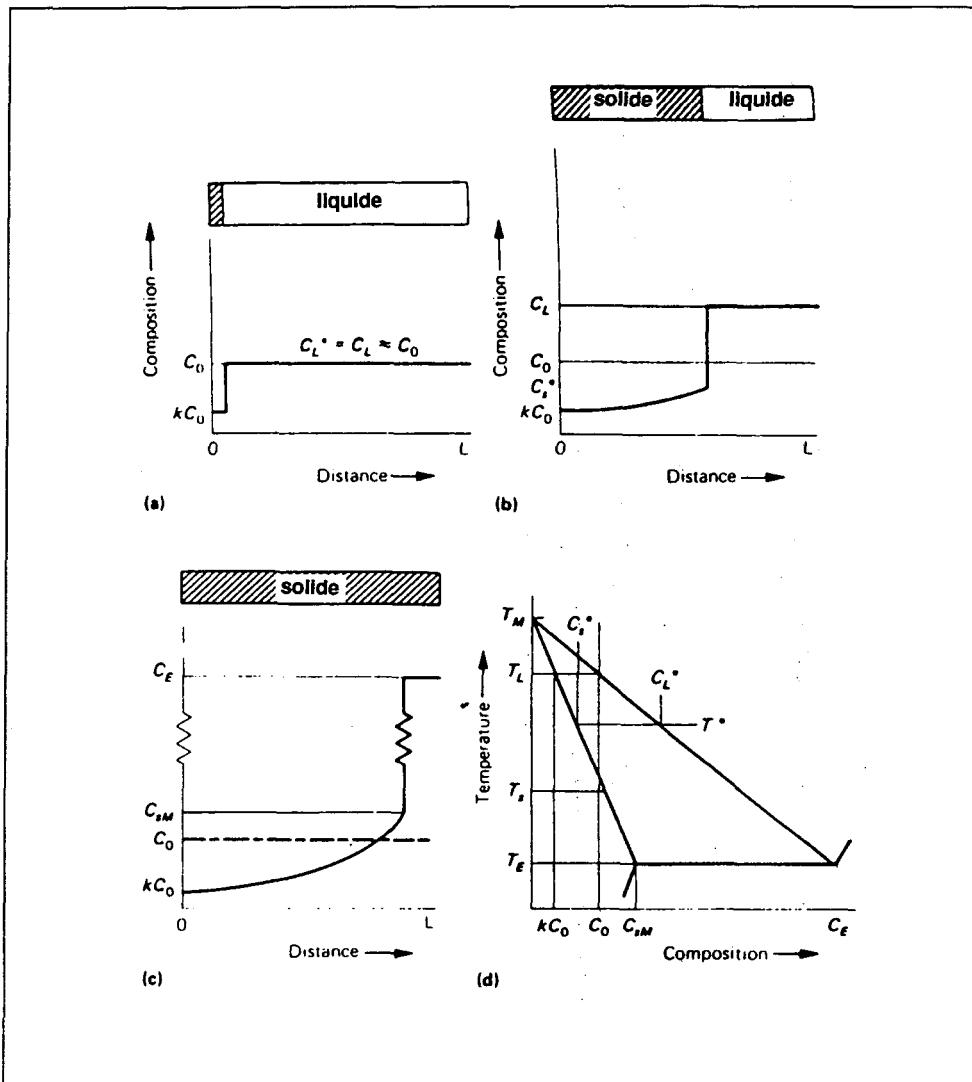


Figure 16 Redistribution du soluté pour une solidification avec une diffusion solide nulle et une diffusion liquide complète¹⁷.

2.5 ALLIAGES APPARENTÉS AU SYSTÈME Al-Si-Cu-Mg

L'étude des différents systèmes d'alliages qui sont apparentés au système Al-Si-Cu-Mg permet d'identifier les différentes phases qui sont sujettes à un traitement thermique. Les informations déjà recueillies depuis plusieurs années permettent également de caractériser le comportement de ces différentes phases lorsqu'elles sont soumises entre autres à des traitements de mise en solution et de vieillissement.

2.5.1 Système Aluminium-Cuivre

Le cuivre est l'un des éléments d'addition les plus importants pour l'aluminium. Il est souvent utilisé comme élément complémentaire puisqu'il contribue au durcissement du métal. La partie riche en aluminium du diagramme d'équilibre Al-Cu est présentée à la figure 17. L'eutectique $\text{Al}-\text{CuAl}_2$ se situe à la température de 548 °C et le liquide eutectique est composé d'Aluminium - 32,3 % poids Cu en équilibre avec une solution solide d'aluminium contenant 5,7 % poids Cu. La composition de la phase intermétallique CuAl_2 varie de 52,5 % poids Cu à 53,7 % poids Cu à 548 °C et de 53,2 % poids Cu à 53,9 % poids Cu à une température de 400 °C. Les réactions de précipitations sont les suivantes: Solution solide sursaturée → zones de plaquettes cohérentes GP "Guinier - Preston" parallèles à $\{001\}_{\text{Al}}$ → zones de plaquettes cohérentes θ'' parallèles à $\{001\}_{\text{Al}}$ → zones de plaquettes semi -

cohérentes θ' parallèles à $\{001\}_{\text{Al}}$ → précipités non-cohérents θ^{17} .

2.5.2 Système Aluminium-Magnésium

Le magnésium, même si il est实质iellement soluble dans l'aluminium solide (figure 18), ne présente pas de caractéristiques appréciables de durcissement structural à des concentrations inférieures à 7 % poids Mg. Son addition améliore les résultats obtenus suite au travail à froid, notamment la ductilité, en plus d'une résistance à la corrosion accrue et d'une amélioration des propriétés de soudure¹⁷.

2.5.3 Système Aluminium-Silicium

La présence de silicium améliore la fluidité d'un alliage d'aluminium tout en réduisant le retrait dans les pièces coulées. De plus, il est possible de modifier la répartition des particules de silicium dans les alliages hypoeutectiques par l'addition de sodium ou de strontium.

Le système Al-Si forme un eutectique simple avec une solubilité à l'état solide limitée des deux éléments l'un dans l'autre. Le point eutectique est situé à une concentration de 11,7 % poids Si à une température de 577 °C. Il n'y a aucune formation de phase secondaire (figure 19)¹⁷.

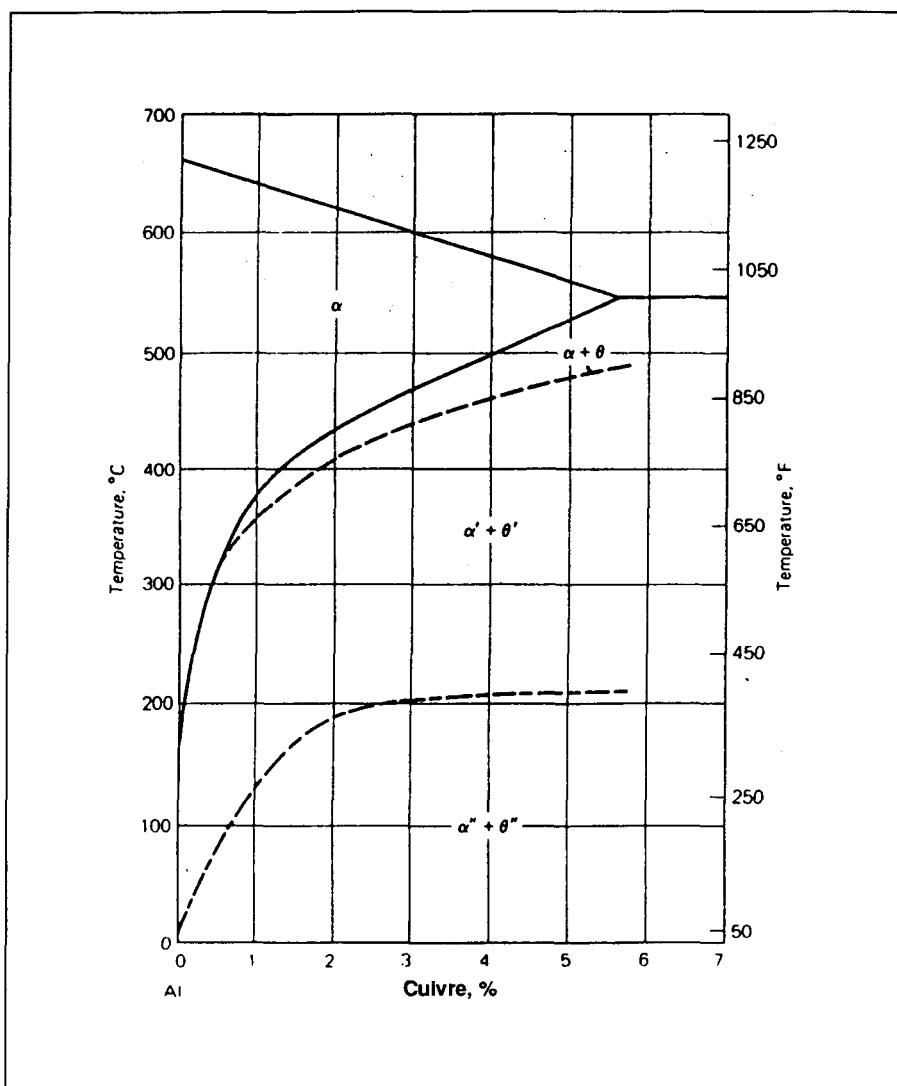


Figure 17 Partie du diagramme d'équilibre Al-Cu¹⁸.

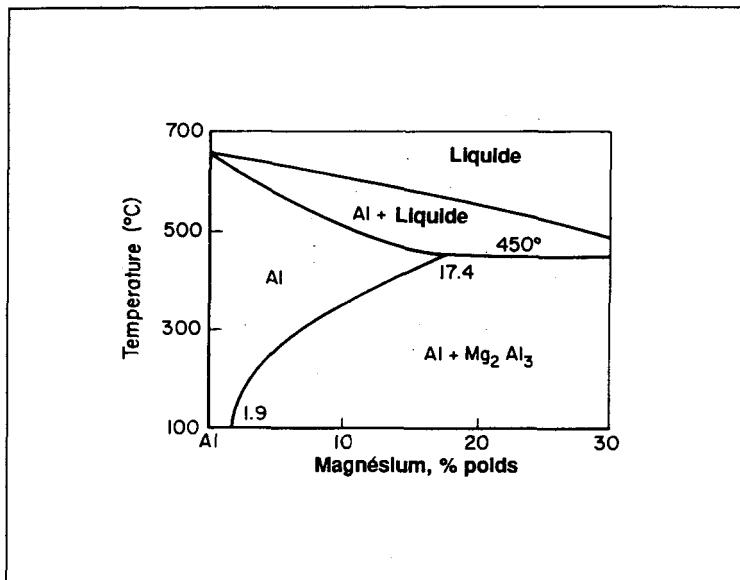


Figure 18 Diagramme d'équilibre des phases Al-Mg².

2.5.4 Système Aluminium-Cuivre-Silicium

Il existe plusieurs alliages commerciaux comprenant à la fois du cuivre et du silicium. Ces alliages sont fortement dépendant de leur composition chimique en ce qui a trait aux défauts et aux criques que l'on retrouve dans les pièces coulées ou soudées. La présence de ces défauts est maximale lorsque l'on retrouve un minimum de phase eutectique.

Cette famille d'alliages ne forme aucun composé ternaire. Les phases en équilibre avec l'aluminium sont CuAl₂ et Si. L'alliage de composition eutectique contient 26 à 31 % poids Cu et de 5 à 6 % poids Si. La solubilité à l'état solide du silicium dans le composé binaire CuAl₂ ou du cuivre et de l'aluminium dans le silicium est probablement extrêmement faible. Le refroidissement hors-équilibre a

habituellement peu d'effets sur la structure des alliages¹⁷.

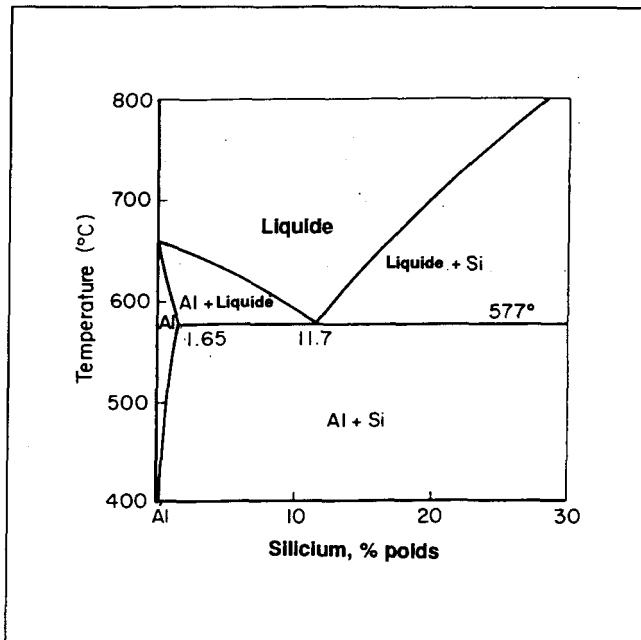


Figure 19 Diagramme de phases Al-Si².

2.5.5 Système Aluminium-Silicium-Magnésium

Le système Al-Si-Mg est à la base de plusieurs alliages sensibles aux traitements thermiques. Le diagramme de phase obtenu à l'équilibre peut pratiquement être considéré comme binaire (Al-Mg₂Si) lorsque le ratio magnésium - silicium approche 1,73 pour 1 (en % poids). La température de cet eutectique pseudo-binaire est de 595 °C. La composition du liquide eutectique est de 8,15 % poids Mg et 4,75 % poids Si en équilibre avec une solution solide d'aluminium contenant 1,13 % poids Mg et 0,67 % poids silicium (\approx 1,85 % poids Mg₂Si). La

division du système selon cette ligne, permet de constater que l'extrémité riche en aluminium du diagramme de phase peut être considérée comme deux systèmes eutectiques tertiaires: Al-Mg₂Al₃-Mg₂Si à une température de 450 °C et Al-Si-Mg₂Si à 555 °C. La solubilité à l'état solide de la phase Mg₂Si dans l'aluminium diminue avec l'excès de silicium et encore plus avec l'excès de magnésium. Les réactions de précipitations que l'on retrouve dans ce système ont lieu comme suit dans des conditions de solidification normales: solution solide sursaturée → batonnets semi-cohérents β'' parallèles à {001}_{Al} → aiguilles semi-cohérentes β' parallèles à {001}_{Al} → plaquettes semi-cohérentes β parallèles à {001}_{Al} → $\beta\text{Mg}_2\text{Si}$ non cohérent¹⁷.

2.5.6 Système Aluminium-Cuivre-Magnésium(-Silicium)

Les alliages commerciaux qui contiennent du cuivre et du magnésium contiennent habituellement assez de silicium pour leur conférer les propriétés des alliages quaternaires. Toutefois, les principales réactions de précipitations qui peuvent être utilisées afin d'obtenir un durcissement structural proviennent du système ternaire Al-Cu-Mg. La proportion appréciable de cuivre que l'on retrouve dans cette famille d'alliages explique le fait que les réactions de phases qui se produisent sont celles entre une solution solide d'aluminium et les phases intermétalliques CuAl₂ et CuMgAl₂. La réaction eutectique ternaire entre le liquide contenant 33,1 % poids Cu et 6,25 % poids Mg, CuAl₂, CuMgAl₂ et une solution solide d'aluminium qui contient 4,28 % poids Cu et 1,35 % poids Mg, se produit à

la température de 510 °C. On peut noter la présence d'une réaction quasi-binaire avec un eutectique à 520 °C où une phase liquide contenant 24,5 % poids Cu et 10,5 % poids Mg réagit pour former la phase solide CuMgAl_2 et une solution solide qui contient 2,9 % poids Cu et 2,9 % poids Mg.

Les réactions de précipitation qui apparaissent avec l'augmentation du silicium, MgSi_2 , ou la phase $\text{Al}_4\text{CuMg}_5\text{Si}_4$, ne contribuent pas de façon majoritaire au durcissement structural. L'addition de fer et de manganèse provoque la formation de phases insolubles contenant du cuivre et du silicium réduisant ainsi la proportion de cuivre et de silicium disponible pour les réactions de phases du système Al-Cu-Mg-Si¹⁷.

2.6 ANALYSE THERMIQUE

Les bases de la technique aujourd'hui appelée analyse thermique sont connue depuis une centaine d'années et les premiers articles concernant l'aluminium datent presque d'un demi-siècle. Ce n'est que depuis l'apparition d'un convertisseur analogue-digital rendant possible l'enregistrement automatique des données de température et de temps que l'analyse thermique s'est taillé une place sur le plancher des fonderies de fer et d'acier et plus récemment dans l'industrie de l'aluminium².

2.6.1 Principe de l'analyse thermique

L'enregistrement, en fonction du temps, de la température d'un échantillon d'aluminium pendant le passage de l'état complètement liquide à l'état complètement solide fournit à l'analyste les informations de base pour effectuer l'analyse thermique. La courbe tracée à partir de ces résultats est appelée courbe de refroidissement.

La courbe de refroidissement peut être idéalisée par cinq exemples standards² (figure 20). La courbe (a) représente le refroidissement d'un corps solide sans solidification qui refroidit par refroissement Newtonnien. La vitesse de refroidissement est gouvernée par la différence de température entre le corps et son environnement. La vitesse de refroidissement est donc rapide au début et décroît graduellement. La courbe (b) illustre la solidification d'un métal pur qui a lieu à une température unique, d'où la présence d'un plateau sur la courbe. Le liquide présent avant le temps (a) et le solide après le temps (b) refroidissent de manière Newtonnienne. Les alliages de solution solide se solidifieront sur une certaine gamme de températures comme sur la courbe (c) tandis que les alliages de type eutectique se solidifieront comme un métal pur (courbe (b) ou (d)). Les alliages hypo ou hypereutectiques présenteront une forme combinant la solidification des alliages de solution solide et celle des alliages eutectiques.

La courbe obtenue en réalité, même si elle se rapproche grandement des courbes idéales, présente quand même quelques différences. La réaction de solidification nécessite l'accumulation d'une certaine énergie pour commencer le refroidissement. Cette accumulation s'identifie sur la courbe par une baisse de la température sous la température d'équilibre de la réaction. Cette baisse de température est appelée surfusion. Dès le début de la solidification la température augmente près de la température d'équilibre de la réaction, phénomène appelé recalescence. La figure 21 illustre les différents paramètres de la courbe de refroidissement. La surfusion et la recalescence correspondante sont associées à la formation d'une phase primaire ou d'une phase eutectique. Ce phénomène est à l'origine des premiers travaux effectués sur l'aluminium avec la technique de l'analyse thermique¹⁹. En effet, l'amplitude de la surfusion étant proportionnelle à la taille des grains, l'analyse thermique à servie initialement à vérifier l'effet de l'addition d'un affineur de grains. Des études récentes ménées par Apelian et al.²⁰ sur les alliages A356 et A319, auxquels on a ajouté différentes quantités d'affineurs de grains (Al-5Ti-1B), confirment la relation directe entre la surfusion et la taille des grains (figure 22).

La seconde différence importante entre les courbes idéales et les courbes obtenues en réalité découle de la complexité des alliages. Chaque élément d'alliage apporte une contribution à la courbe de refroidissement, ce qui complique la tâche de l'analyste.

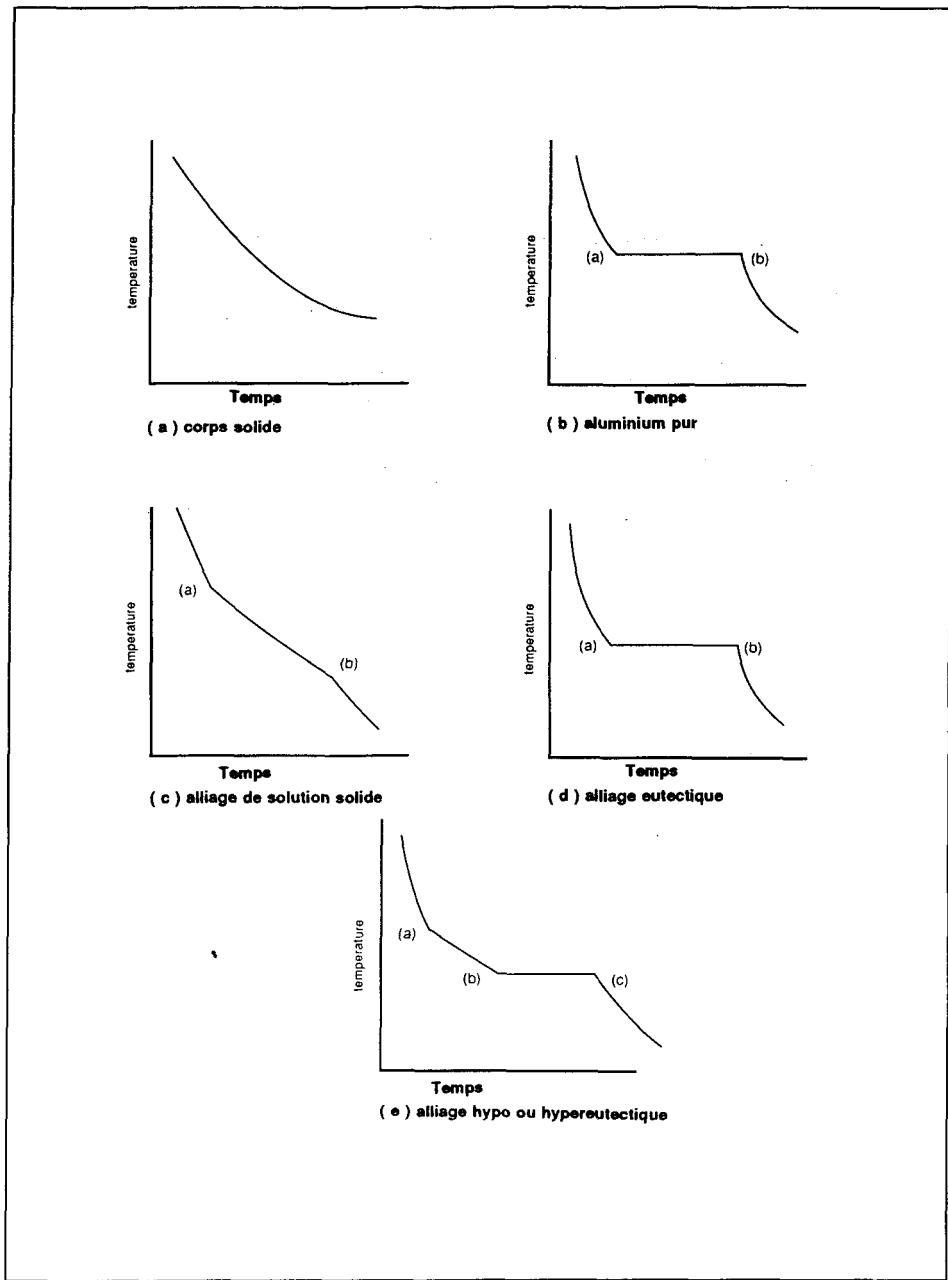


Figure 20 Courbes de refroidissement idéalisées⁵.

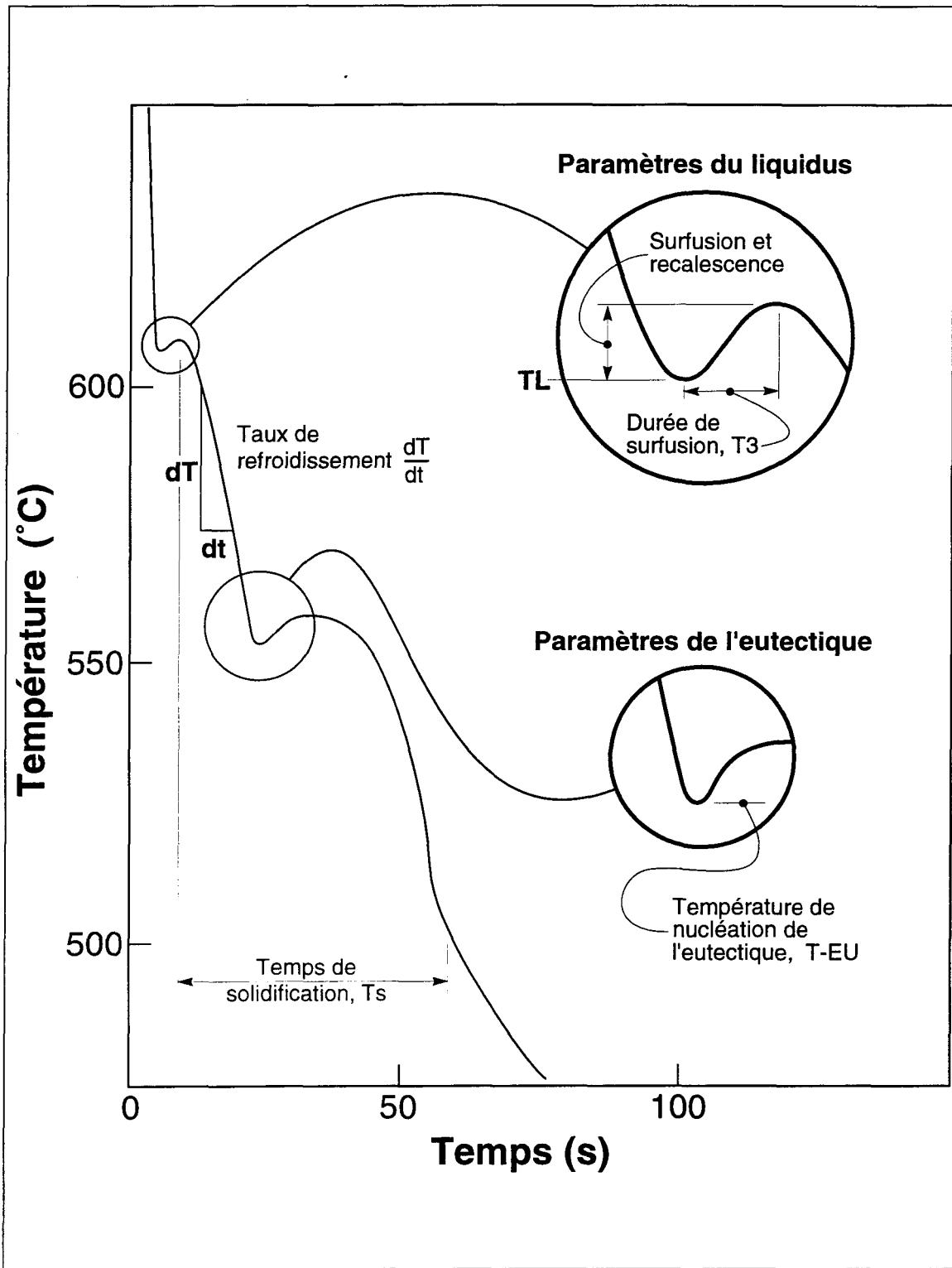


Figure 21 Identification des différents paramètres de la courbe de refroidissement.

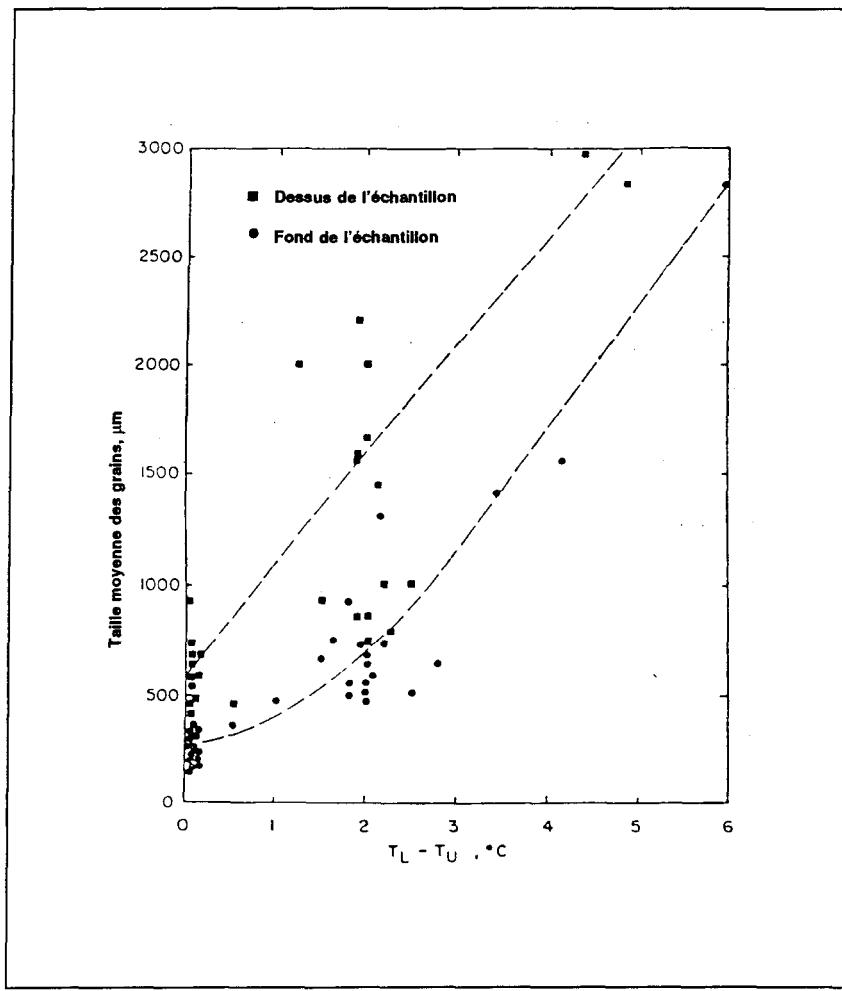


Figure 22 Taille moyenne des grains vs. $T_L - T_u$ d'après la courbe d'analyse thermique de l'alliage A319²⁰.

2.6.2 Courbe de refroidissement dérivée

La courbe obtenue par la dérivée de la courbe de refroidissement en fonction du temps est un outil supplémentaire à la portée de l'analyste. La dérivée étant la pente de la courbe d'analyse thermique, elle permet d'identifier les points d'inflexion

avec un précision accrue.

Backerud et Sigworth²¹ ont démontré l'intérêt de cette technique en présentant d'une part la courbe de solidification d'un alliage de type 356 contenant 6,7 % Si, 0,44 % Fe, 0,30 % Mn, 0,35% Mg et 0,01 % Ti (figure 23) et d'autre part la première dérivée de cette courbe (figure 24). Au point 1 de la figure 24 on remarque une augmentation de la dérivée jusqu'à un maximum de 0,4 °C/s suivie d'une perte de chaleur associée à la nucléation des grains d'aluminium dans le creuset. Par la suite, la vitesse de nucléation diminue pendant la croissance des dendrites en direction du centre du creuset (région 2 de la figure 24). Lorsque les dendrites ont occupé l'ensemble de la pièce et qu'elles ne peuvent plus croître en longueur, elle s'élargissent (région 3 de la figure 24). Au point 4, l'augmentation soudaine de la dérivée trahit l'apparition des premiers cristaux de silicium. L'évolution de ces cristaux a lieu dans la partie 5 de la figure 24, ce processus est similaire à l'évolution des grains d'aluminium. Au point 6, on peut remarquer la formation de la phase Mg_2Si qui est très difficile à identifier sur la courbe de refroidissement à la figure 23.

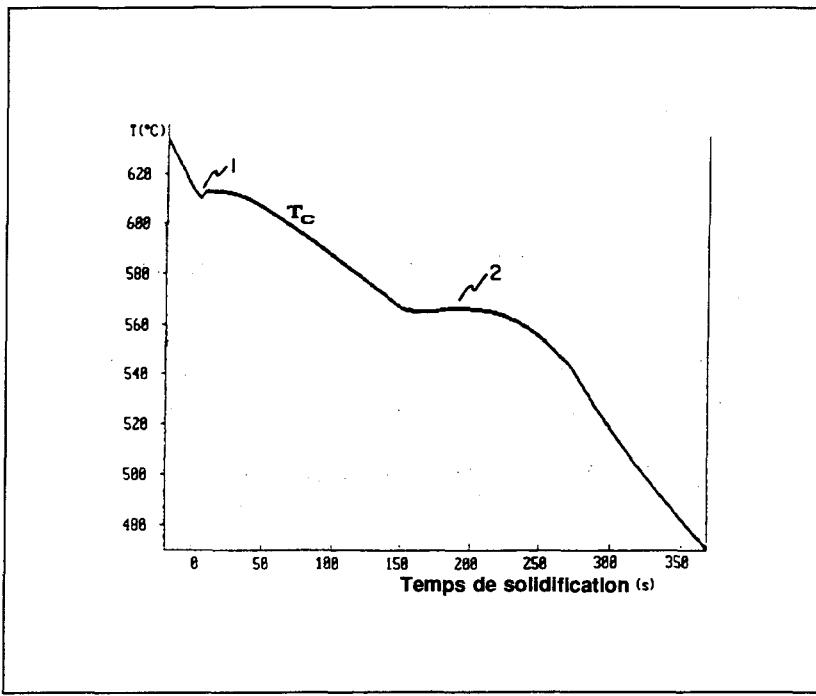


Figure 23 Courbe de solidification d'un alliage 356.
(Thermocouple placé au centre)²¹.

2.6.3 Utilisation de deux thermocouples

Bäckerud et al.²¹ ont également introduit l'utilisation de deux thermocouples, un premier, à la paroi du creuset et un deuxième au centre du creuset. Cette technique permet, dans un alliage complexe, d'identifier certaines phases par le biais des flux de chaleurs dégagés par la formation de ces mêmes phases. Le creuset est préchauffé de manière à ce qu'il n'y ait pas de refroidissement à la surface. Il est donc possible, en calculant la différence de température entre les deux thermocouples, de voir le flux de chaleur au fur et à mesure que la cristallisation se déplace de la paroi du creuset vers le centre de celui-ci. Les auteurs ont prouvé l'utilité des deux thermocouple pour l'alliage 356 dont la composition chimique a été

donnée précédemment. En effet, à partir des deux courbes de solidification, ils ont tracé la courbe illustrant la différence de température entre la paroi du creuset et son centre (figure 25). Le tracé pointillé partant de la zone 3 jusqu'à la zone 4 de la courbe représente le parcours prévisible du flux de chaleur après la formation

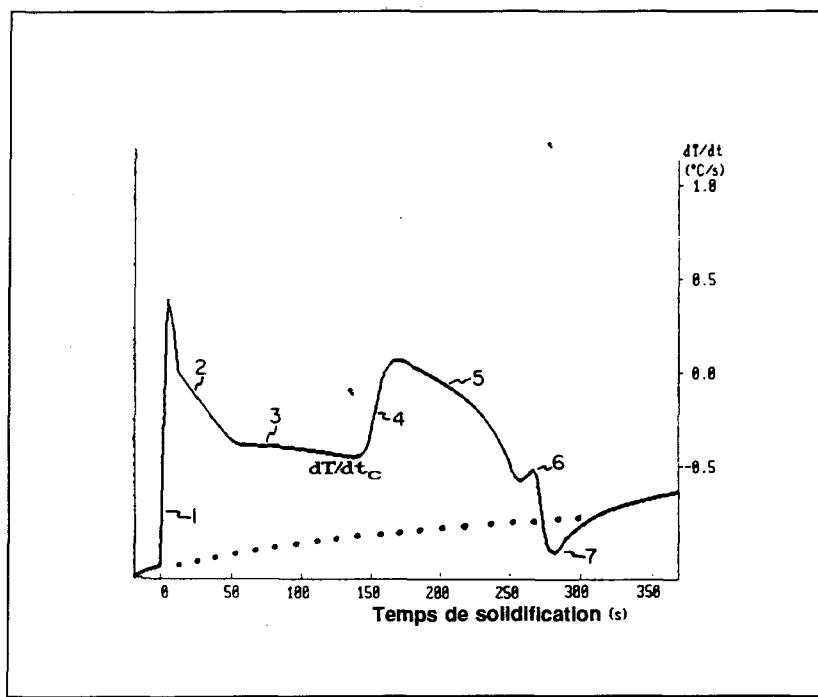


Figure 24 Première dérivée de la courbe de solidification présentée à la figure 23²¹.

des dendrites d'aluminium. Le parcours réel (3a), identifie clairement la formation d'une autre phase (précipitation des phases contenant du fer) dans la zone interdendritique. Les auteurs concluent qu'il faut s'assurer que la différence de température soit assez petite pour empêcher la formation de plusieurs phases simultanément, ce qui rendrait la tâche de l'analyste irréalisable.

2.6.4 Analyse thermique des alliages de type 319

Bäckerud et al.²² ont rédigé un ouvrage en deux volumes portant sur les caractéristiques de solidifications des alliages d'aluminium. On y retrouve, entre autre l'analyse thermique des alliages 319.1 et B319.1, les différentes phases présentes dans chacun des alliages et la température de formation associée à chacune d'elles.

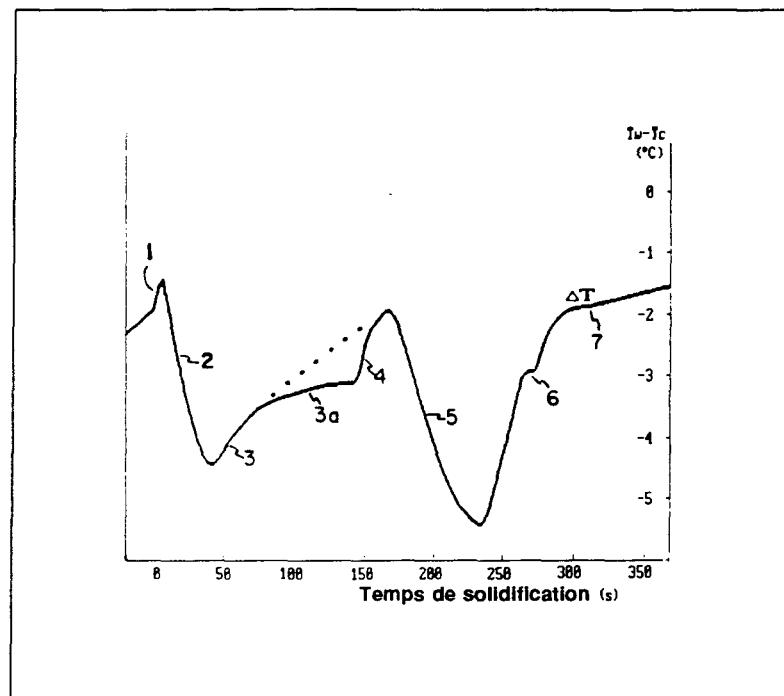


Figure 25 Différence de température entre la paroi et le centre du creuset²¹.

Les alliages 319.1 et B319.1 (tableau 4) n'étant différents que par le titre en magnésium, on y retrouve les mêmes réactions chimiques (tableau 5). En fait, cette différence selon Bäkerud et al.²² se reflète au niveau de la température de formation du réseau dendritique qui serait plus basse de 7°C dans le cas de l'alliage B319.1. La courbe de refroidissement de l'alliage 319.1 est présentée à la figure 26 et celle de l'alliage B319.1 à la figure 27.

Tableau 4 Composition chimique des alliages 319.1 et B319.1.

Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti
319.1	5,5 - 6,5	0,8	3,0 - 4,0	0,5	0,10	1,0	0,25
B319.1	5,5 - 6,5	0,8	3,0 - 4,0	0,5	0,15 - 0,50	1,0	0,25

Tableau 5 Réactions durant la solidification des alliages 319.1 et B319.1²²

No. de la Réaction	Réaction	Température suggérée (°C) 319.1	Température suggérée (°C) B319.1
1	Développement du réseau dendritique	609	602
2a	Liq. \rightarrow Al + Al ₁₅ Mn ₃ Si	590	590
2b	Liq. \rightarrow Al + Al ₅ FeSi + Al ₁₅ Mn ₃ Si ₂	590	590
3	Liq. \rightarrow Al + Si + Al ₅ FeSi	575	575
4	Liq. \rightarrow Al + Al ₂ Cu + Si + Al ₅ FeSi	525	525
5	Liq. \rightarrow Al + Al ₂ Cu + Si + Al ₅ Mg ₈ Cu ₂ Si ₆	507	507

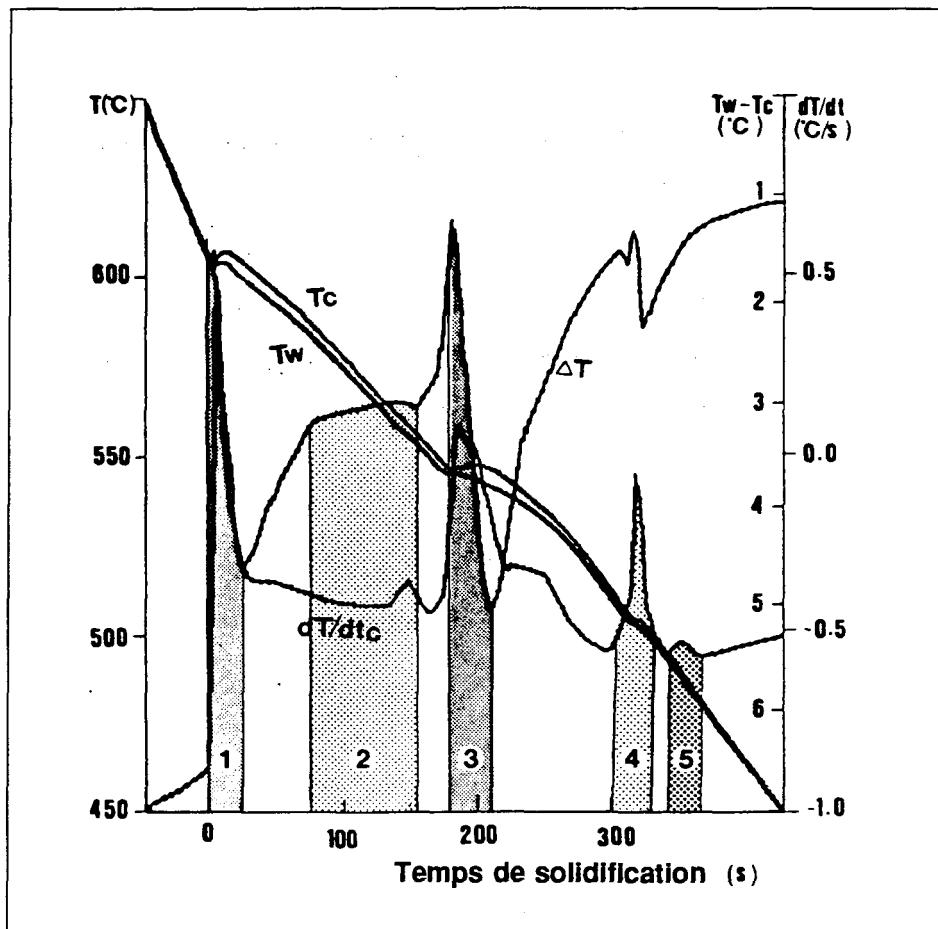


Figure 26 Courbes de solidification de l'alliage 319.1 au centre et à la paroi du creuset (taux de refroidissement de $0,6 \text{ } ^\circ\text{C/s}$)²².

2.7 TRAITEMENTS THERMIQUES

Les traitements thermiques visent la modification de certaines propriétés extrinsèques des matériaux par le biais du durcissement structural. Ces propriétés sont dites extrinsèques puisqu'elles peuvent être modifiées par des actions extérieures au matériau lui-même. Les propriétés qui sont généralement modifiées

par les traitements thermiques sont les suivantes: la limite élastique, la limite ultime, l'allongement à la rupture et la dureté.

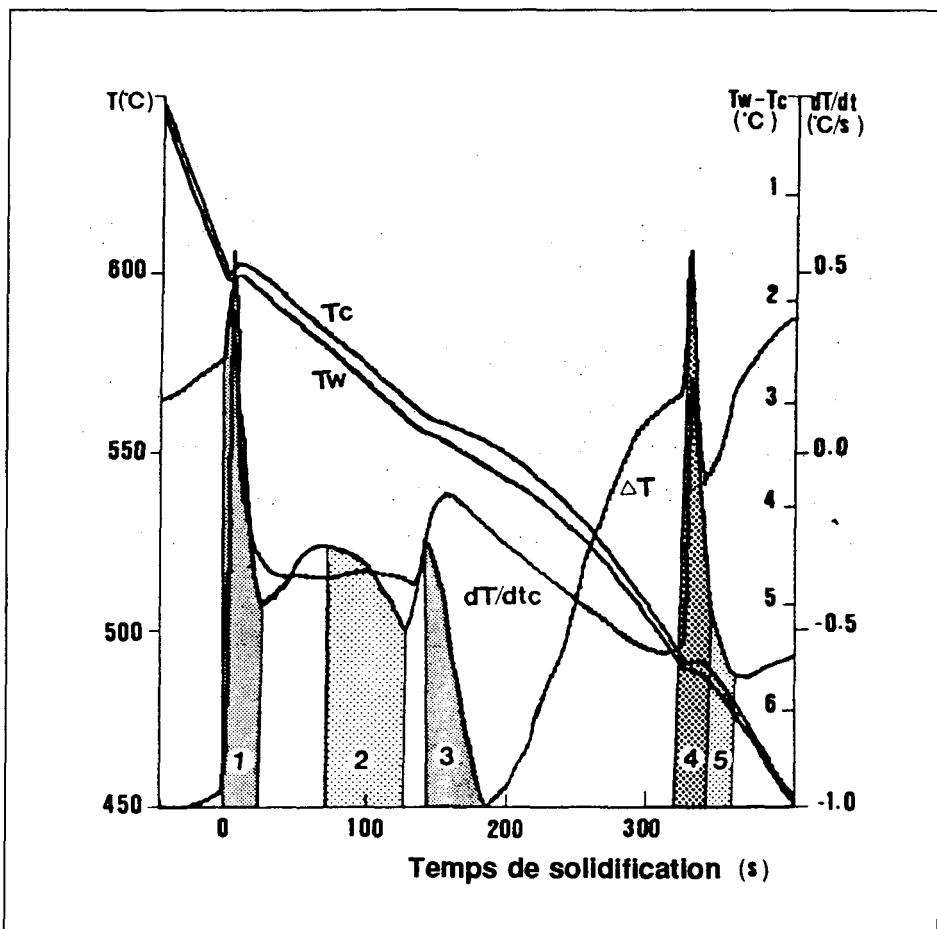


Figure 27 Courbes de solidification de l'alliage B319.1 au centre et à la paroi du creuset (taux de refroidissement de 0,6 °C/s)²².

2.7.1 Durcissement structural

Le principe du durcissement structural est bien cerné par Dorlot et al.²³. Les alliages qui sont traitables thermiquement doivent contenir au moins un élément d'alliage dont la solubilité à l'état solide augmente avec la température. De plus, leur composition chimique doit être telle qu'une certaine quantité de cet élément d'alliage soit en excès de sa limite de solubilité à l'équilibre à basse température. Ces caractéristiques seront mises à profit pour altérer les précipités qui sont déjà en présence dans le métal. Ces précipités, par leur forme, leur répartition et leur dimension, entraveront le déplacement des dislocations dans le réseau cristallin. Ce phénomène appelé durcissement structural est à la base du traitement thermique. Le durcissement structural comporte divers étapes qui seront résumées dans les paragraphes suivants.

La première étape est la mise en solution qui consiste à chauffer l'alliage à une température au dessus de la température de formation de la seconde phase et en deçà de la température de fusion pour ne pas «brûler» l'alliage. La température doit être maintenue assez longtemps pour que la dissolution de la seconde phase soit complétée.

La seconde étape, le refroidissement rapide de l'alliage (trempe) jusqu'à la température ambiante, permet l'obtention d'une solution solide sursaturée. La solution solide n'étant pas à l'équilibre, elle a tendance à retourner à l'équilibre par précipitation de l'élément d'alliage sous la forme de la seconde phase.

La troisième étape, le retour à l'équilibre par la précipitation de la seconde phase, est appelée maturation naturelle si elle se produit à la température ambiante. Lorsqu'on accélère ce processus par le chauffage de l'alliage à une température plus élevée pendant un certain temps, on applique ce qu'on appelle, un traitement de vieillissement. Ce traitement permet de contrôler les caractéristiques de la précipitation permettant l'optimisation des propriétés mécaniques visées. La figure 28 montre les intervalles de température utilisés pour les traitements thermique des alliages de la famille Al-Cu.

2.7.2 Nomenclature des types de traitements thermiques

Voici la nomenclature, selon Aluminum Association¹⁷, des différents types de traitements thermiques pertinents à cette recherche.

- F Non-traité:** S'applique aux produits mis en forme sous des conditions thermiques non contrôlées.
- W Mise en solution:** Une trempe instable appliquée seulement aux alliages qui vieillissent spontanément à la température de la pièce après un traitement de mise en solution.

T Traité thermiquement pour produire une trempe stable autre que F, O ou

W: S'applique aux produits traités thermiquement avec ou sans durcissement structural, pour produire une trempe stable.

Le T est toujours suivi de un ou deux chiffres. Les chiffres de 1 à 10 spécifient la séquence de traitements à laquelle le métal a été soumis.

T4 Traitement de mise en solution et maturation naturelle jusqu'à une condition substanciallement stable: S'applique aux produits qui n'ont pas été soumis à un travail à froid après le traitement de mise en solution.

T5 Refroidi à partir d'un procédé de mise en forme à haute température puis vieilli artificiellement: S'applique aux produits non travaillés à froid.

T6 Traitement de mise en solution puis vieillissement artificiel: S'applique aux produits non travaillés à froid après le traitement de mise en solution.

T7 Traitement de mise en solution et stabilisation: S'applique aux produits qui sont stabilisés après le traitement de mise en solution afin de dépasser l'optimum de résistance pour contrôler une caractéristique particulière.

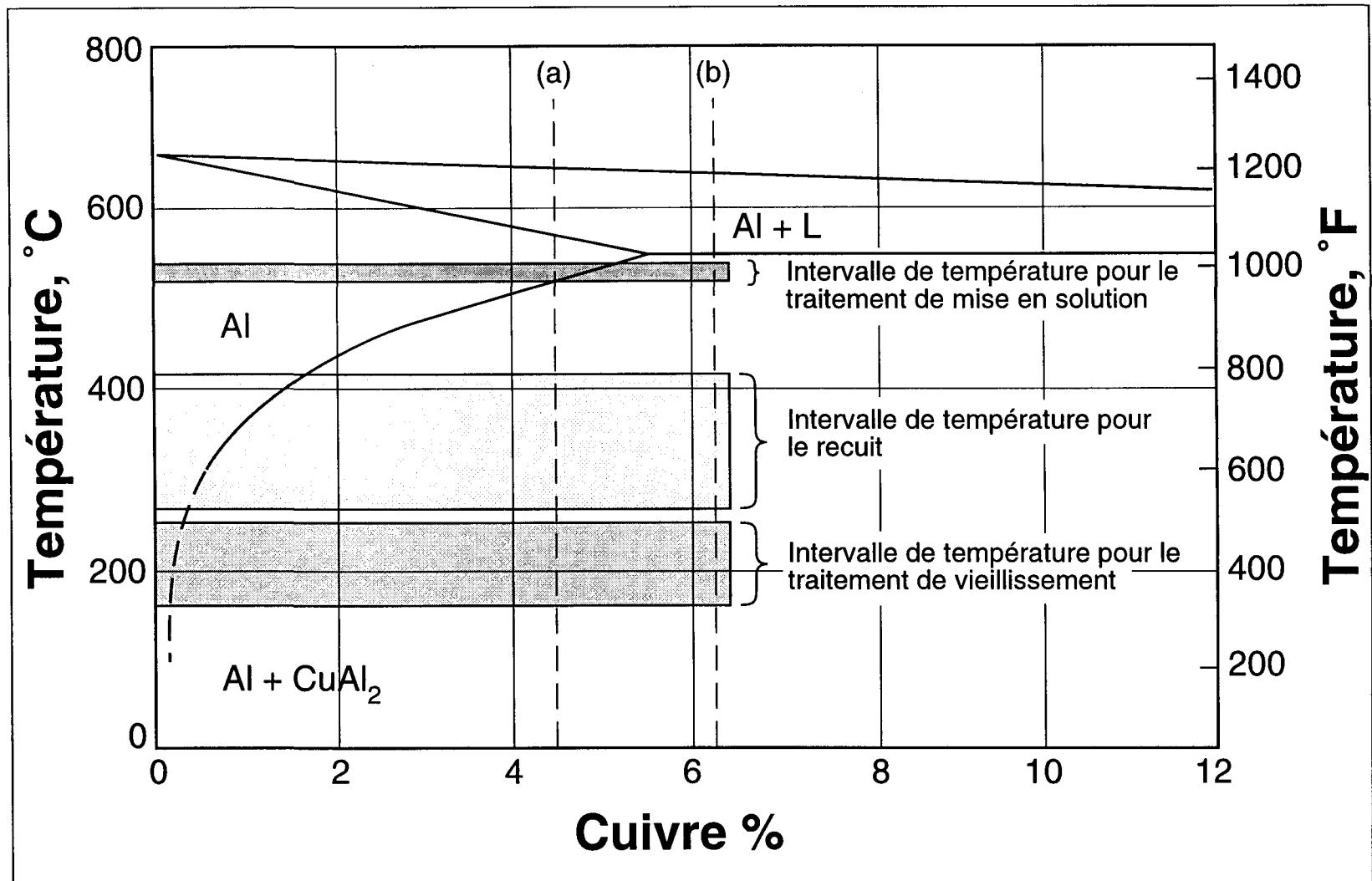


Figure 28 Illustration des intervalles de température utilisés pour le traitement thermique des alliages de la famille Al-Cu.

2.7.3 Traitement thermiques des alliages Al-Si-Mg

Apelian et al.²⁴ ont réalisé une revue de la littérature portant sur les aspects fondamentaux du traitement thermique de l'alliage A356 qui fait partie du système d'alliages Al-Si-Mg. Voici un résumé des principales conclusions que l'on retrouve dans cet ouvrage.

Le traitement de mise en solution de l'alliage 356 a trois effets principaux. Premièrement, il permet la dissolution dans la matrice des précipités du composé Mg₂Si, deuxièmement, il diminue la ségrégation des éléments d'alliages à travers la pièce (homogénéisation), et finalement, il modifie la morphologie de la phase de silicium.

Pour atteindre la concentration maximale de magnésium et de silicium en solution solide, la température de mise en solution doit être le plus près possible de la température de l'eutectique, puisque la solubilité maximale à l'état solide est croissante avec la température. La température de traitement doit être contrôlée avec soin. Il est primordial de ne pas dépasser la température de fusion de l'eutectique pour éviter la fusion locale aux joints de grains. Ce type de dommage est irréversible et ne peut être détecté qu'avec un examen métallographique. De plus, certains constituants peuvent former des phases eutectiques complexes qui fondent à une température inférieure à celle de l'eutectique Al-Si. Généralement la température de mise en solution pour les alliages 356 et 357 est de 540 ± 5 °C.

Le traitement de mise en solution permet l'homogénéisation de la pièce et diminue la ségrégation des constituants de l'alliage au travers de la matrice. La ségrégation des éléments de soluté qui résulte de la solidification des dendrites peut avoir un effet négatif sur les propriétés mécaniques d'une pièce. Closset et al.²⁵, ont étudié à l'aide d'une microsonde la distribution du magnésium et du silicium dans l'alliage 356 en faisant varier le temps de mise en solution. Leurs résultats montrent que la ségrégation du magnésium est faible dans les alliages de la famille Al-Si-Mg et que l'homogénéisation de l'alliage est complétée après 30 minutes de traitement à 550 °C.

La forme de la phase eutectique joue un rôle capital en ce qui concerne les propriétés mécaniques d'une pièce. Dans des conditions de refroidissement normales, les particules de silicium sont présentes sous la forme d'aiguilles grossières. Ces aiguilles favorisent l'amorce de la rupture et diminuent les propriétés mécaniques de la pièce. La morphologie de la phase de silicium peut être altérée à l'aide d'un traitement prolongé à haute température ou par l'addition de petites quantités de strontium ou de sodium. Le traitement de mise en solution provoque ce changement de forme de la phase de silicium. Au début du processus, il y a fragmentation des aiguilles de silicium, puis, les particules adoptent graduellement une forme plus ou moins sphérique (sphéroïdisation). Un traitement prolongé mène éventuellement à l'agglomération et à la croissance des particules qui forment alors des amas plus grossiers. Rhines et Aballe²⁶ ont étudié la croissance des particules de silicium dans des alliages Al-Si modifiés et non-modifiés contenant 4, 7 et 12 %

Si. La figure 29 montre la relation linéaire existant entre le volume moyen des particules de silicium et le temps de mise en solution à 540 °C.

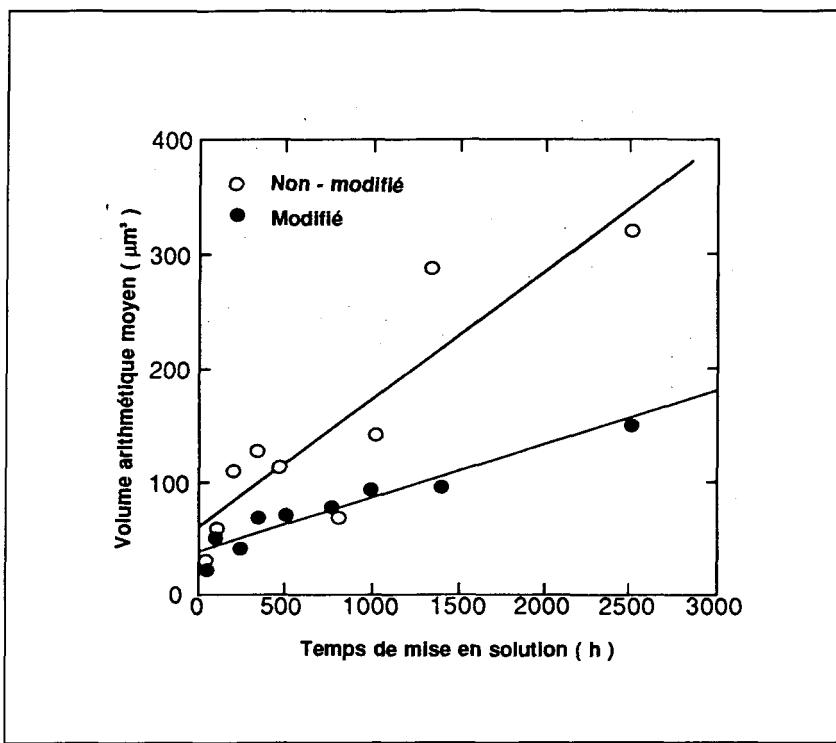


Figure 29 Volume arithmétique moyen (de trois composition) des particules en fonction du temps de mise en solution à 540 °C²⁶.

Après le traitement de mise en solution, la pièce doit être trempée pour empêcher la formation du précipité Mg₂Si à l'équilibre et pour retenir le maximum de soluté en solution solide à la température ambiante. Le milieu utilisé pour la trempe et le délai entre la sortie du four et le début de la trempe, sont des facteurs importants qui influencent l'efficacité de la trempe. Une trempe rapide permet de

retenir un maximum d'éléments d'addition en solution solide. La figure 30 montre les courbes de refroidissement obtenues avec différents médias. Parmi les médias présentés sur cette figure, la trempe effectuée dans l'eau à la température de 100 °C donne les meilleurs résultats.

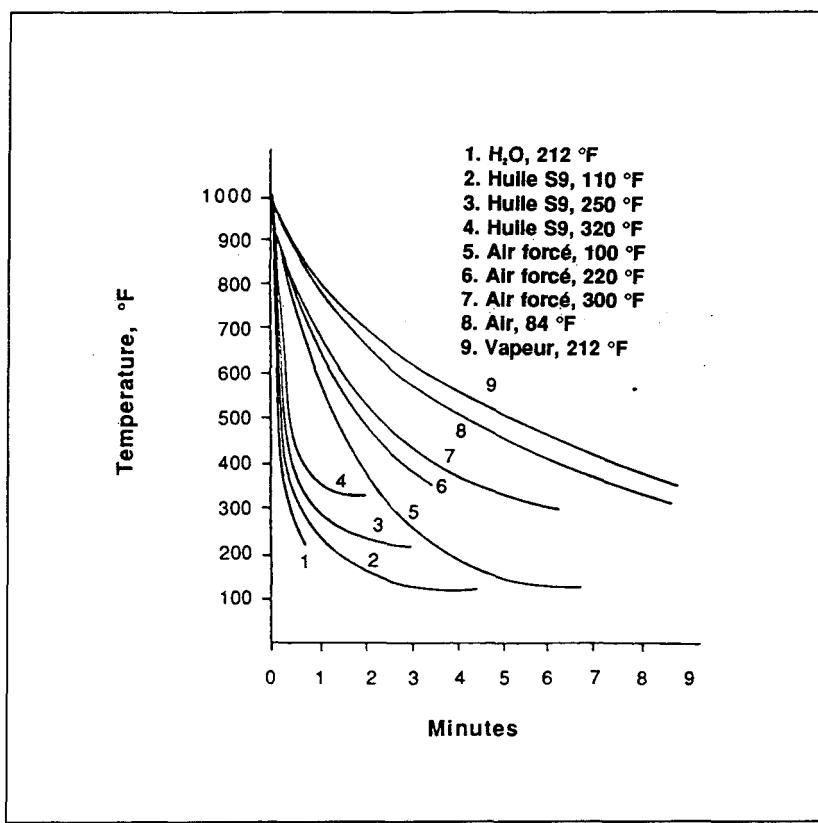


Figure 30 Courbes de refroidissement obtenues à l'aide de différents médias²⁷.

L'effet de la température de l'eau de trempe sur les propriétés mécaniques de l'alliage 356 est présenté à la figure 31. On peut voir que les propriétés mécaniques décroissent avec une augmentation de la température. Toutefois la vitesse de trempe ne peut pas être augmentée indéfiniment puisqu'une vitesse de

solidification trop grande risque de produire des distorsions et des contraintes résiduelles dans la pièce. Le délai entre la sortie du four et la trempe doit être le plus court possible comme le montre la figure 32 où les meilleurs résultats ont été obtenus avec un délai d'approximativement dix secondes.

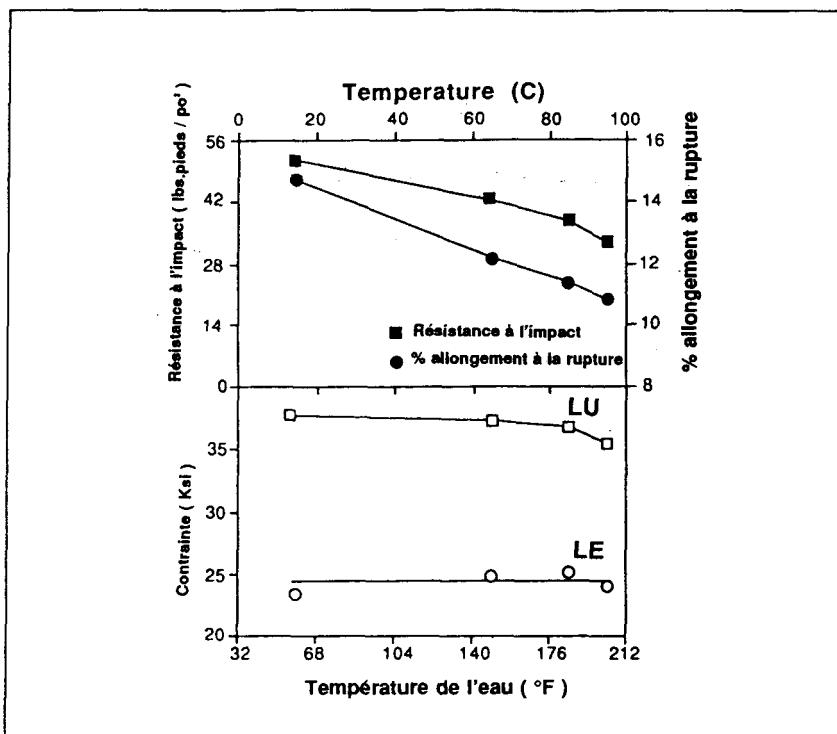


Figure 31 Effet de la température de trempe sur les propriétés mécaniques de l'alliage A356²⁸.

La courbe de vieillissement de l'alliage A356 illustrée à la figure 33 montre l'effet du survieillissement. On peut constater qu'il existe une température idéale en ce qui concerne la limite élastique et la limite ultime. Un traitement de vieillissement

artificial à une température plus élevée fait augmenter l'allongement à la rupture au détriment des deux autres propriétés. Un temps de traitement qui dépasse l'optimum diminue de façon considérable l'allongement à la rupture et dans une moindre mesure la limite élastique et la limite ultime.

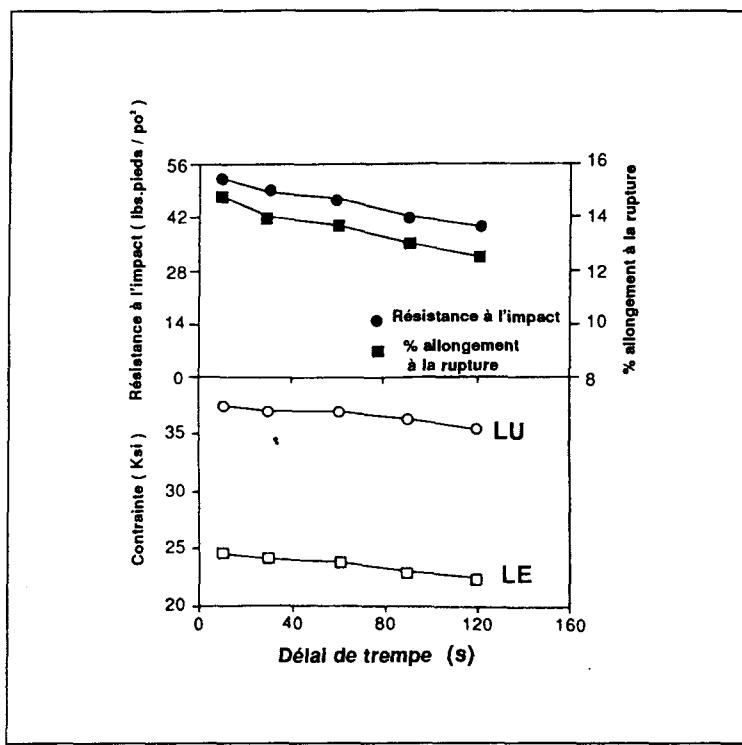


Figure 32 Effet du délai de trempe sur l'alliage A356 mis en solution à 520 °C / 5 hrs et vieilli à 155 °C/4,5 hrs²⁸.

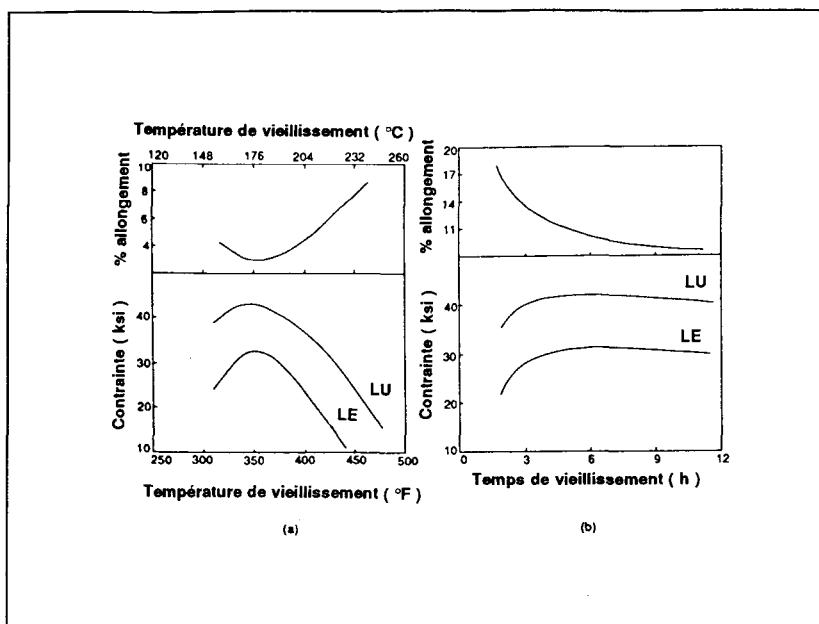


Figure 33 Propriétés mécaniques de l'alliage 356 vs. la température et le temps de vieillissement à 154 °C²⁷.

2.7.4 Traitement thermique des alliages Al-Si-Cu-Mg

2.7.4.1 Traitement de mise en solution à palier unique

Gauthier et al.²⁹ ont étudié le traitement thermique de l'alliage 319.2 coulé sous forme d'éprouvettes de tractions dans un moule permanent chauffé à 400 °C. La figure 34 montre les propriétés mécaniques obtenues en fonction de la durée du traitement de mise en solution à quatre températures différentes dans un four à air forcé.

Les auteurs de cette étude affirment qu'il est essentiel de porter une attention particulière à la température de mise en solution pour éviter la fusion de la phase Al_2Cu qui provoque un phénomène de retrait local et entraîne la formation de porosités. Ceci explique les faibles valeurs de limite ultime et d'allongement à la rupture obtenues à la température de 540 °C. Le traitement de mise en solution de 8 hrs à 515 °C donne les meilleurs résultats et ils proposent un traitement de mise en solution alternatif en deux paliers. Le premier palier, le chauffage de l'alliage à 540 °C pendant une courte période permet la sphéroïdisation des particules de silicium. Un refroidissement lent jusqu'à la température de 515 °C permet la solidification de la phase Al_2Cu qui a fondu à 540 °C. Le deuxième palier (mise en solution à 515 °C) permet de compléter la mise en solution solide des divers éléments d'alliage.

Concernant le vieillissement artificiel de l'alliage 319.2, Gauthier et al.³⁰ arrivent à la conclusion que le vieillissement optimal s'obtient après 24 hrs à 155 °C ou après 5 hrs à 180 °C. La limite élastique obtenue est de 253 MPa, la limite ultime est de 403 MPa et l'allongement à la rupture est 1,2 %. Pour un vieillissement plus long (24 hrs à 220 °C) on obtient une limite élastique de 211 MPa, une limite ultime de 295 MPa et l'allongement à la rupture est de 2.0 %.

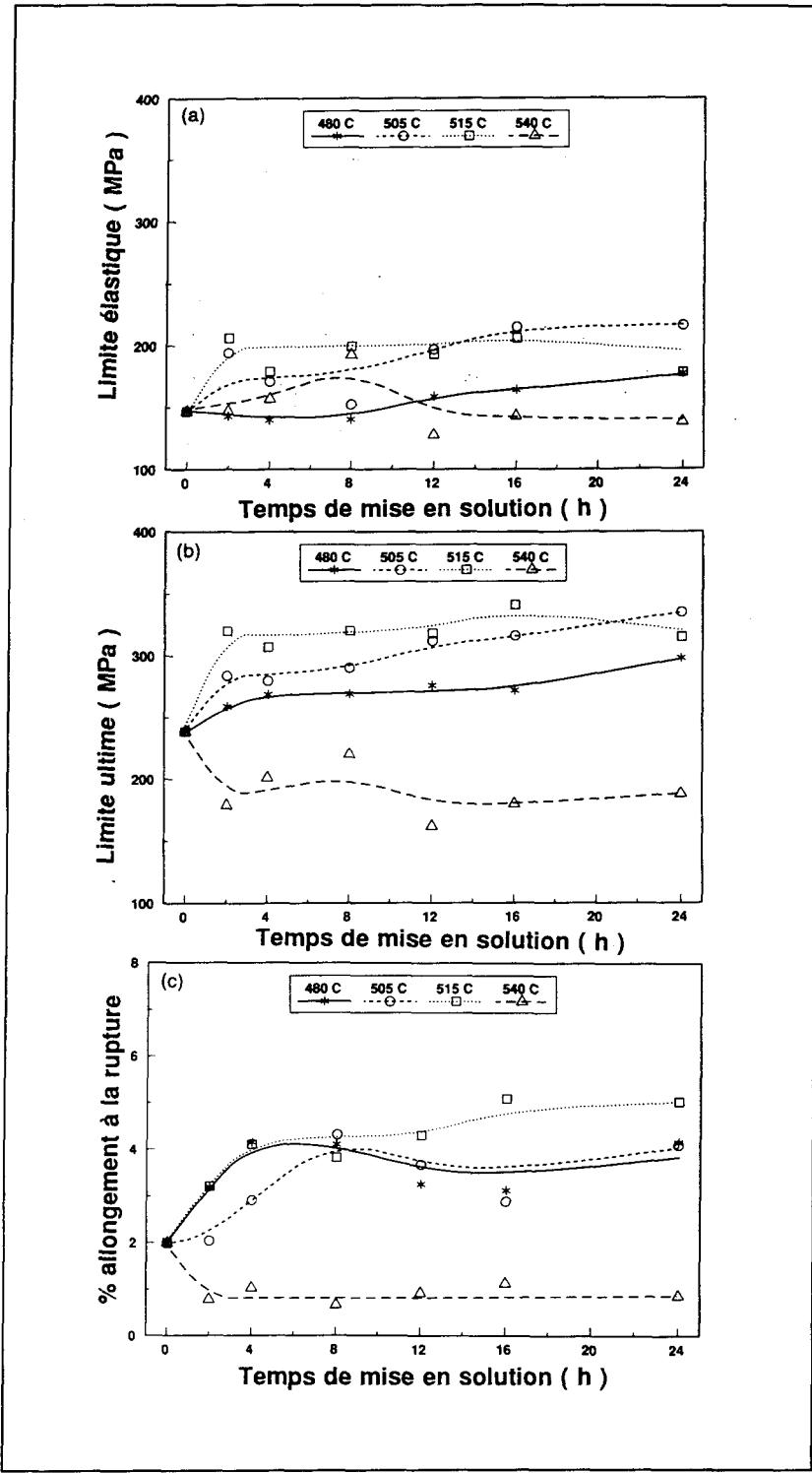


Figure 34 Propriétés mécaniques de l'alliage 319.2 vs. temps de mise en solution. (métal filtré)²⁹.

2.7.4.2 Traitement de mise en solution en deux paliers

Sokolowski et al.³¹ ont publié une étude portant sur l'élimination de la ségrégation de la phase de cuivre et l'amélioration subséquente des propriétés mécaniques de l'alliage 319 par un traitement de mise en solution en deux paliers. Les essais mécaniques ont été effectués sur des pièces de moteurs coulées dans un moule en sable et traitées thermiquement. La figure 35 présente les résultats des essais de traction pour les différents traitements thermiques effectués dans le cadre de cette étude. Les auteurs concluent que l'application d'un traitement de mise en solution en deux étapes (495°C / 8 hrs et 520°C / 2 hrs) mène à une réduction et au raffinement de la phase riche en cuivre ainsi qu'à une meilleure homogénéisation de la matrice d'aluminium avant le vieillissement. Cette homogénéité améliorée expliquerait l'augmentation de la limite ultime (de 200 à 240 MPa) et de l'allongement à la rupture (de 0,6 à 1,6 %).

2.7.5 Effet de l'addition du magnésium

DasGupta et al.³² ont étudié les effets de l'addition de magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage 319 coulé dans un moule en sable et soumis à un traitement thermique T5. Les essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes dont le titre en magnésium variait de 0,07 à 0,59 % poids Mg. La figure 36 présente les résultats obtenus dans cette étude. Les auteurs concluent que dans

ces conditions, l'addition de magnésium a un effet négligeable sur les propriétés mécaniques de l'alliage 319. De plus, l'addition du magnésium ne mènerait à aucun changements significatifs de la microstructure, que ce soit avant où après le traitement thermique T5. La figure 35 présente les valeurs de limite ultime obtenues lors de cette étude.

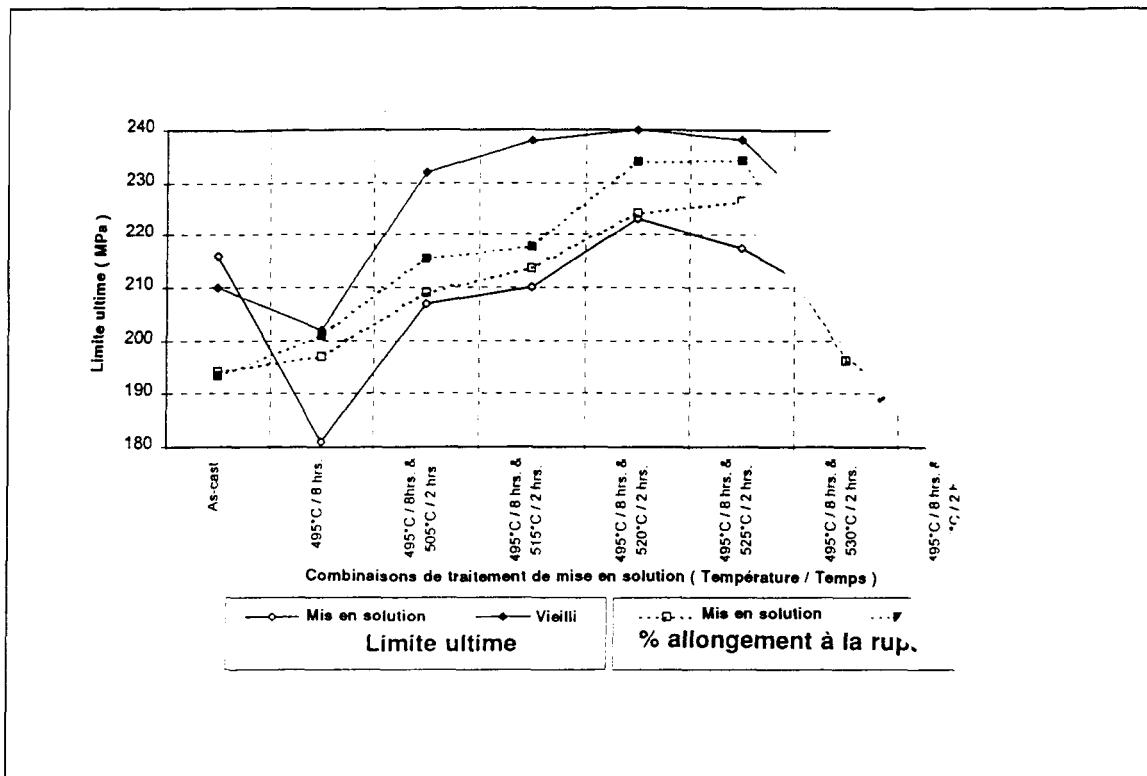


Figure 35 Effets du traitement de mise en solution et du vieillissement sur la limite ultime et l'allongement à la rupture de l'alliage 319³¹.

Dans un deuxième temps, ces mêmes auteurs^{33,34} ont étudié l'effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage 319 modifié au strontium et coulé dans un moule permanent en ajoutant cette fois le traitement thermique T6 au traitement T5. Les conclusions de cette dernière étude sont les mêmes que précédemment soit que l'addition de magnésium a un effet négligeable sur les propriétés mécanique de l'alliage 319.

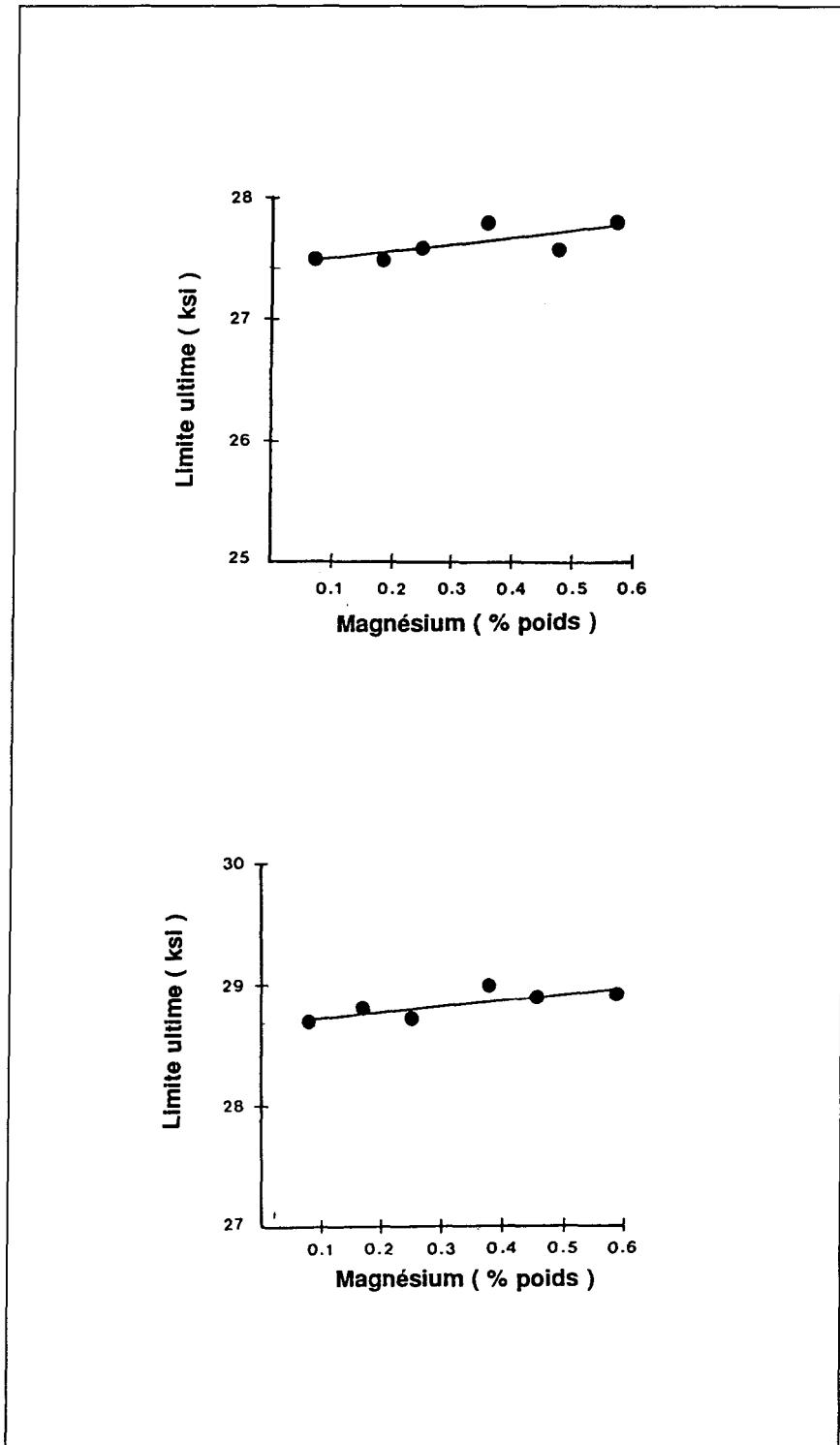


Figure 36 Variation de la limite ultime en fonction du contenu en magnésium, après coulée (haut), T5 (bas)³².

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

3.1 MATÉRIAUX ET PRÉPARATION DE LA CHARGE DE MÉTAL

La composition chimique des deux alliages utilisés dans le cadre de ce travail est présentée au tableau 6. Le métal est sous forme de lingots de 12,5 Kg que l'on peut couper au besoin en fonction du type d'expérience à effectuer. Les pièces coupées ont été nettoyées avec de l'éther puis asséchées dans un four électrique avant d'être transferées dans le creuset pour la fonte du métal. La capacité du creuset utilisé dépendait du type d'expérience c'est-à-dire que pour la coulée destinée à la confection des éprouvettes, une capacité de 30 kg s'avérait nécessaire alors que pour la majorité des autres expériences une capacité de 7 kg était amplement suffisante.

3.2 ESSAIS PoDFA (Chapitre 4)

Les essais PoDFA (figure 5) ont été effectués en suivant les directives établies par Alcan International Limitée, Centre R & D, Jonquière, Québec, Canada.

Les échantillons contenant le concentré d'inclusions furent prélevés à la surface du filtre pour être ensuite remis à la Société d'électrolyse et de chimie Alcan Itée pour la préparation, le polissage et l'inspection. La courbe de fréquence cumulative de la dimension des pores du filtre utilisé par PoDFA est présentée à la figure 37.

Tableau 5 Composition chimique des deux alliages utilisés dans le cadre de cette étude.

Alliage	Élément (% poids)										
	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Cr	Ti	Sr	Zn	Ni	
A	5,85	3,2	0,09	0,80	0,34	0,08	0,14	-	0,45	0,18	
B	6,23	3,8	0,06	0,46	0,14	0,001	0,14	-	0,45	0,08	

3.3 FLUIDITÉ (Chapitre 4)

La fluidité du métal liquide, en fonction de la température ou du temps de sémination, fut mesurée à l'aide de l'appareil Ragone Fluidity Tester 4210. Le métal est amené (avec une succion de 200 mm Hg) dans un tube de verre vertical de 7 mm de diamètre ayant été préchauffé afin d'éliminer l'humidité. L'extrémité du tube fut plongé à 2,5 cm de profondeur sous la surface du métal pour éviter

l'introduction de films d'oxydes pouvant obstruer partiellement l'orifice du tube. Lorsque les essais devaient être fait pendant le refroidissement du métal, l'utilisation d'un agitateur de graphite assurait l'uniformité du métal liquide et empêchait la sédimentation. La tige de métal solidifié dans le tube de verre fut mesurée puis coupée pour valider l'essai (une tige creuse est rejetée). Dans chaque cas, trois mesures furent effectuées pour chaque condition d'expérimentation.

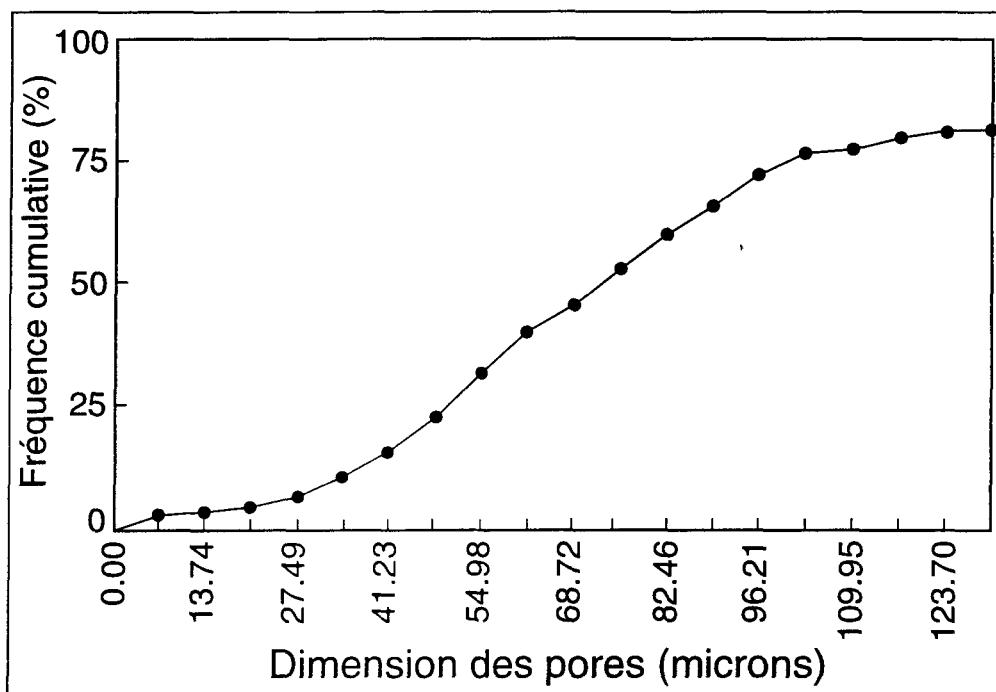


Figure 37 Courbe de fréquence cumulative de la dimension des pores.

3.4 ANALYSE THERMIQUE (Chapitre 5)

L'alliage A fut coulé dans un moule en graphite préchauffé à 400 °C et dans un moule métallique refroidi à l'eau afin d'obtenir des conditions de solidification variées. Les données relatives à l'analyse thermique ont été mesurées grâce à des thermocouples de type K de 0.3 mm de diamètre protégés par une gaine d'alumine de 5 cm de longueur. Les thermocouples furent fixés aux endroits présentés à la figure 38. Pendant le refroidissement, les données ont été enregistrées par un ordinateur par le biais d'un système d'acquisition de données à haute-vitesse (Labtech Notebook) à raison de cinq mesures par seconde.

3.5 CALORIMÉTRIE À BALAYAGE DIFFÉRENTIEL (Chapitre 5)

Les mesures de calorimétrie à balayage différentiel ont été effectuées au Centre de Recherche et de Développement d'Alcan situé à Kingston en Ontario sur des échantillons de 21 mg de poudre obtenue à partir du métal provenant de l'analyse thermique. La poudre fut chauffée jusqu'à 680 °C à raison de 10 °C/min puis refroidie jusqu'à la température ambiante à la même vitesse. Les cycles de refroidissement et de chauffage se font sous une atmosphère dynamique composé d'argon.

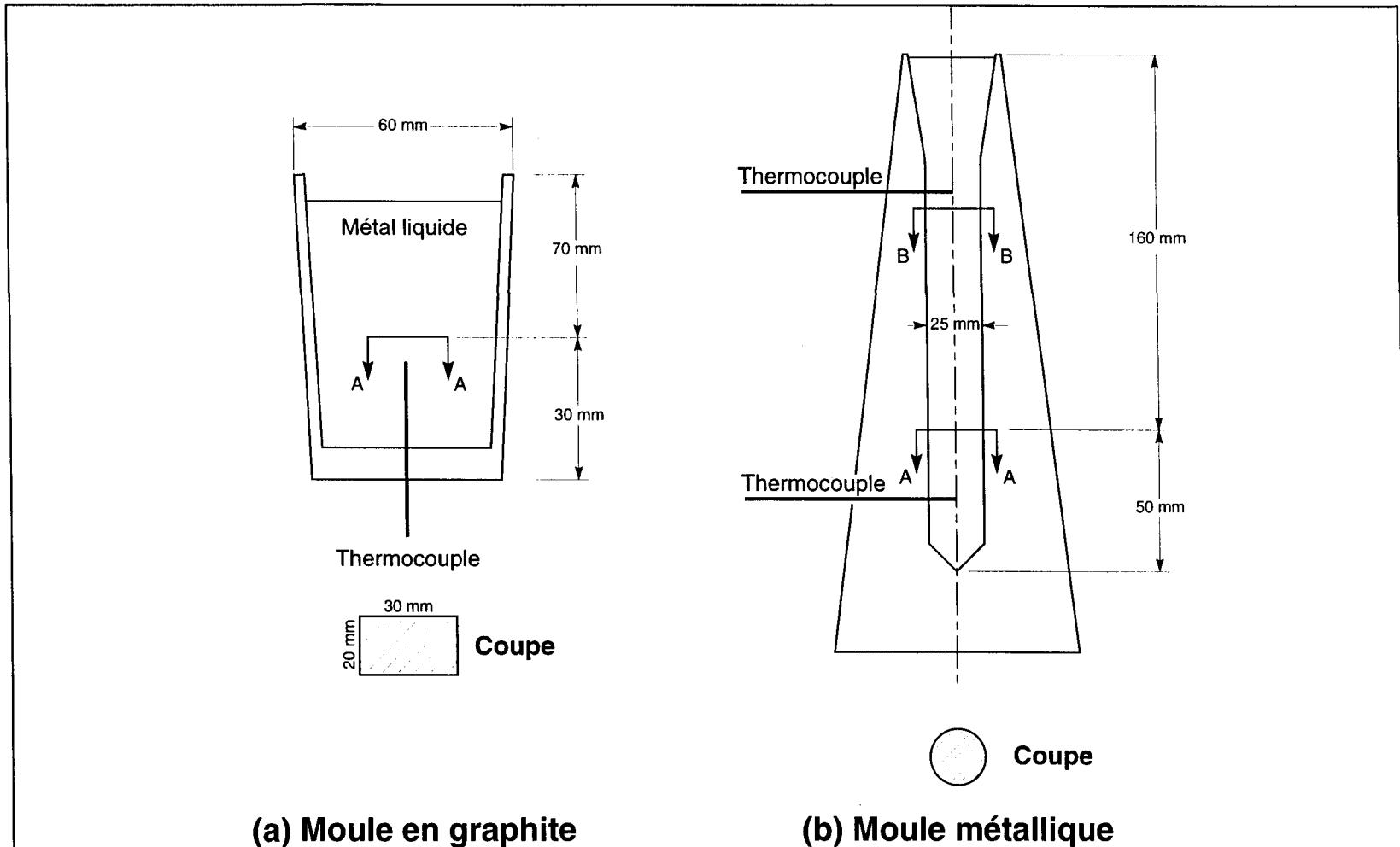


Figure 38 Schémas des deux types de moules utilisés pour l'analyse thermique. (a) Moule en graphite
(b) moule métallique.

3.6 PRÉPARATION DES ÉPROUVENTES DE TRACTION (Chapitre 6)

Le métal, placé dans un creuset de carbure de silicium de 28 Kg, a été fondu à l'aide d'une fournaise électrique. La température du métal liquide était maintenue à $735 \pm 5^\circ\text{C}$ pendant l'ensemble des manipulations. Le métal liquide a été dégazé par de l'argon pur injecté en utilisant un agitateur de graphite tournant à une vitesse de 150 rpm. Pour éviter la formation d'un vortex qui aurait pu entraîner les oxydes dans le métal liquide on a placé un déflecteur fait de matériel réfractaire (4 cm de largeur par 6 cm de longueur) dans le bain en prenant soin de le disposer de manière à former un angle de 45° par rapport au courant. La quantité d'hydrogène en solution fut mesurée à l'aide d'un appareil Alscan. Dans tous les cas, le contenu en hydrogène était inférieur à 0,1 ml/100g Al. Le magnésium a été ajouté sous sa forme pure à l'aide d'une cloche de graphite perforée. L'alliage obtenu fut versé dans un moule permanent Stahl (type ASTM B-108) préchauffé à 400°C en évitant l'introduction d'oxydes par des nettoyages fréquents de la surface du bain.

3.7 TRAITEMENT DE MISE EN SOLUTION ET VIEILLISSEMENT (Chapitre 6)

Les traitements de mise en solution et de vieillissement ont été effectués dans un four à air forcé CFD-147 fabriqué par Blue M. La circulation de l'air assure une répartition plus uniforme de la température. Selon les spécifications du fabricant, la variation maximale de température enregistrée à l'intérieur du four est de $\pm 1^\circ\text{C}$. Les résultats publiés dans le mémoire de Gauthier³⁵ confirment cette affirmation.

Pour les traitements de mise en solutions, les échantillons ont été placés dans le four à la température de la pièce puis chauffés graduellement jusqu'à la température de mise en solution sur une période de deux heures. Pour le vieillissement, les éprouvettes ont été placées directement dans le four à la température de traitement.

3.8 TREMPE (Chapitre 6)

Après les traitements de mise en solution, les échantillons ont été trempés dans un seau contenant 20 litres d'eau à une température d'approximativement 60 °C. Le délai entre la fin du traitement de mise en solution et la trempe est inférieur à 5 secondes. Pour assurer l'uniformité des propriétés, les échantillons ont été agités durant la trempe.

3.9 ESSAIS DE TRACTION (Chapitre 6)

Les éprouvettes de traction d'une longueur de 50 mm et d'un diamètre de 12,5 mm ont été testées à l'aide d'une presse Instron à une vitesse constante de 0,50 mm/min (0,020 po/min). Les données force-allongement de l'échantillon ont été recueillies par un système d'acquisition de données relié à la presse par le biais d'un extensomètre de 5,08 cm. Ces données ont été traitées par la suite par un logiciel éprouvé qui transforme ces informations en un graphique contrainte-déformation. Avec ce graphique, le logiciel déduit la limite élastique et la limite ultime.

3.10 MÉTALLOGRAPHIE (Chapitres 4 et 7)

Pour effectuer l'analyse métallographique d'une éprouvette de traction, d'un résidu de filtration de PoDFA ou d'une tige solidifiée d'essai Ragone, il est nécessaire de prélever les échantillons à des endroits particuliers. Sur une éprouvette de traction, on prélève un échantillon à une distance variant entre 1 et 1,5 cm de la rupture et un autre échantillon à une distance supérieure à 1,5 cm de la rupture. Le premier échantillon sera utilisé pour étudier la rupture et le deuxième pour l'étude de la microstructure. Sur un résidu de filtration PoDFA on prélève l'échantillon à la surface du filtre où on retrouve un concentré d'inclusions. Pour étudier les tiges solidifiées dans un tube de verre utilisé par la méthode Ragone, on prélève un échantillon coupé longitudinalement au centre de la tige.

Les échantillons sont enrobés dans un plastique à une température de 150 °C et sous une pression de 650 kPa. Le chauffage dure 6 minutes et le refroidissement 3 minutes. Par la suite, les échantillons sont polis graduellement par une polisseuse automatique avec des disques abrasifs de plus en plus fins puis par des abrasifs en suspension dans un liquide.

La microstructure des échantillons fut étudiée à l'aide d'un microscope optique. L'étude de la morphologie de la phase de silicium a été effectuée en combinant le microscope optique à un logiciel analyseur d'image de type LECO 2001. Cet appareil est capable de distinguer les différents tons de gris que l'on retrouve sur une image provenant du microscope optique. En associant une plage de tons de gris à une phase particulière (comme le silicium), il est possible d'effectuer des mesures diverses sur celle-ci.

CHAPITRE 4

ÉTUDE DE L'EFFET DU MAGNÉSIUM SUR LA QUALITÉ DE L'ALLIAGE 319.1

À L'ÉTAT LIQUIDE À L'AIDE DE LA TECHNIQUE PoDFA

CHAPITRE 4

ÉTUDE DE L'EFFET DU MAGNÉSIUM SUR LA QUALITÉ DE L'ALLIAGE 319.1 À L'ÉTAT LIQUIDE À L'AIDE DE LA TECHNIQUE PoDFA

4.1 INTRODUCTION

Les inclusions sont des particules isolées que l'on retrouve dans le métal liquide. Leur présence a des effets nuisibles notamment au niveau des propriétés mécaniques, du fini de surface et de la machinabilité³⁶. Les inclusions dures comme l'oxyde de magnésium (MgO) et les borures contribuent à l'usure des machines outils et la filtration du métal peut réduire cette usure de cinquante pourcent dans certains cas. Conséquemment, le contrôle de la propreté du métal est primordial si on désire atteindre certains standards de qualité lors de la production d'une pièce coulée.

En général, les inclusions non métalliques que l'on retrouve dans l'aluminium sont inévitables et découlent directement du processus de production. D'après Simenson et Berg³⁷, qui ont étudié les différents types d'inclusions que l'on retrouve dans l'aluminium commercial pur et dans les alliages d'aluminium, les oxydes (Al_2O_3), carbures (Al_4C_3), nitrures (AIN), fluorures et borures sont parmi les inclusions

inclusions les plus couramment observées mis à part les chlorures et les particules intermétalliques. Les procédés de traitement du métal liquide comme l'addition d'affineurs de grain peuvent introduire des particules de TiB_2 et de $TiAl_3$ dans le métal liquide tandis que les traitements au Bore (pour les alliages conducteurs) sont responsables de la présence d'inclusions de type AlB_2 .

La révision des différents types d'inclusions effectuée par Apelian³⁸ établit clairement que les inclusions non métalliques sont généralement inévitables puisqu'elles proviennent du parcours de production du métal³⁹⁻⁴¹. Les oxydes que l'on trouve habituellement à la surface du métal liquide peuvent être entraînés dans celui-ci par des turbulences causées par l'agitation du bain ou par certains traitements chimiques.

En plus des inclusions solides, le métal liquide contient également certaines inclusions liquides comme les composés $MgCl_2$, CaF_2 ainsi que d'autres particules originant des différents flux utilisés dans l'industrie de l'aluminium. Les inclusions liquide peuvent se déformer et s'agglomérer pour former des inclusions de plus grandes dimensions.

Selon Doutre et al.⁶ le composé TiB_2 est considéré comme une inclusion alors que le composé $TiAl_3$ (qui est soluble dans le métal sous les conditions normales de fonderie) n'est pas considéré comme tel. Similairement, les gouttelettes de sels liquides sont des inclusions contrairement aux bulles de gaz .

Simensen and Hartvedt⁴² ont développé une méthode de filtration permettant l'analyse quantitative des oxydes dans les alliages d'aluminium. Des échantillons de 2,5 kg d'alliage refondu furent filtrés à l'aide d'un filtre dont les pores mesurent 50 µm. Le résidu sur le filtre fut étudié au microscope ainsi qu'aux rayons X (la limite de détection est de ≈ 10 µg ou 0,01 ppm). Des concentrations d'oxydes (Al_2O_3 , Al_2MgO_4 et MgO) de 0,01-0,5 ppm et 0,1-2,2 ppm (principalement sous forme de films ou en groupe) furent observées pour les alliages Al-Fe-Si et Al-0,9 % Mg.

Même si la méthode de filtration donne des résultats intéressants, elle a certaines limites. Tout d'abord, les oxydes plus petits que 50 µm peuvent éviter la filtration, deuxièmement, la sédimentation des particules à l'intérieur du métal liquide empêche souvent l'utilisateur d'obtenir un échantillon représentatif de l'ensemble du métal et troisièmement le temps nécessaire pour effectuer l'essai et l'analyse (2-3 heures) limite l'intérêt de la méthode en milieu industriel. L'avantage principal de cette technique réside dans le fait qu'il est facile d'observer et de répertorier les grosses inclusions qui se retrouvent dans un volume relativement restreint comparativement à la microscopie standard⁴³.

La technique PoDFA (Porous Disc Filtration Apparatus), permettant d'évaluer la propreté du métal, fut introduite par Alcan il y a quelques années (le principe est illustré sur la figure 5). Doutre et al.⁶ ont utilisé cette méthode pour étudier les facteurs contrôlant la précipitation et la sédimentation des inclusions non métalliques (dont les dimensions varient entre 20 et 50 µm) dans l'aluminium commercial. Après

le maintien de la température à 700 °C pendant 6 heures, ils ont dénombré 850 particules d'inclusions/kg de métal filtré. L'addition de 85 ppm de bore (additionné à l'aide d'un agitateur mécanique) a augmenté le nombre de particules jusqu'à 227 000/kg, en laissant reposer le métal pendant 12 heures, le nombre de particules/kg est descendu à 2 100.

Les résultats montrent que la technique PoDFA permet d'obtenir suffisamment d'informations pour identifier les facteurs influençant la propreté du métal.

Cette étude tentait d'évaluer l'effet de l'addition du magnésium sur la concentration et la nature des inclusions qui apparaissent pendant la fonte de l'alliage 319.1, et de s'assurer que cette addition n'a pas d'effets négatifs sur la fluidité du métal liquide.

4.2 RÉSULTATS ET DISCUSSION

4.2.1 Fluidité

La variation de fluidité en fonction de la température du bain est présentée à la figure 39(a). Cette relation est linéaire comme en témoigne le coefficient de corrélation élevé ($R^2 \approx 0.95$). Ainsi, la formation des plaquettes ségrégées (sludge) durant le refroidissement du métal liquide ne semble pas avoir un effet marqué sur la fluidité de l'alliage.

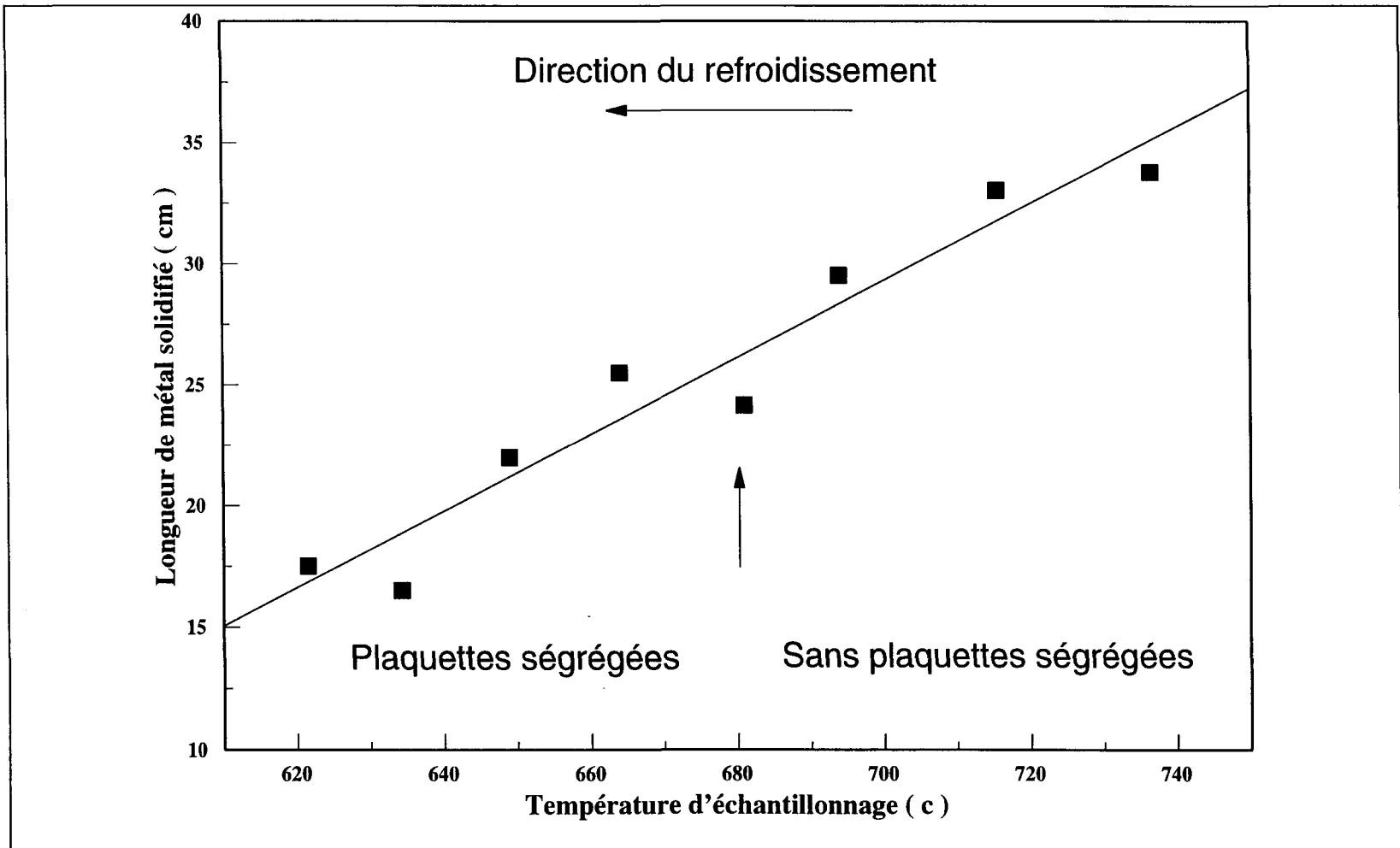


Figure 39 (a) Variation de la longueur de métal solidifié (essai Ragone) en fonction de la température (pendant le refroidissement).

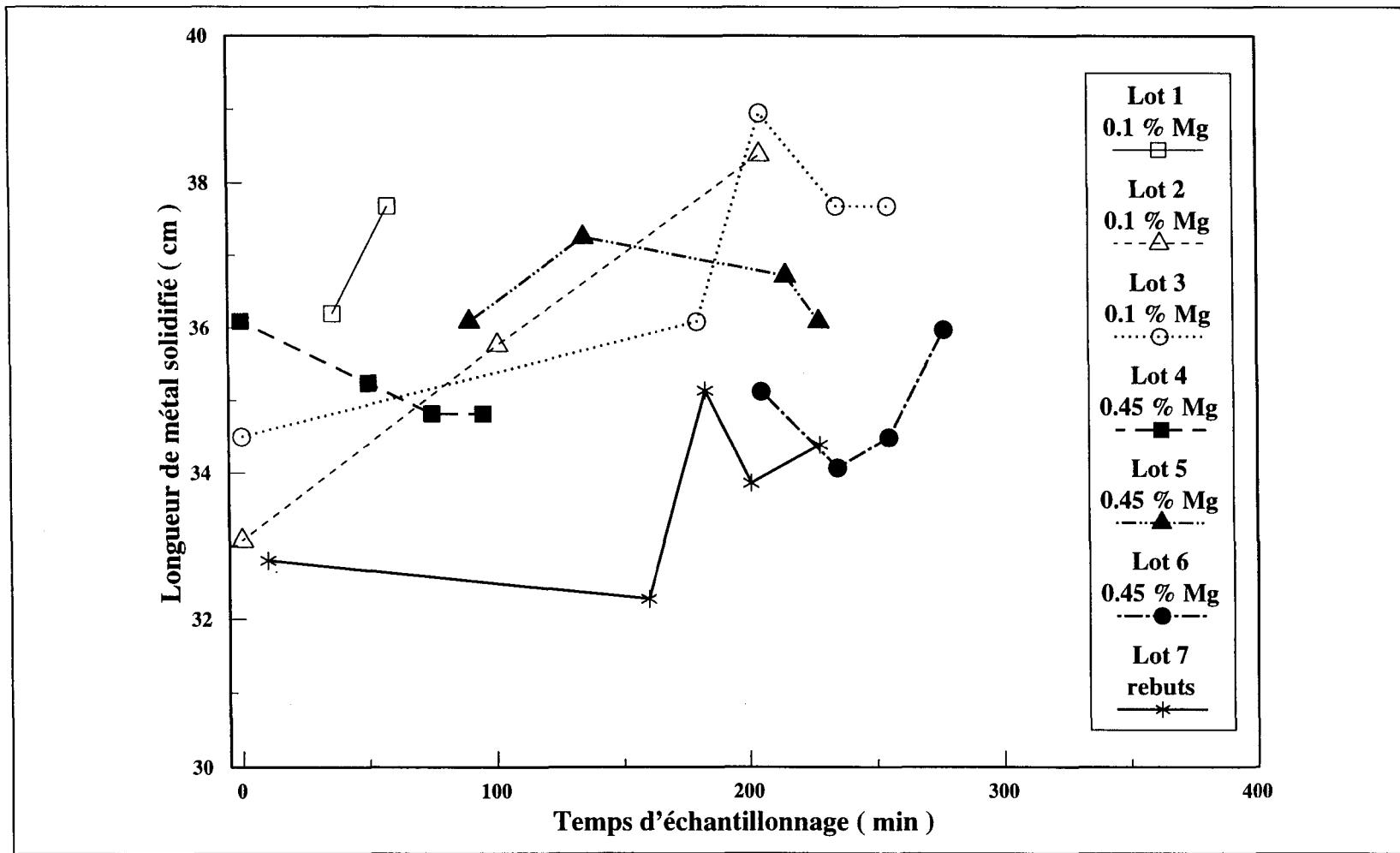


Figure 39 (b) Variation de la longueur de métal solidifié (essai Ragone) en fonction du contenu en magnésium et du temps de sédimentation.

La figure 39(b) montre les changements dans la fluidité de l'alliage 319.1 en fonction du contenu en magnésium (i.e. 0,1 % et 0,45 % poids Mg) et du temps de sémination. On peut constater une légère amélioration de la fluidité avec l'augmentation du temps de sémination de l'alliage non-additionné. L'addition de Mg dans le bain semble mener à une faible réduction de la longueur de métal solidifié obtenue. La refonte des rebuts de métal provenant des échantillons de traction contenant une quantité de magnésium élevée (lot 7), suivie d'une période de dégazage à l'argon de 3 heures donne une fluidité comparable à celle obtenue avec un alliage fondu pour la première fois et contenant la même quantité de Mg (sans dégazage). La longueur moyenne de métal solidifié de l'alliage additionné est inférieure à celle de l'alliage sans addition (32 et 37 cm respectivement).

4.2.2 Scories

Les figures 40(a) à (d) montrent la forme, la couleur et le poids des scories recueillies à la surface du métal liquide à différentes étapes de l'expérimentation. Lors de l'introduction du magnésium dans le bain, une couche noirâtre causée par la réaction spontanée avec le magnésium s'est formée à la surface du métal (figure 40(a)). Après un temps de sémination de 3 heures, sans agitation mécanique et sans avoir enlevé la couche de scories, le poids de celle-ci est passé de 63 à 110 grammes. Même si l'aspect sombre des scories reste le même, la

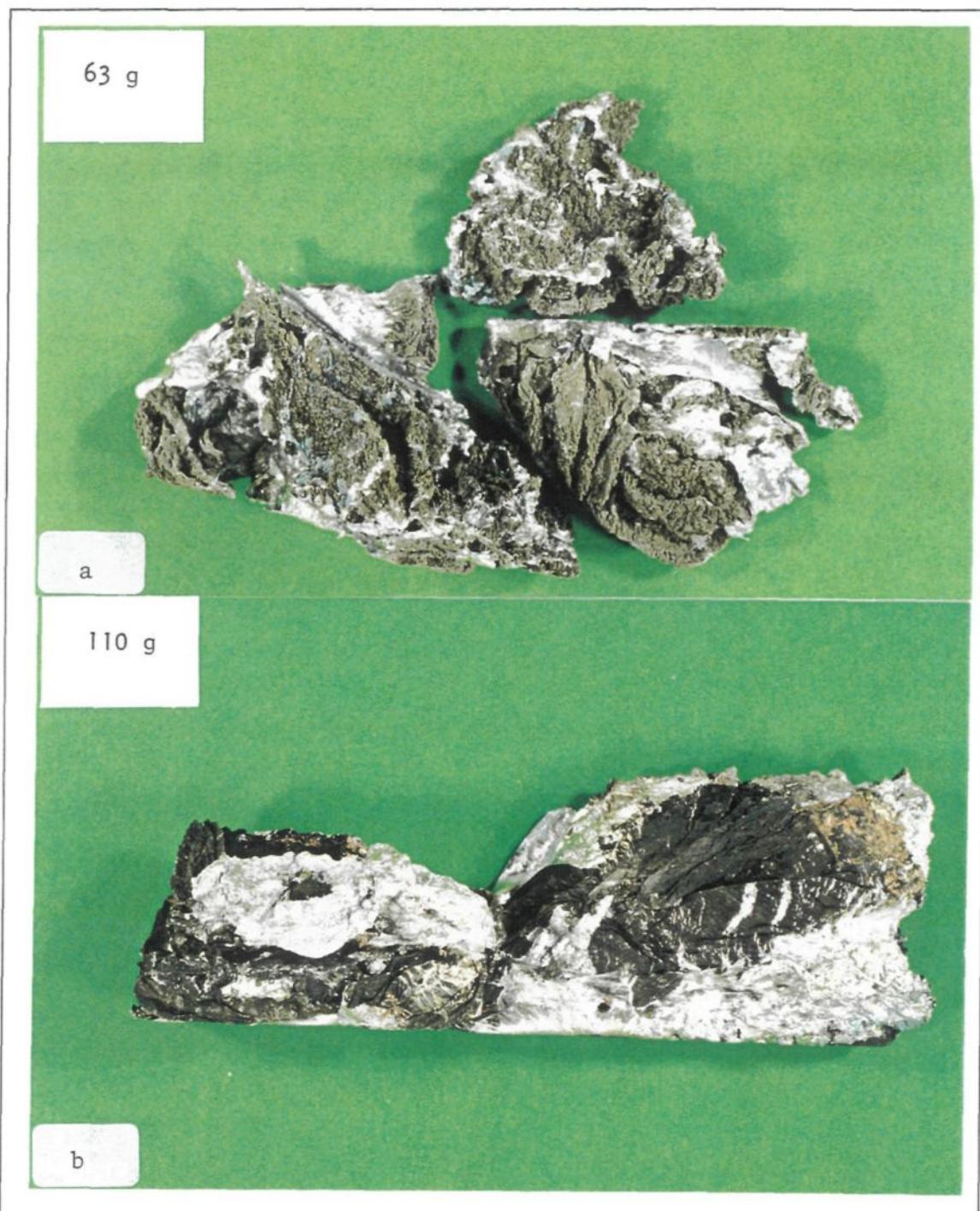


Figure 40 Forme et masse des scories recueillies à la surface du métal liquide à différentes étapes: (a) immédiatement après l'addition du Mg; (b) après trois heures d'attente

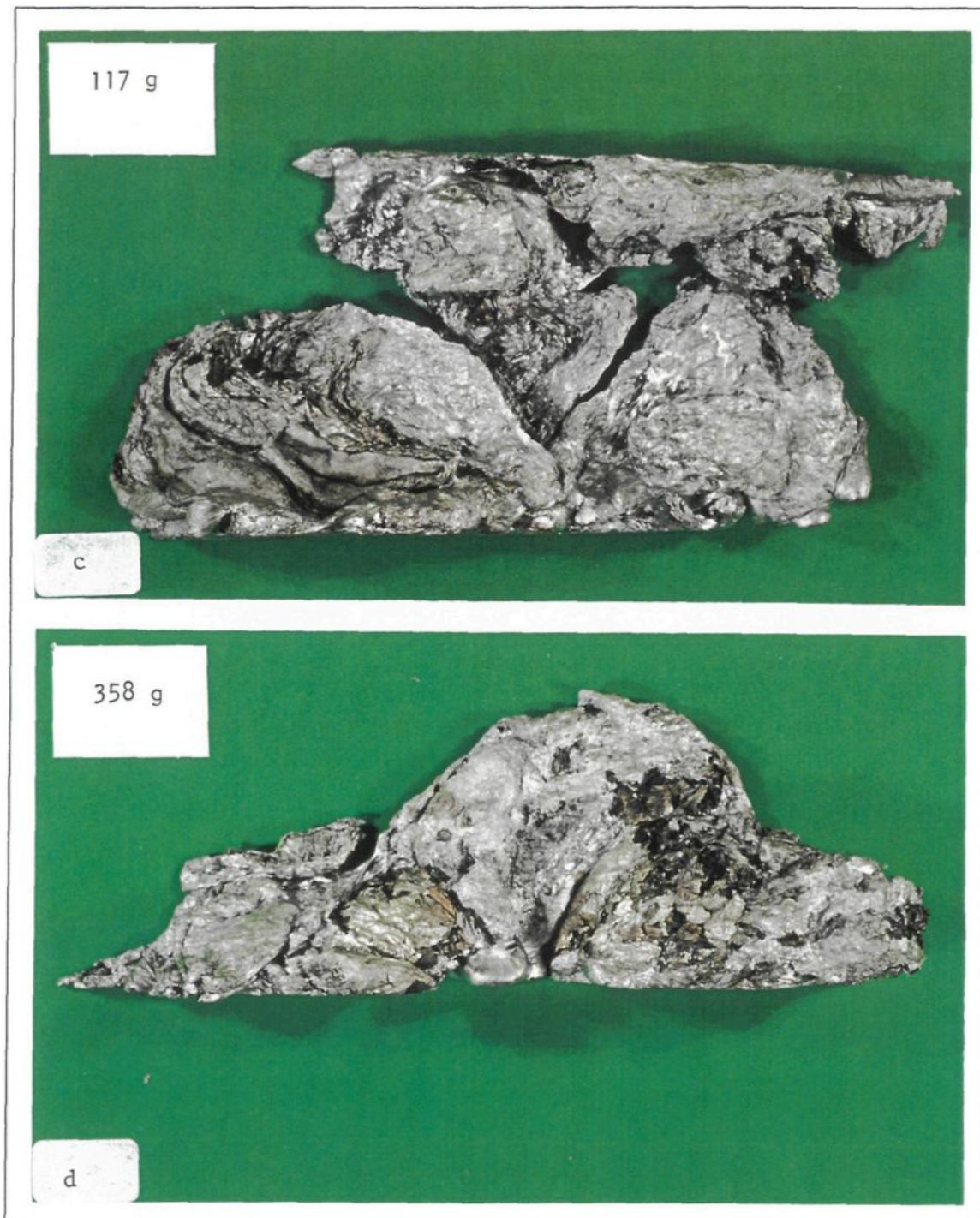


Figure 40 Forme et masse des scories recueillies (suite): (c) rebuts - immédiatement après la refonte et avant le dégazage (d) même creuset qu'en (c) - immédiatement après le dégazage.

surface semble moins rugueuse que celle des scories recueillies immédiatement après l'addition du magnésium.

Il est intéressant de noter qu'après la refonte de l'alliage 319.1 contenant 0.45 % Mg (lot 7), les scories recueillies en surface présentaient un fini brillant (figure 40(c)).

Le dégazage à l'aide d'un agitateur rotatif perforé semble améliorer la qualité du métal liquide puisque la quantité de scories recueillies est plus élevée après ce type de traitement (117 g vs. 358 g, Figure 40(d)). Par contre, il est nécessaire de prendre les mesures qui s'imposent pour limiter les turbulences à la surface du bain. Une augmentation des turbulences ce traduit par une augmentation de la surface de contact entre le métal et l'atmosphère et par le fait même par une oxidation accrue.

4.2.3 Analyse PoDFA

4.2.3.1 Poids du métal filtré

La variation du poids de métal filtré est illustrée à la figure 41 (le poids de métal initial versé dans le creuset de PoDFA est à peu près 2,5 Kg). Il est possible de supposer que la refonte des rebuts d'alliage à haute teneur en magnésium soit associée à une plus faible quantité d'inclusions puisque le poids de métal filtré

recueilli est plus élevé en comparaison avec le poids de métal filtré recueilli après une addition de magnésium. Les résultats obtenus lors du dégazage des rebuts refondus (contenant 0,45 % Mg) sont à mi-chemin entre ceux obtenus pour les deux types d'alliage 319.1 (i.e. avec 0,1 % Mg et 0,45 % Mg). De plus, on remarque que le quatrième essai PoDFA (issu du même creuset) donne toujours le plus petit poids de métal filtré, \approx 0,5 Kg, ce qui est la limite minimale pour un essai PoDFA acceptable. Comme on pouvait s'y attendre, le temps de sédimentation influence la propreté du métal puisque que l'on peut déceler une tendance nette vers l'augmentation de la propreté avec une augmentation du temps de sédimentation.

La figure 42(a) montre la quantité maximale de métal filtré obtenue dans le second essai du lot 4 (1,52 Kg). La figure 42(b) montre la quantité minimale de métal filtré obtenue avec le quatrième essai du même creuset i.e. lot 4 (0,48 Kg). Ces résultats peuvent être expliqués par différents facteurs i.e. (a) types et concentrations des inclusions et (b) agglomération des inclusions qui bloquent les pores du filtre. Ces facteurs feront l'objet d'une discussion plus approfondie dans les sections qui suivent.

4.2.3.2 Dénombrement des inclusions

Les échantillons PoDFA contiennent la partie non filtrée du métal qui est en contact avec le filtre (\approx 5 mm d'épaisseur). Ces échantillons sont enrobés dans une

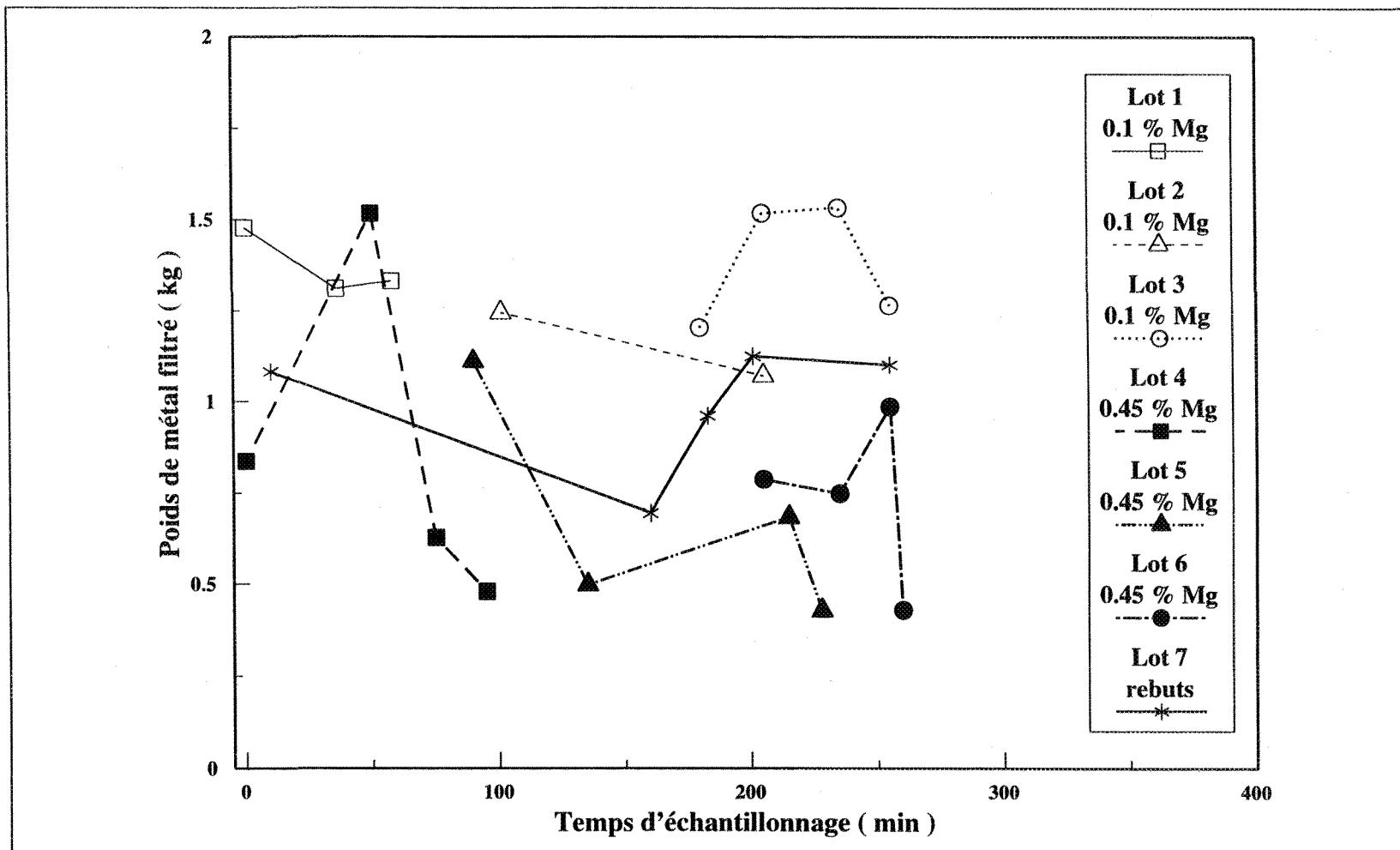


Figure 41 Variation du poids de métal filtré en fonction du contenu en magnésium (0,1 % et 0,45 %) et du temps de sédimentation.

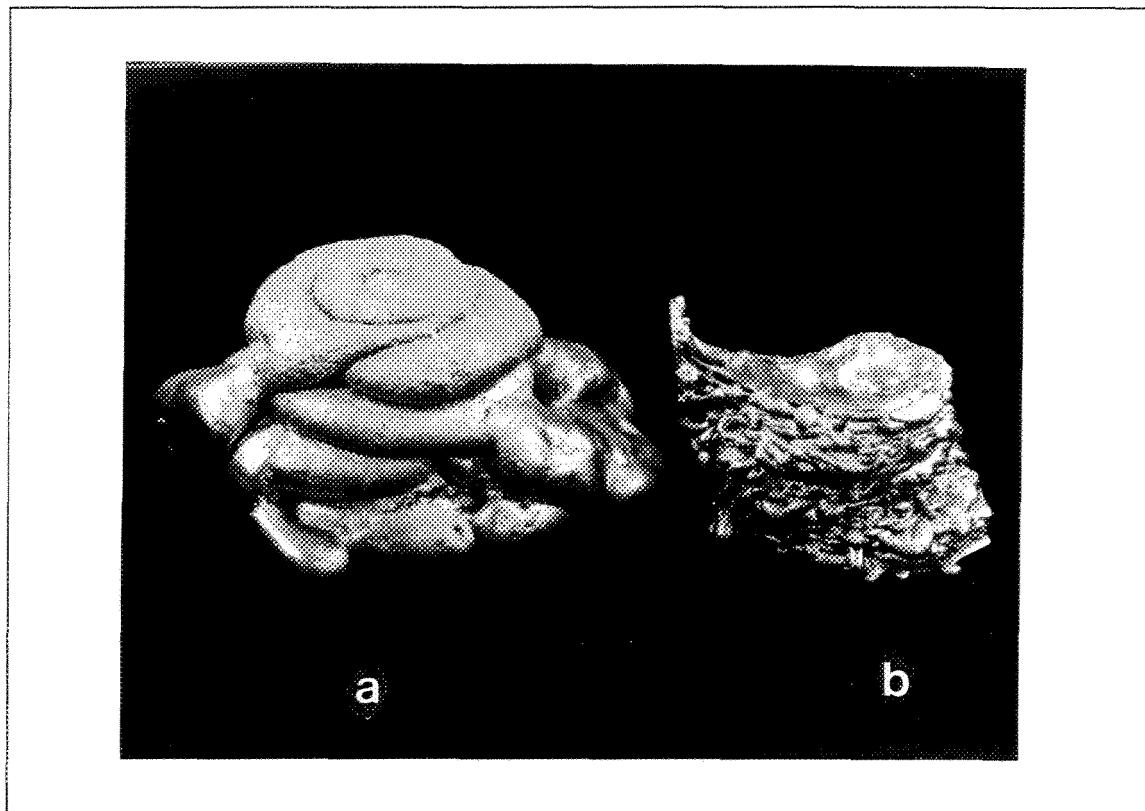


Figure 42 Deux exemples de la masse de métal filtrée: (a) 1,5 kg - deuxième essai, lot 4; (b) 0,48 kg - quatrième essai, lot 4;

pastille de plastique et polis jusqu'à l'obtention d'un fini adéquat pour la métallographie optique. La surface totale occupée par chaque type d'inclusions est calculée en utilisant une grille. Cette surface est ensuite divisée par le poids de métal ayant passé au travers du filtre. La méthode d'identification des inclusions est la propriété d'Alcan International Limitée. La concentration totale de surface d'inclusions par kilogramme est donnée par:

Surface totale d'inclusions (mm²/kg) = {[Surface moyenne mesurée (mm²) x Fraction de surface d'inclusions) / {poids de métal filtré (kg)}] x [{ Longueur nominale de la corde (mm)} / {Longueur de la corde mesurée (mm)}]}

Les inclusions ont été classées en deux catégories:

- (a) inclusions présentes à la refonte du métal ou apparues pendant l'addition du Mg
- (b) inclusions résultant des manipulations i.e. de l'essai PoDFA

Les différentes concentrations d'inclusions appartenant à la première catégorie sont montrées aux figures 43(a) à 43(d) en fonction du temps de sédimentation.

Les particules grossières d'inclusions Al₄C₃ sont probablement issues du dégazage du métal liquide à l'aide de l'agitateur en graphite sur une période de 45 à 60 minutes à une température pouvant aller jusqu'à 735 °C. Il est également possible qu'il y ait eu interaction entre le métal et la paroi du creuset fait de carbure de silicium (figure 43(a)). Il est bon de noter que les inclusions de type Al₄C₃ sont déjà présentes dans l'aluminium pur utilisé dans la production des alliages d'aluminium.

La présence d'oxydes d'alumine-y est fortement reliée à la qualité de la charge de métal initiale i.e. première fonte (lot 1 à 6) ou rebuts (lot 7). L'utilisation de plusieurs petites pièces, comme dans le cas des rebuts, augmente la surface de contact entre le métal et l'atmosphère, augmentant de ce fait la quantité d'oxydes de types Al_2O_3 (figure 43(b)). La forte concentration d'inclusions de type Al_2O_3 retrouvée dans le lot 5 pourrait s'expliquer par l'agitation mécanique du métal liquide utilisée pour faciliter la dissolution du magnésium. La turbulence ayant probablement soulevé les inclusions qui sont descendues au fond du creuset pendant la sédimentation.

La formation des inclusions de type MgO est probablement causée par l'addition du Mg en parallèle avec un temps de sédimentation assez long i.e. 3 heures - lot 6, à une température allant jusqu'à 735 °C. Cette inclusion est caractérisée par une cinétique de sédimentation élevée comme il est possible de le constater à la figure 43(c).

Les inclusions nommées ci-dessus sont considérées nuisibles étant donné leurs effets indésirables sur les propriétés mécaniques. La dépendance de la quantité totale de ces inclusions nuisibles vis-à-vis du type d'alliage et du temps de sédimentation est illustrée sur la figure 43(d). A l'exception des quatrième essais de chacun des alliages à haute teneur en magnésium i.e. lot 5 et 6, la quantité totale des inclusions nuisibles (i.e. Al_4C_3 , Al_2O_3 et MgO) est réduite avec une augmentation du temps de sédimentation. Le lot 7 illustre bien cette tendance.

On note la présence de deux autres types d'inclusions moins nuisibles soit les chlorures ioniques et les carbures d'aluminium de petites dimensions ($< 3 \mu\text{m}$). Les chlorures ioniques proviennent généralement du dégazage au chlore et sont donc le résultat de traitements antérieurs à cette étude. Leur présence est amplifiée par l'addition de Mg reconnu pour sa forte affinité avec le chlore (figure 44(a)). Les fines particules Al_4C_3 (figure 44(b)) ont probablement été créées pendant l'utilisation de l'agitateur rotatif en graphite immédiatement après l'addition du magnésium.

La somme des cinq types d'inclusions décrites dans cette section est donnée à la figure 45. Il est à noter que même si dans le second essai du lot 4 on a obtenu une masse de métal filtré approximativement trois fois plus grande que celle obtenue dans le quatrième essai, il contient tout de même plus d'inclusions que prévu. Cette différence pourrait provenir partiellement d'une erreur de mesure des inclusions qui varient parfois entre ± 10 et $\pm 25\%$. La grande quantité d'inclusions contenue dans le lot 7 pourrait s'expliquer par une élimination inadéquates des inclusions ammenées à la surface du métal liquide par la flottaison dûe au dégazage. Les scories se retrouvent dans le métal solidifié si l'élimination de la couche en surface n'est pas effectuée correctement ou si la quantité de métal liquide dans le creuset est insuffisante pour remplir la louche (utilisée pour transférer le métal liquide du

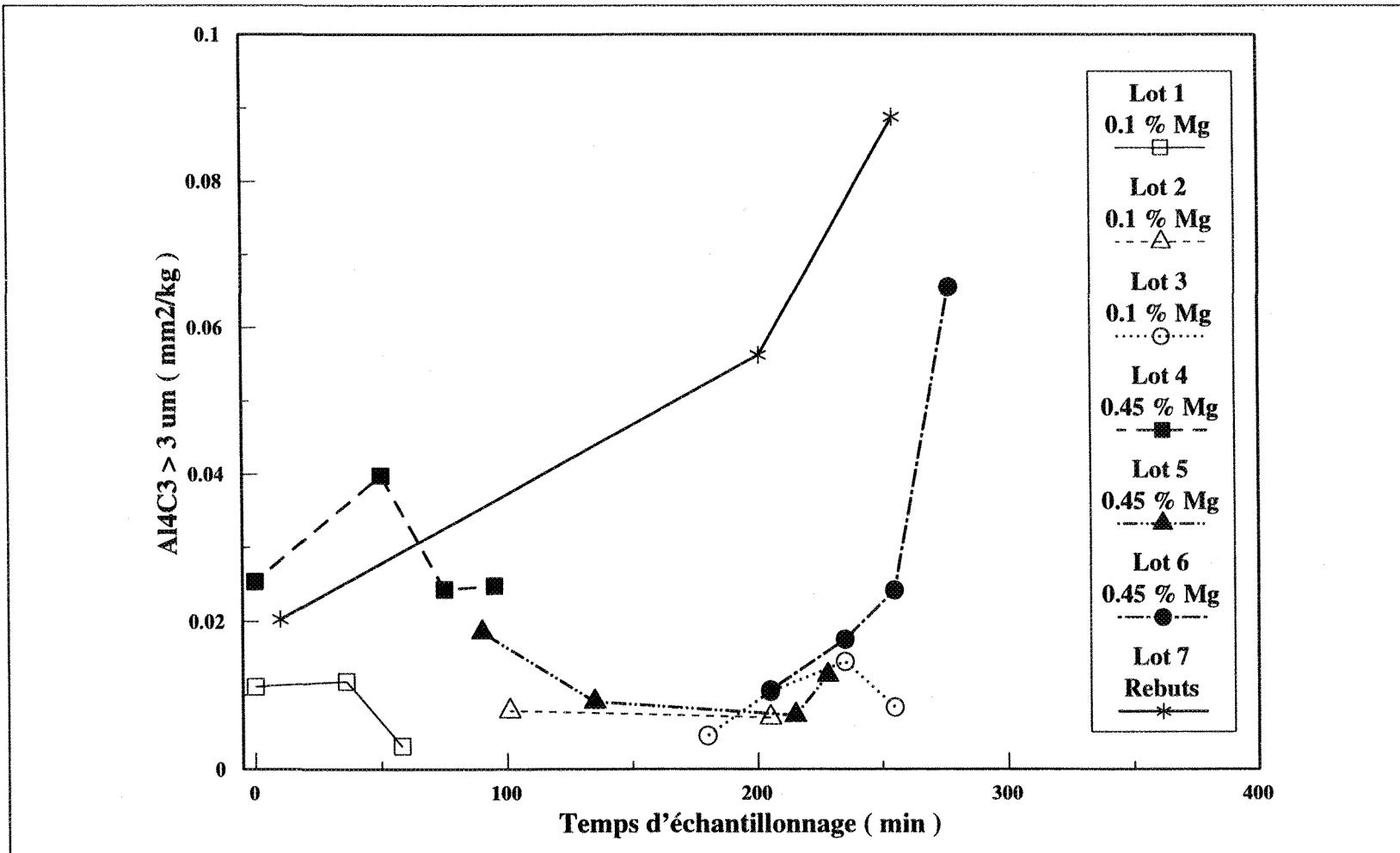


Figure 43 (a) Concentration d'inclusions $\text{Al}_4\text{C}_3 > 3 \mu\text{m}$ en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.

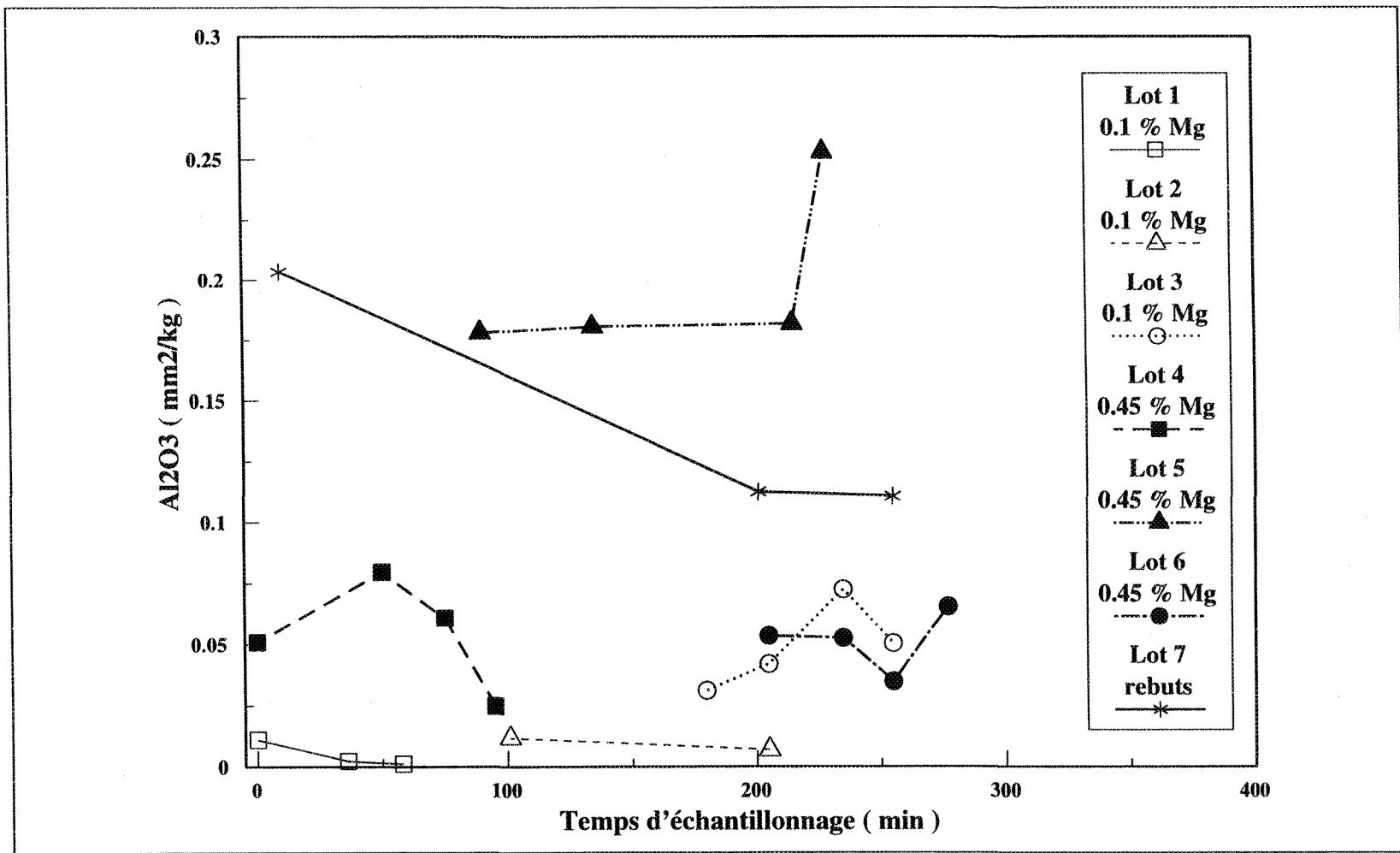


Figure 43 (b) Concentration d'inclusions Al_2O_3 dispersées en fonction du titre en magnésium et du temps de sémination.

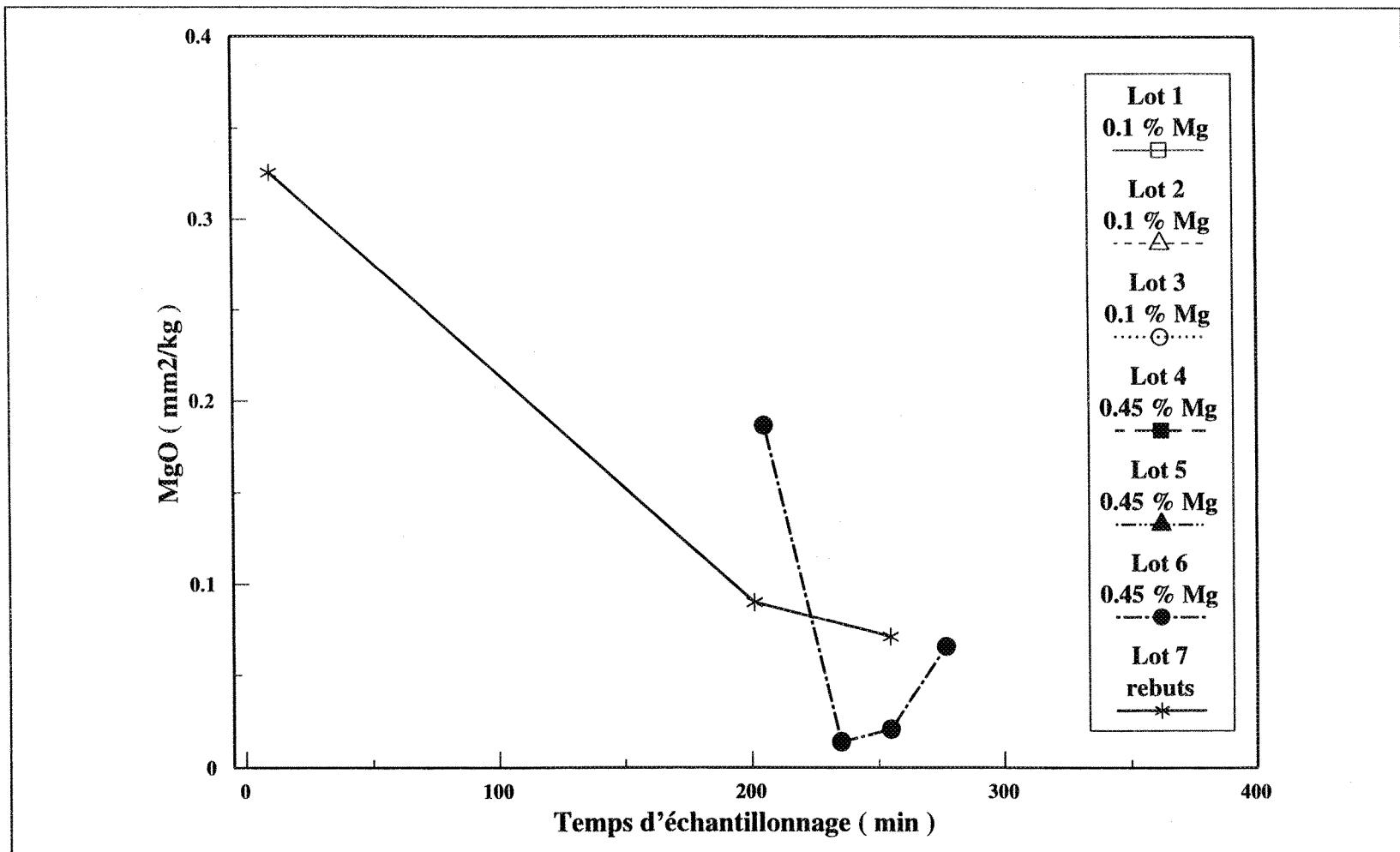


Figure 43 (c) Concentration d'inclusions (MgO dispersées et cuboïdes) en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.

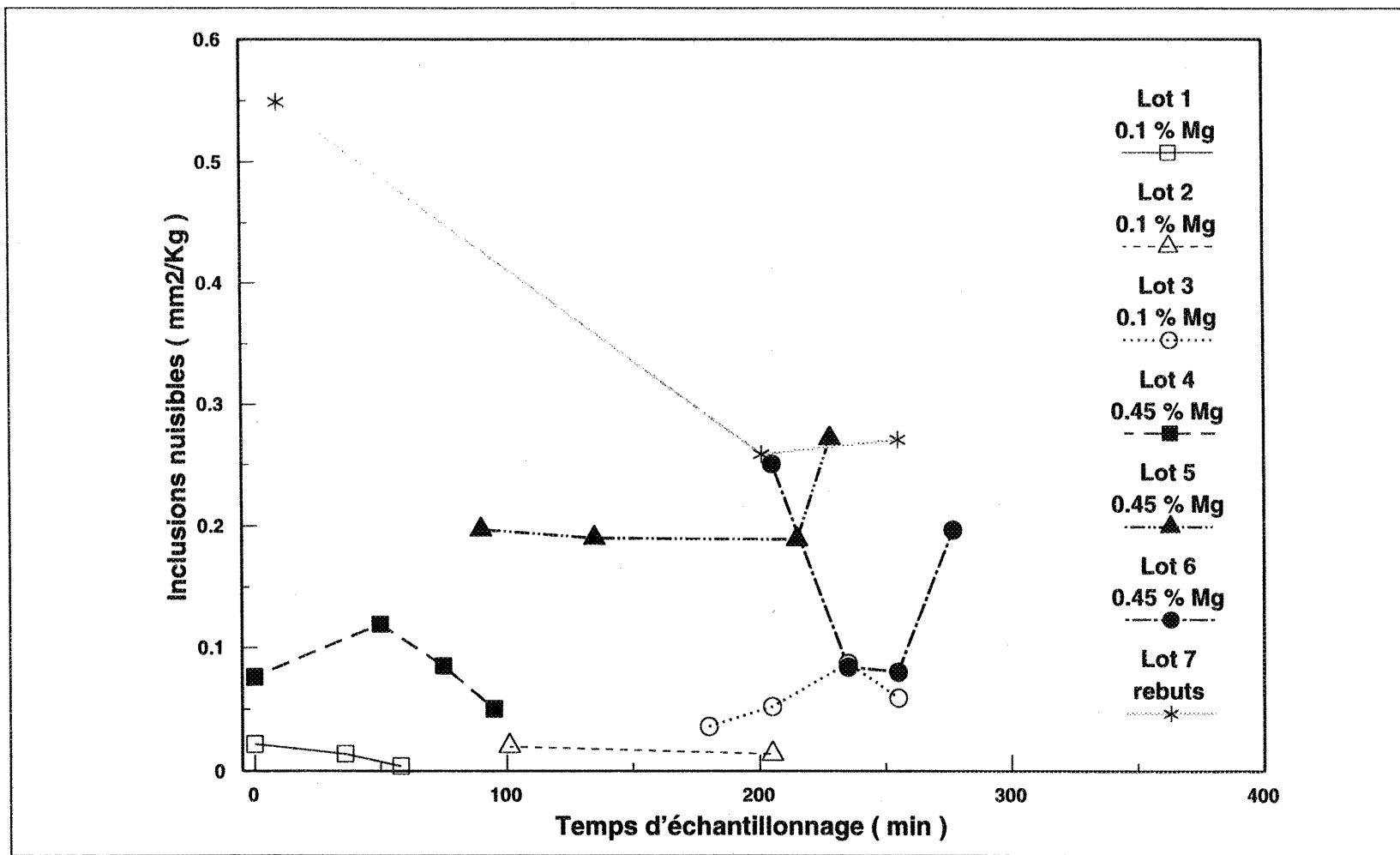


Figure 43 (d) Concentration d'inclusions nuisibles en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.

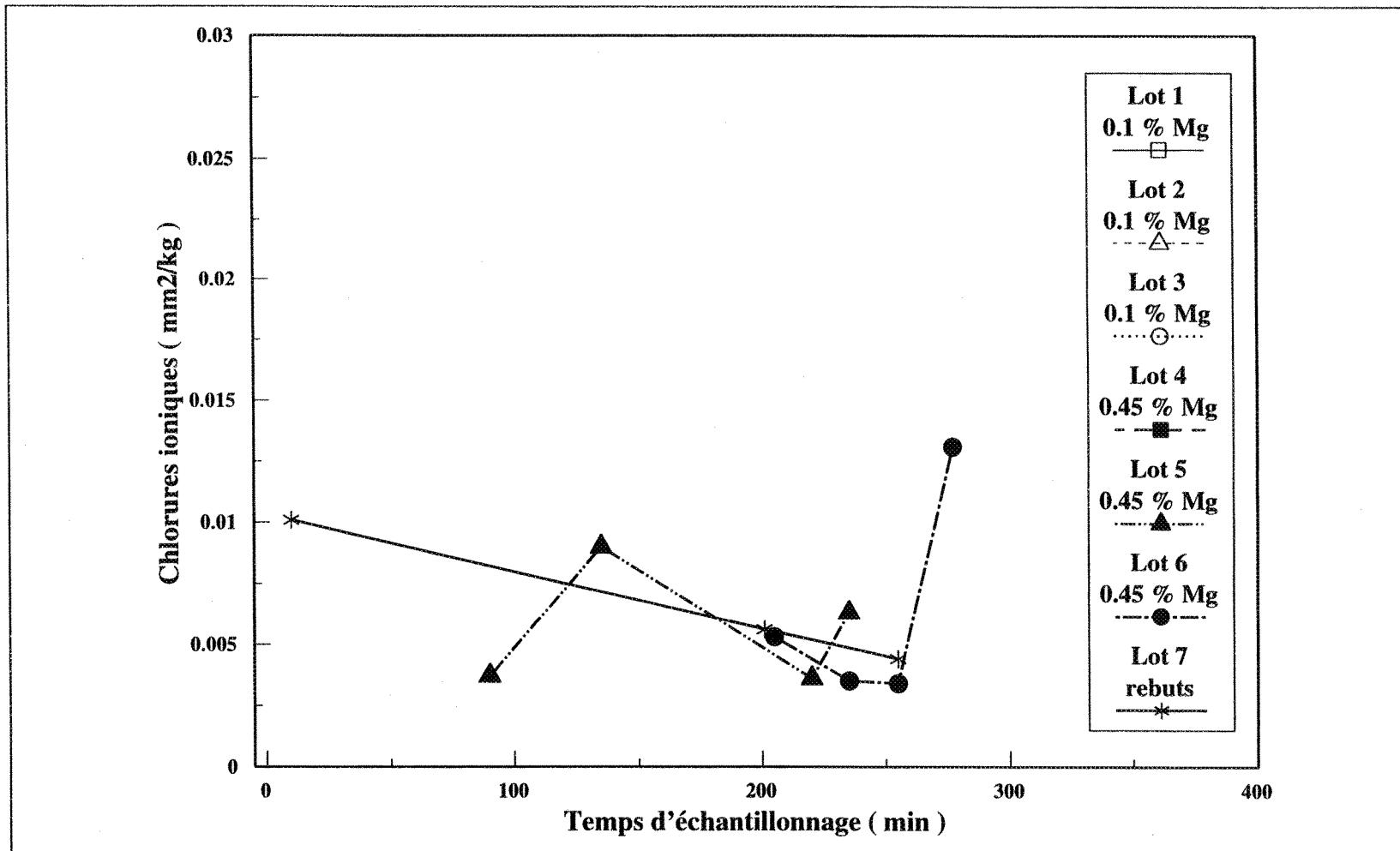


Figure 44 (a) Concentration chlorures ioniques en fonction du contenu en magnésium et du temps de sédimentation.

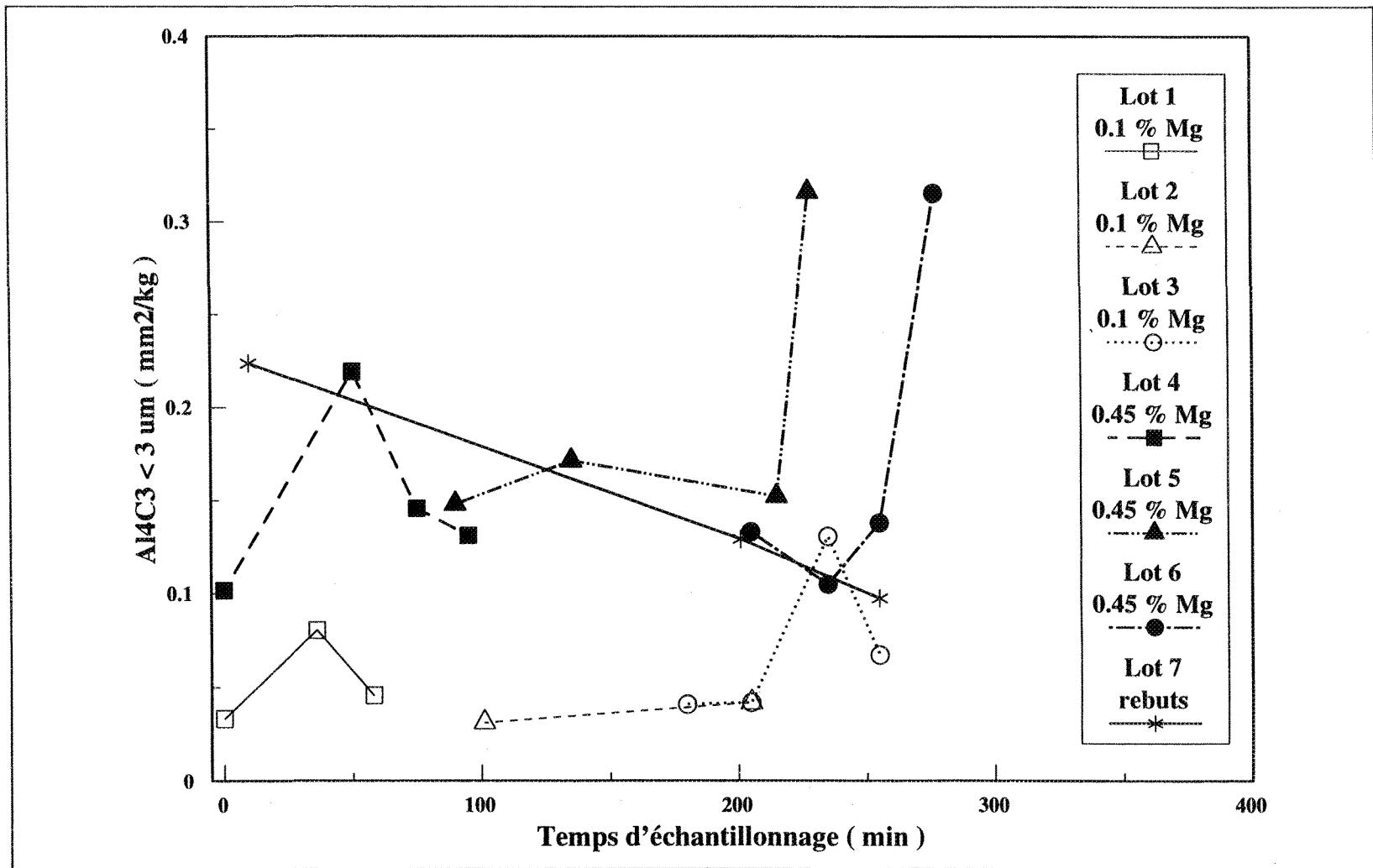


Figure 44 (b) Concentration de Al_4C_3 en fonction du contenu en magnésium et du temps de sédimentation.

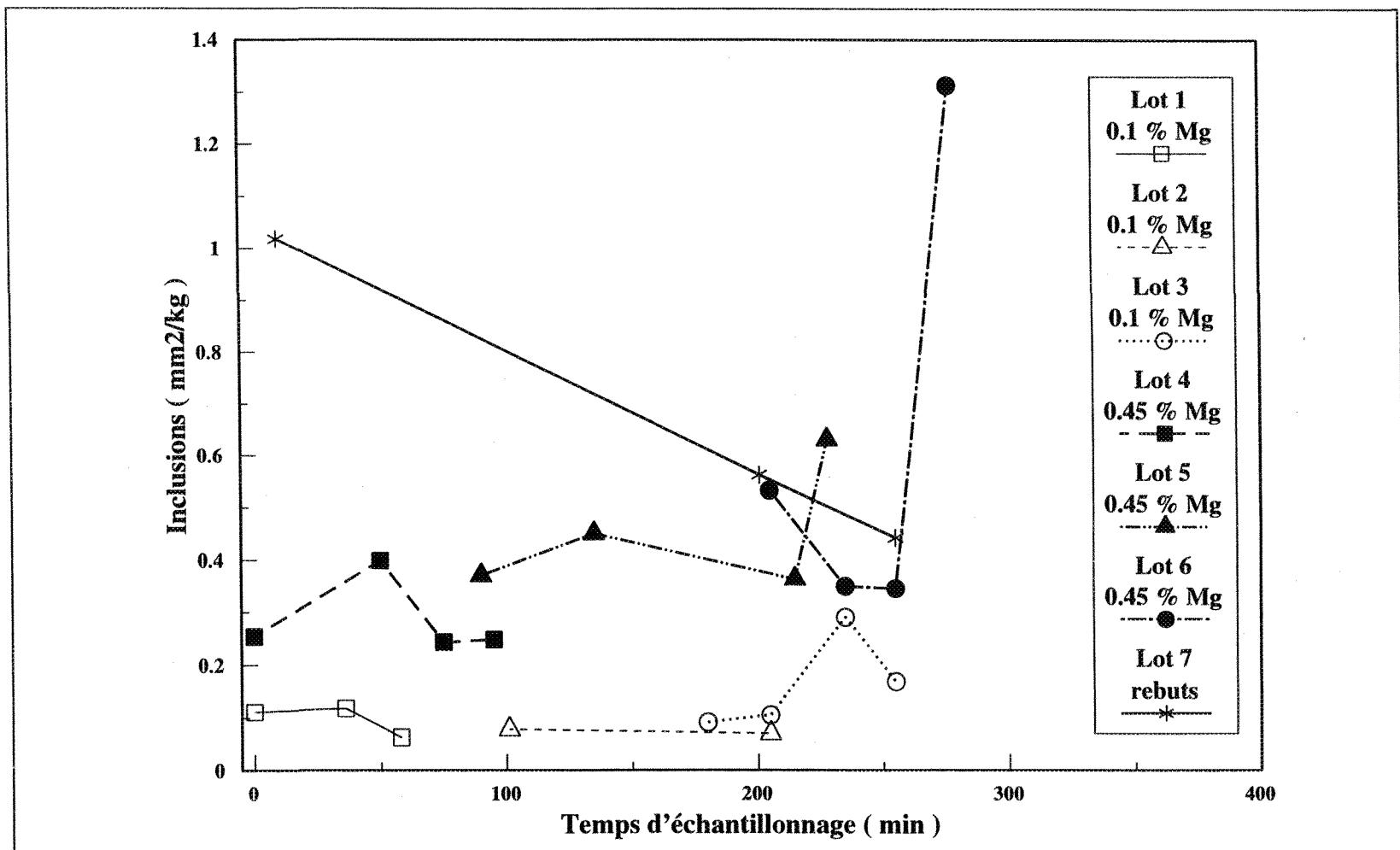


Figure 45 Nombre d'inclusions en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.

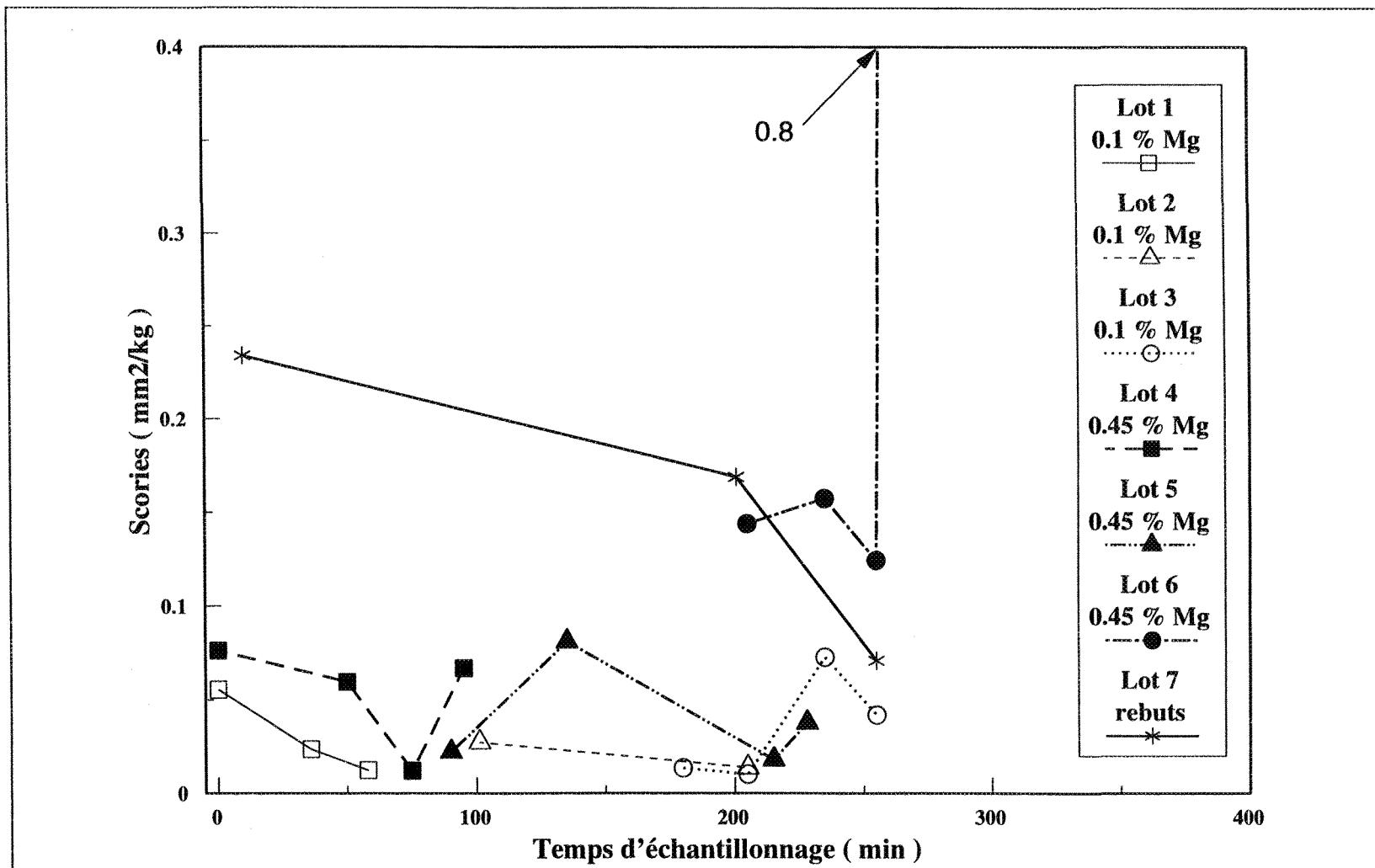


Figure 46 Variation de la quantité de scories en fonction du titre en magnésium et du temps de sédimentation.

creuset dans la fournaise jusqu'au creuset PoDFA) sans perturbations de la surface du liquide comme sur la figure 46.

Les films d'oxydes sont classés en fonction de leur épaisseur. Ceux plus petits que 1 µm sont appelés films minces, les autres sont appelés films épais. Le tableau 7 montre la densité de ces films par millimètre carré dans les termes suivant: faibles, modérés ou élevés. Comme il est possible de le constater, il n'y pas de relation directe reliant le type de films d'oxydes aux essais effectués. Cette distribution apparemment aléatoire semble indiquer que la présence de ces types d'inclusions peut être dépendante de l'échantillonnage.

4.2.4 Exemples d'inclusions

Les flèches dans la figure 47(a) pointent des scories identifiées dans le premier essai du lot 1. Les scories sont caractérisées par la présence de particules d'aluminium à l'intérieur de l'oxyde. Puisque ces inclusions sont creuses et légères, elles sont suspendues dans le métal liquide. Ainsi, le contact entre ces films d'oxydes et la surface du filtre est difficile à provoquer même sous pression. Le fait que la viscosité du métal augmente avec la diminution de la température est un autre facteur qui rend la tâche plus difficile.

Sur la figure 47(b), on peut observer le seul morceau de graphite répertorié dans l'ensemble des échantillons (1er essai, lot 3). Sur la figure 47(c) on peut voir

Tableau 7 Concentration de films d'oxydes Al_2O_3 .

# Lot	Films minces			Films épais		
	Faible	Modérée	Élevée	Faible	Modérée	Élevée
1-1		x			x	
1-2	x			x		
1-3		x			x	
2-1	x			x		
2-4	x			x		
3-1			x			x
3-2	x			x		
3-3			x			x
3-4		x			x	
4-1			x			x
4-2			x			x
4-3		x		x		
4-4		x		x		
5-1	x			x		
5-2	x			x		
5-3	x			x		
5-4	x			x		
6-1		x			x	
6-2		x		x		
6-3			x			x
6-4	x			x		
7-1		x		x		
7-4	x			x		
7-5	x			x		

un constituant, appelé sludge ou plaquette ségrégée, que l'on retrouve communément dans la microstructure de ce type d'alliage. La figure 47(d) montre différents types d'inclusions, principalement des particules fines ou grossières de composé Al_4C_3 et de l'oxyde d'aluminium dispersé (Al_2O_3). On peut voir un exemple de chlorure ionique sur la figure 47(e) (pointé par une flèche, 1er essai, lot 3). Le composé MgO se retrouve sous la forme de particules dispersées (marquées 1 dans la figure 47(f)), correspondant au premier essai du lot 6) ou sous forme de cuboïdes (marqués 2 dans la figure 47(f)).

Les exemples d'inclusions qui ont probablement été introduites pendant les manipulations sont montrés sur la figure 48. Une très grande quantité de scories ($\approx 0.8 \text{ mm}^2/\text{kg}$) à été répertoriée dans le quatrième essai du lot 6 (figure 48(a)). Cette situation peut être attribuable à une trop faible quantité de métal liquide dans le creuset utilisé pour la fonte. Assez souvent, la louche peut raceler la surface du creuset entraînant avec elle une grande quantité de scories. Pour éviter ce problème, il est recommandable de ne pas effectuer d'essai PoDFA lorsque la quantité de métal liquide dans le creuset est inférieure à trois fois la quantité requise

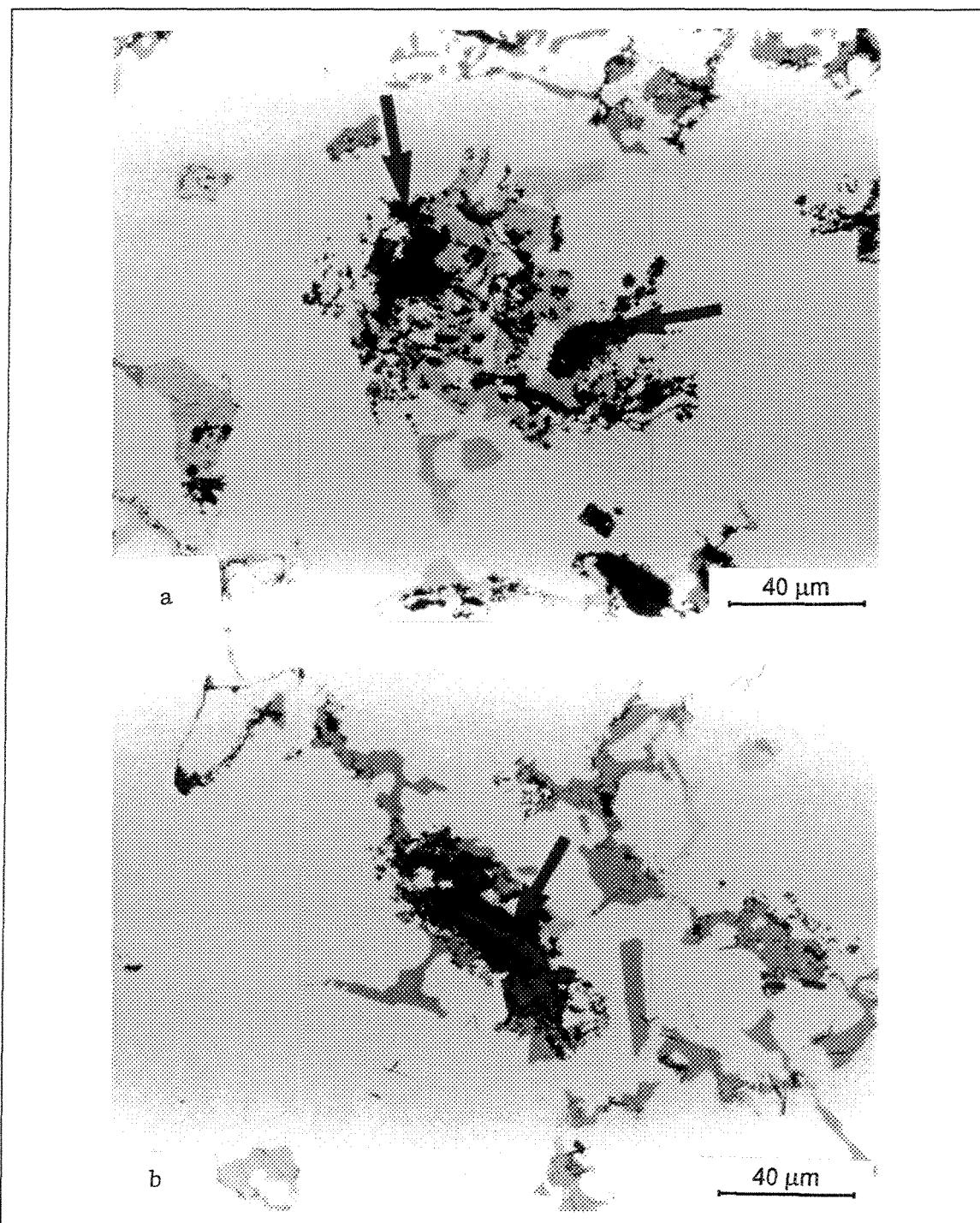


Figure 47 Exemples d'inclusions générées pendant le processus de fonte:
(a) scories - premier essai, lot 1; (b) morceau de graphite - premier
essai, lot 3.

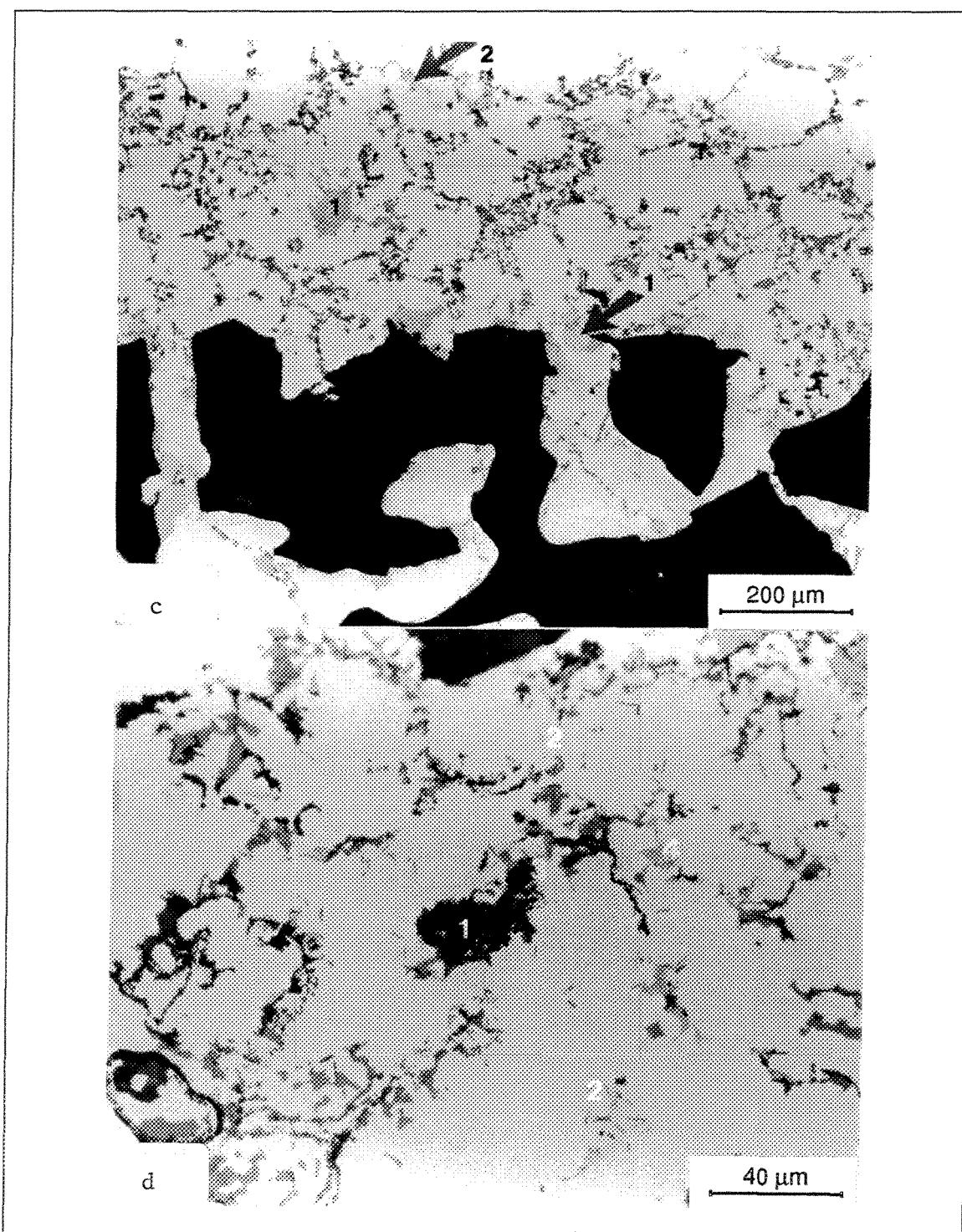


Figure 47 (c) Plaquettes ségrégées primaires; (d) scories (1), $\text{Al}_4\text{C}_3 < 3 \mu\text{m}$ (2), $\text{Al}_4\text{C}_3 > 3 \mu\text{m}$ (3), oxydes dispersés (4)

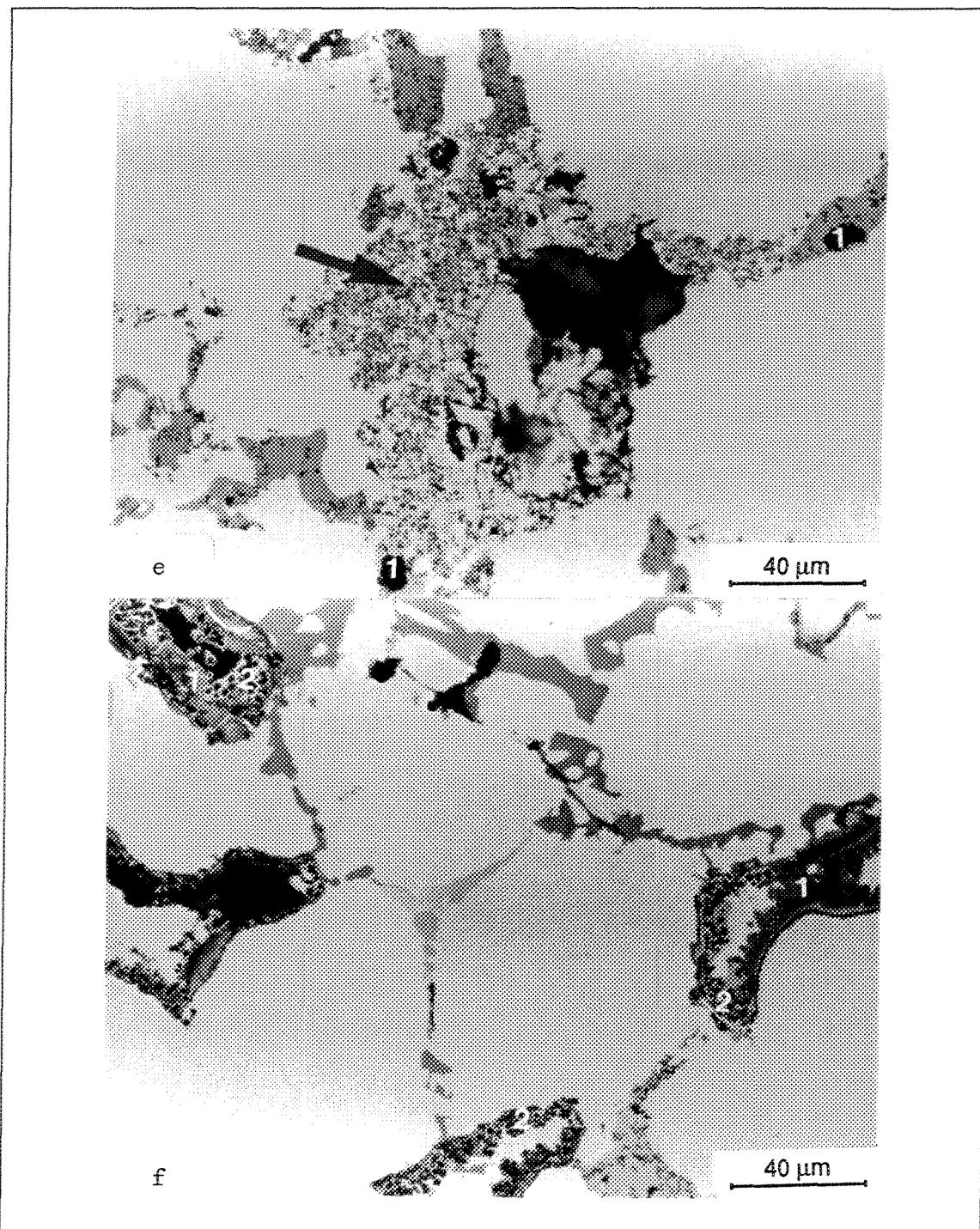


Figure 47 (e) Oxydes dispersés (flèche), chlorure ionique (1) - 3^{ème} essai, lot 5; (f) deux types de MgO, particules dispersées (1) et cuboïdes (2) - premier essai, lot 6.

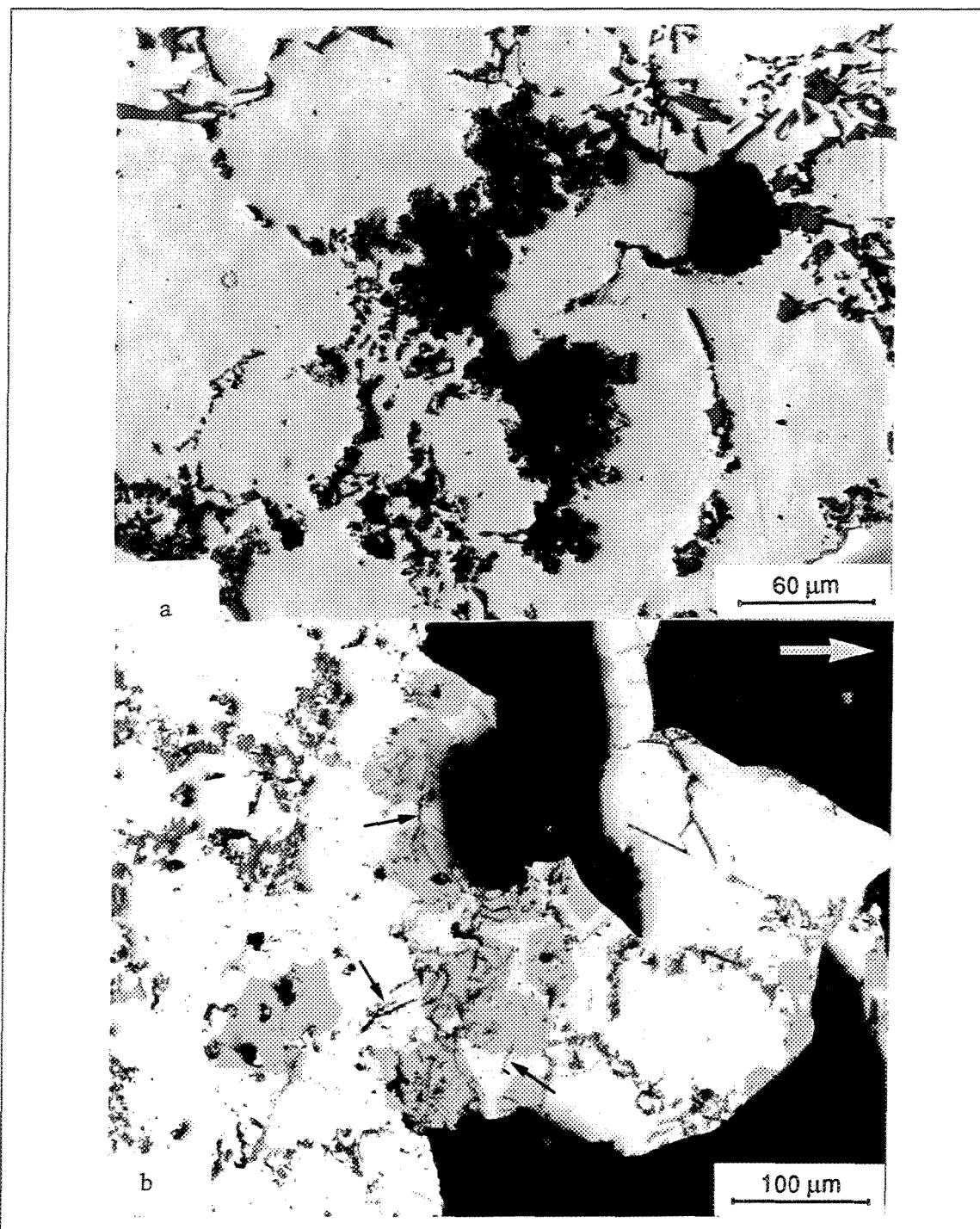


Figure 48 Inclusions introduites durant l'essai: (a) Scories - 4^{ième} essai, lot 2 (flèche - direction de la filtration); (b) films d'oxides et plaquettes ségrégées.

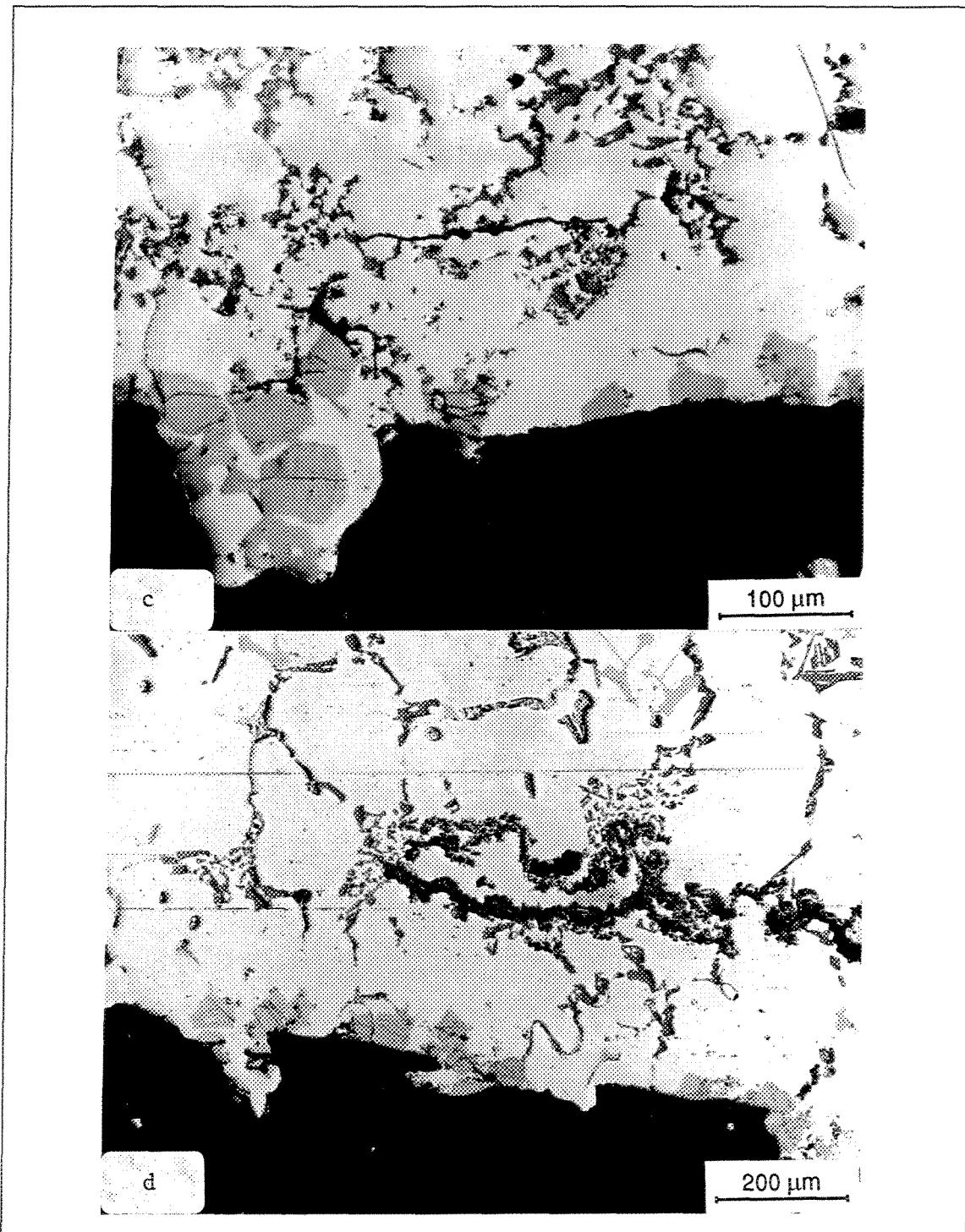


Figure 48 (c) Films d'oxydes épais en quantité modérée - 4^{ième} essai, lot 3;
(d) films d'oxydes ségrégés - 3^{ième} essai, lot 6.

pour remplir la louche. Sur la figure 48(b), on peut voir un exemple de faible concentration de films d'oxydes minces ou épais (2ième essai, lot 2). La figure 48(c) montre un exemple de concentration modérée de films d'oxydes Al_2O_3 épais issue du quatrième essai du lot 3. Une concentration élevée de films épais et ségrégés peut être observée sur la figure 48(d). Cette photographie a été prise loin de l'interface métal/filtre et provient du troisième essai du lot 6.

4.2.5 Rôle des plaquettes ségrégées (Sludge)

La figure 49(a) présente la microstructure obtenue dans une région près de la partie supérieure d'un échantillon PoDFA. À cet endroit, il n'y a pas d'inclusions. Plus bas, à mi-chemin entre cette région de l'échantillon et la surface du filtre (figure 49(b)), on remarque la présence de plusieurs plaquettes ségrégées du composé $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_6$ (Sludge). Ces plaquettes ségrégées semblent "attraper" ou être enveloppées par les inclusions pendant la sédimentation. La présence de fines particules sur la surface des plaquettes ségrégées semble prouver cette théorie.

Gobrecht⁴⁴ a défini un facteur permettant de définir la possibilité de précipitation du composé $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_6$. Lorsque le facteur est $\geq 1,8$, la possibilité de précipitation est élevée si la température du métal liquide est de 60-80 °C au-dessus du point de fusion, dépendamment de la quantité de fer⁴⁵. Ce facteur est exprimé comme suit:

$$\text{Facteur de plaquettes ségrégées} = x\% \text{ Fe} + 2x\% \text{ Mn} + 3x\% \text{ Cr}$$

Dans ce cas-ci, le facteur de plaquettes ségrégées est de 1,8, ce qui explique la présence de ce composé sur la micrographie (figure 47(c)). L'écoulement du métal liquide provoqué par la pression à l'intérieur de la cloche de l'appareil ammène les plaquettes ségrégées de densités élevées à la surface du filtre poreux où elles se fixent (figure 50(a)). (Les plaquettes ségrégées n'affectent pas la fluidité comme on a pu le constater à la figure 39(a)). La figure 50(b) montre les inclusions juste sous la surface du filtre. La micrographie à grande échelle de la figure 50(c) montre des plaquettes ségrégées accrochées à la surface des pores. De leur apparence, on peut supposer qu'elles ont été soit brisées durant leur passage dans les pores du filtre (voir la flèche blanche pointant les fissures) ou bien qu'elle se sont formées sur place avec la surface d'un pore comme site de nucléation (voir la zone encerclée).

La figure 51(a) montre la microstructure à l'intérieur de l'échantillon prélevé du second essai du lot 4 qui a donné la plus grande quantité de métal filtré. Même si la section contient une grande quantité d'inclusions, celles-ci ne sont pas en contact direct avec la surface du filtre i.e. qu'elles flottaient dans le métal liquide. Apparemment, la quantité d'inclusions n'était pas assez grande pour bloquer le filtre et reduire l'écoulement du métal liquide au travers de celui-ci (figure 51(b)).

On constate que le filtre est bloqué par l'agglomération des plaquettes

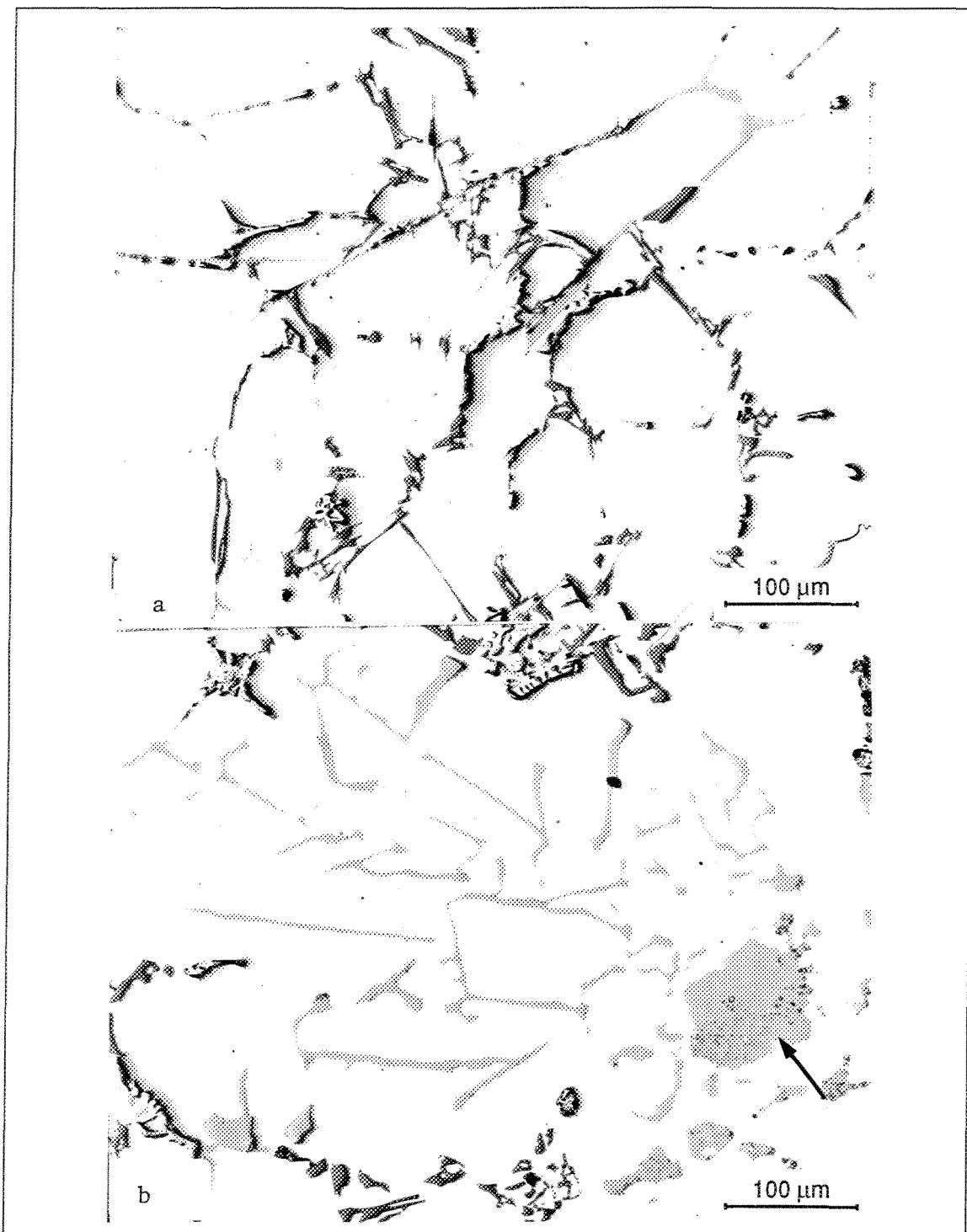


Figure 49 (a) Partie supérieure d'un échantillon PoDFA (métal propre); (b) précipitation des plaquettes ségrégées (avec des inclusions).

ségrégées (même à faible concentration) avec d'autres inclusions qui s'accumulent à la surface du filtre. La figure 52 présente deux exemples obtenus à partir du quatrième essai du lot 4 (figure 52(a)) et du premier essai du lot 7 (figure 52(b)). Dans les deux cas on peut remarquer une forte concentration de plaquettes ségrégées enveloppées par des inclusions même si la matrice est relativement propre. Cette observation apporte du soutien à la théorie selon laquelle les plaquettes ségrégées "attrapent" les plus petites inclusions au passage.

Un agrandissement de la micrographie présentée à la figure 52(a) est reproduit sur la figure 53(a) où on peut voir l'agglomération des plaquettes ségrégées avec des inclusions diverses. Cet amas d'inclusions empêche partiellement l'écoulement du métal liquide au travers des pores (voir les flèches, figure 53(b)), ce qui mène à une infiltration limitée du métal liquide(figure 53(c)).

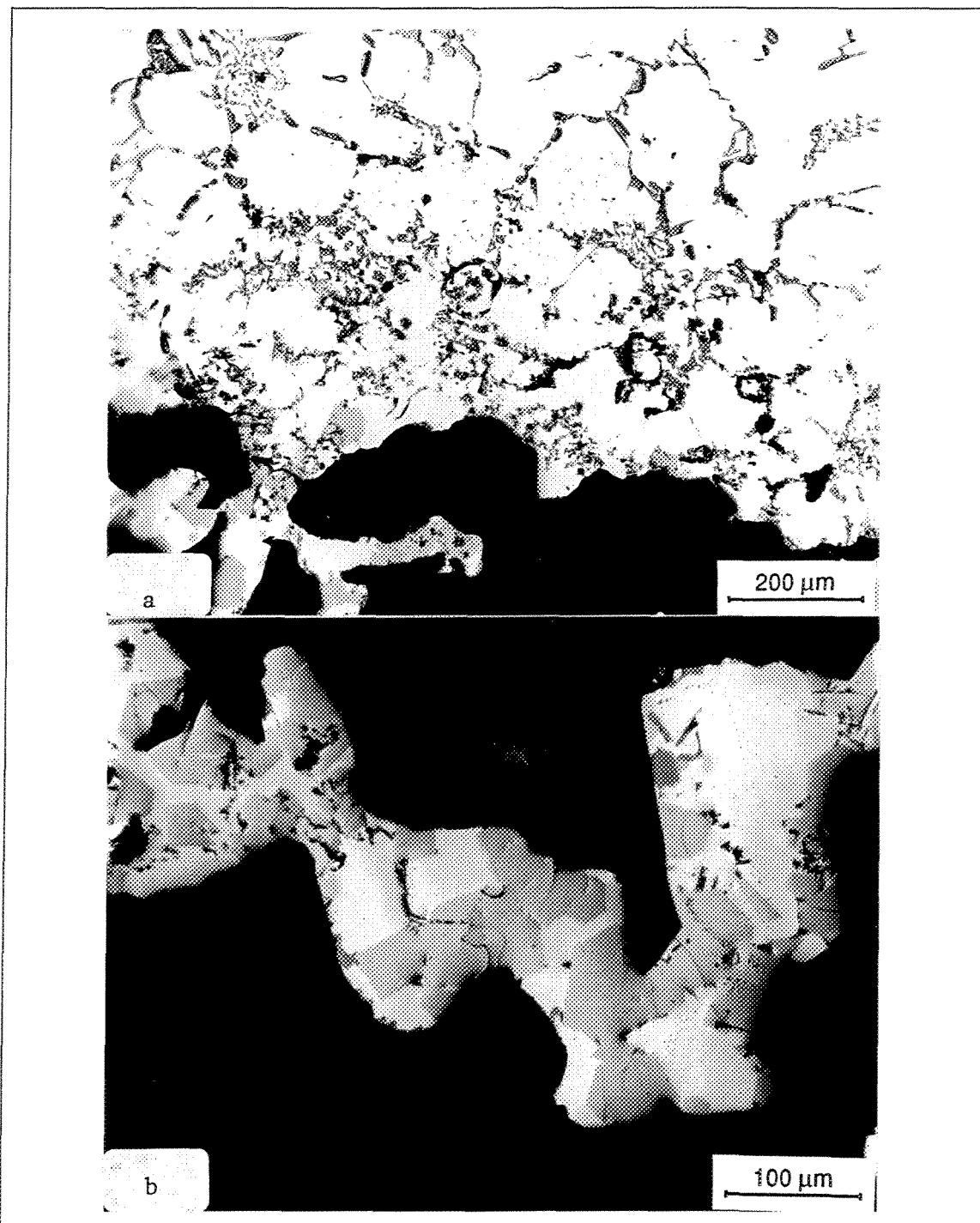


Figure 50 Inclusions et plaquettes ségrégées - deuxième essai, lot 3: (a) inclusions dans la partie métallique; (b) écoulement des plaquettes ségrégées dans le métal.

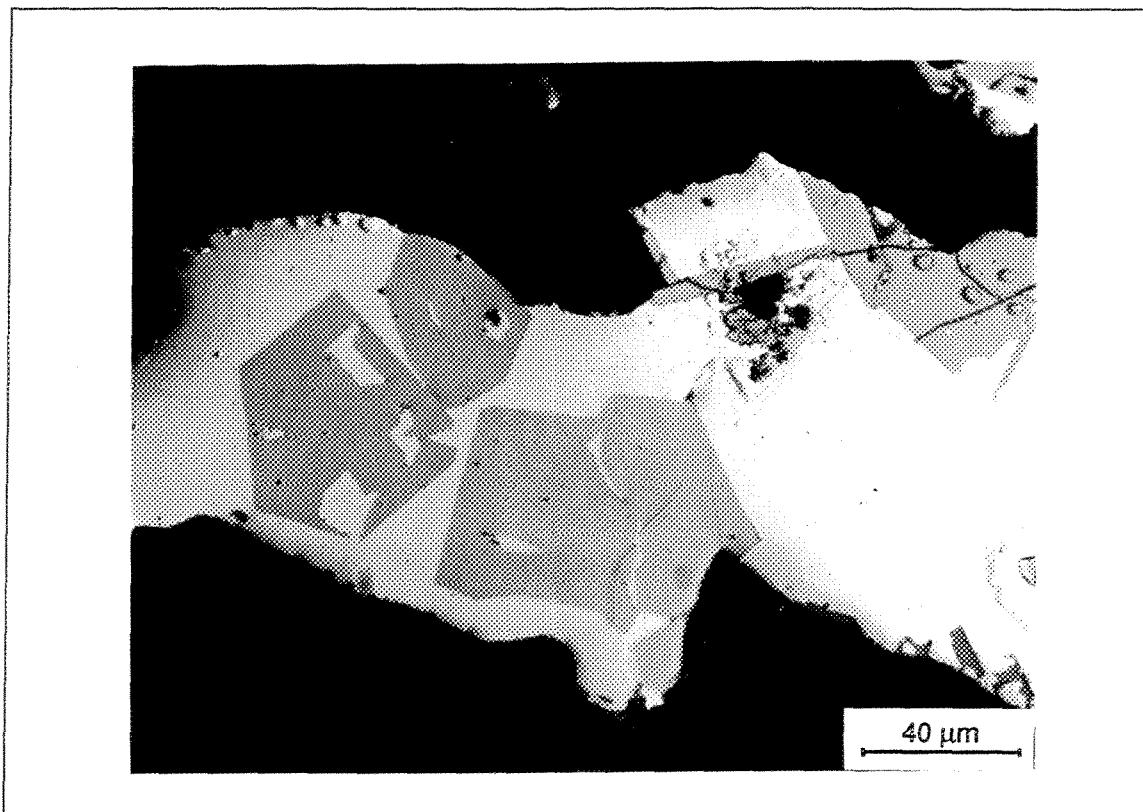


Figure 50 (c) Fracture des plaquettes ségrégées en petits fragments (pointés par les flèches).

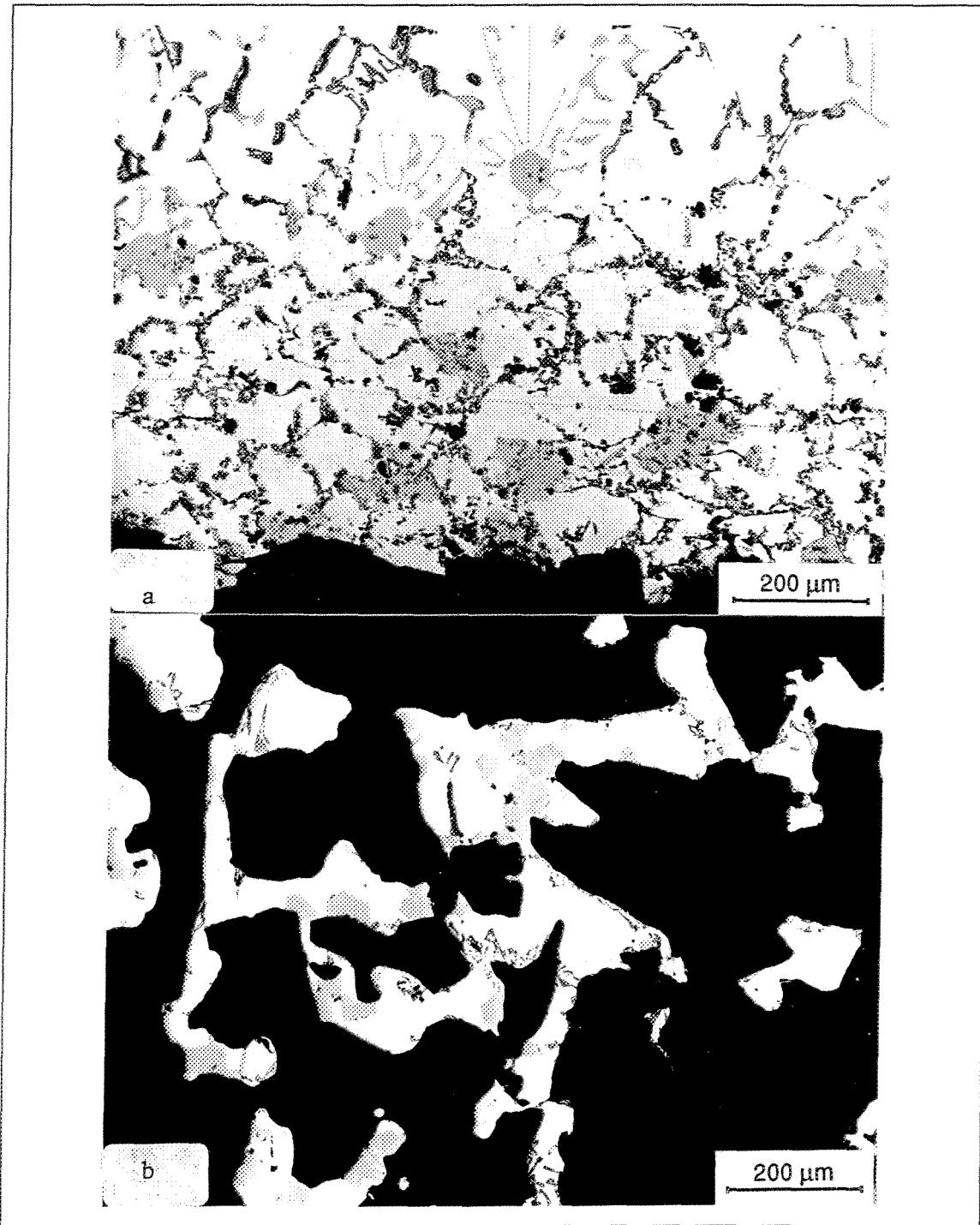


Figure 51 Inclusions et plaquettes ségrégées - 2^{ième} essai, lot 4: (a) inclusions et plaquettes ségrégées au-dessus du filtre; (b) partie basse du filtre.

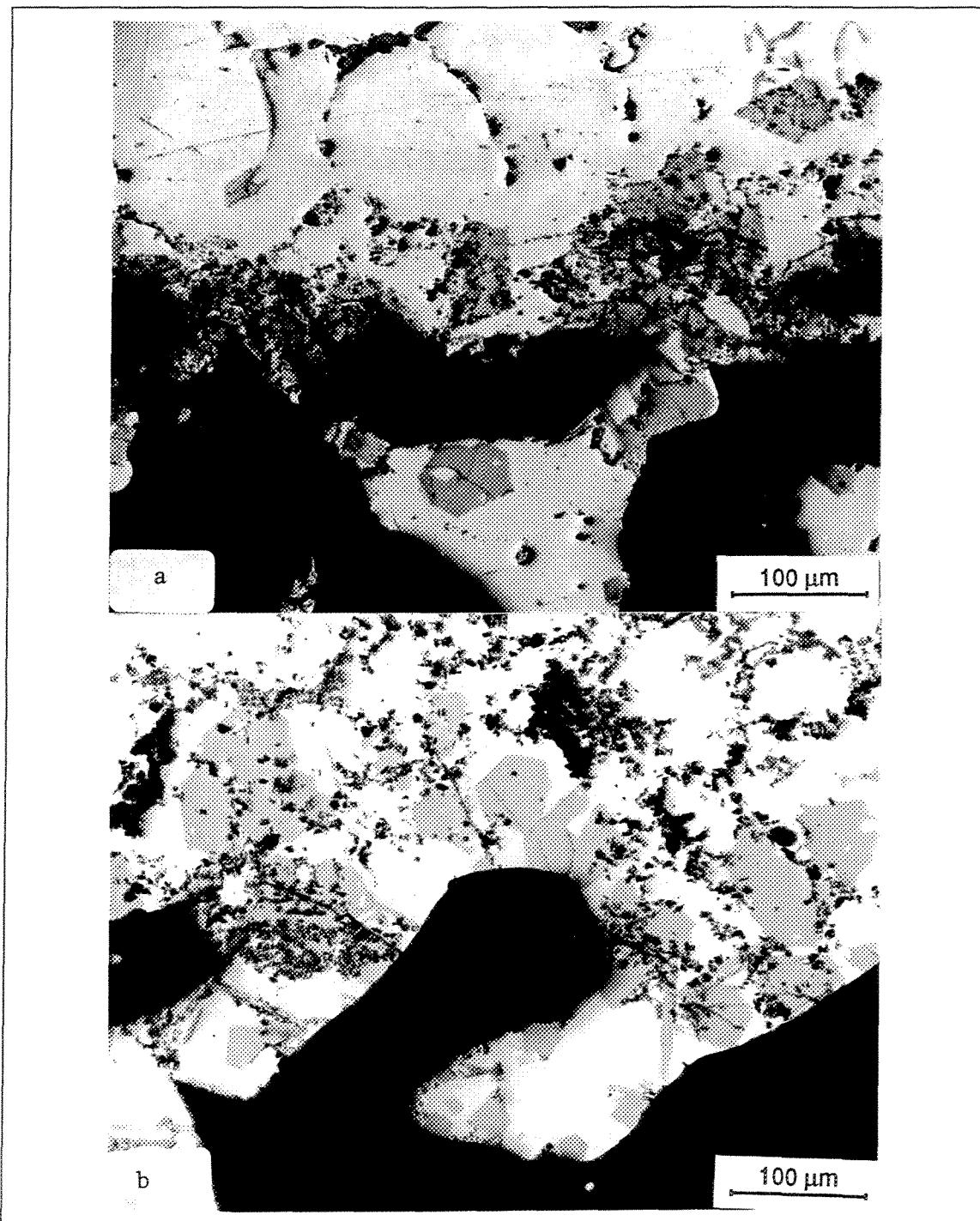


Figure 52 Deux exemples d'agglomération à la surface du filtre: (a) quatrième essai, lot 4; (b) premier essai, lot 7, immédiatement après le dégazage.

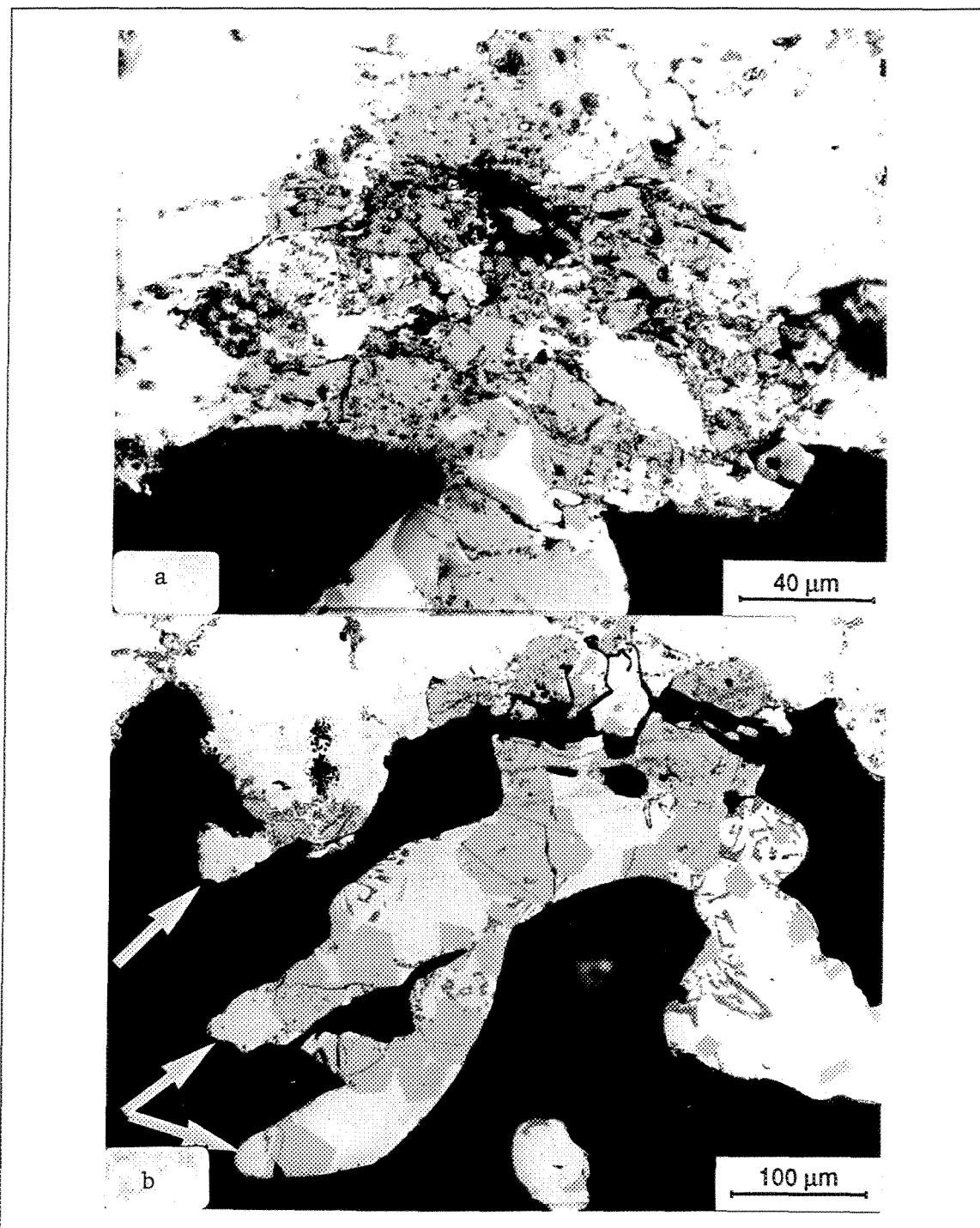


Figure 53 Microstructure du quatrième essai, lot 4: (a) micrographie à grande échelle montrant les détails de l'agglomération; (b) blocage du métal liquide sous la surface du filtre.

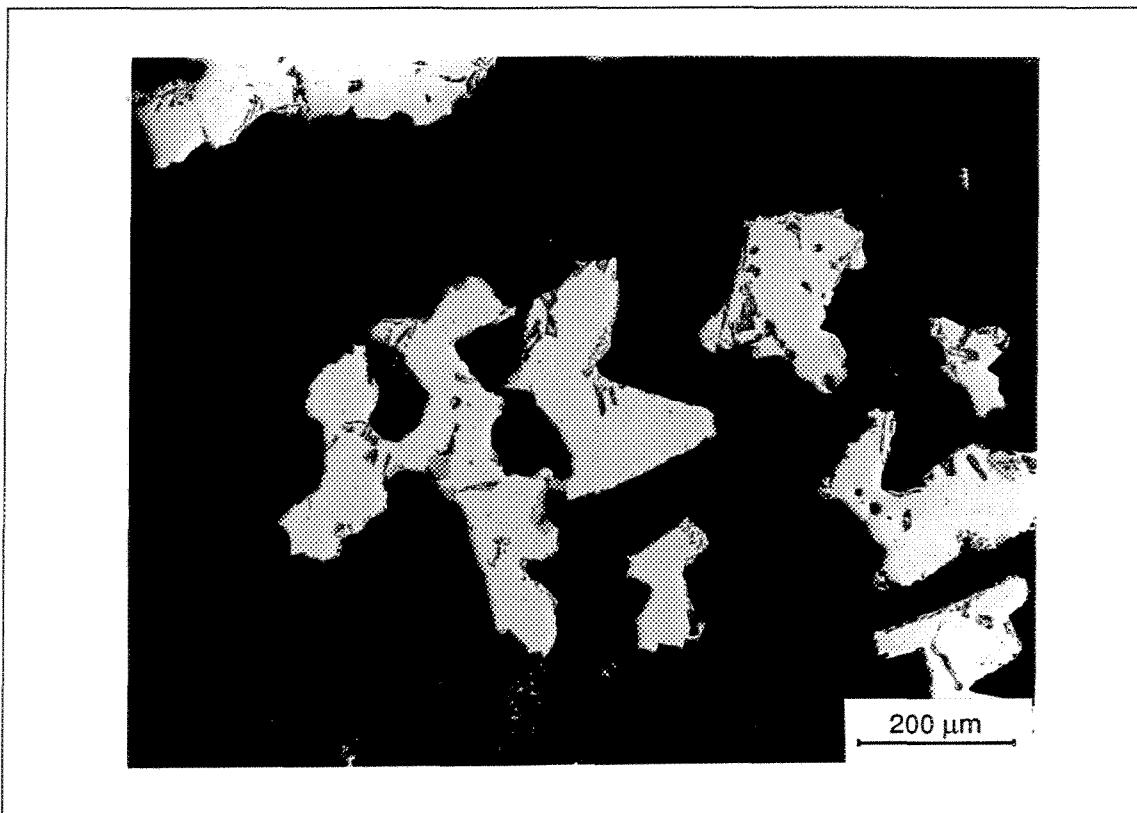


Figure 53 (c) Portion inférieure du filtre montrant l'infiltration complète du métal liquide (notez l'absence de plaquettes ségrégées).

CHAPITRE 5

TRANSFORMATION DES PHASES PENDANT LA SOLIDIFICATION DANS UN MOULE CONVENTIONNEL

CHAPITRE 5

TRANSFORMATION DES PHASES PENDANT LA SOLIDIFICATION DANS UN MOULE CONVENTIONNEL

5.1 INTRODUCTION

Les propriétés mécaniques de l'alliage 319 sont déterminées principalement par les différents éléments microstructuraux qui composent sa structure soit la taille des grains, l'espace inter-dendritique, les dimensions, la forme et la distribution de la phase eutectique de silicium, la morphologie et la quantité des phases de fer et de cuivre^{33,46-50}.

Les techniques conventionnelles d'analyse thermique utilisent les changements de température pendant le refroidissement d'un échantillon pour étudier la transformation des phases à l'intérieur du métal. La microstructure qui s'est développée pendant l'intervalle de solidification des phases est dépendante non seulement du processus de nucléation et de la modification potentielle du métal, mais aussi du gradient thermique imposé par le moule pendant la solidification. Ainsi, certains paramètres de la microstructure peuvent être estimés par la courbe de refroidissement obtenue lors de l'analyse thermique²².

5.2 RÉSULTATS ET DISCUSSION

5.2.1 Analyse thermique

La séquence de solidification de l'alliage 319 (contenant 0,1 % Mg) qui fut établie par Backerud et al.²² est présentée au tableau 5. La figure 54 montre une courbe de refroidissement typique où sont identifiés les différents paramètres utiles à l'analyse thermique. Les différentes courbes de refroidissement et les dérivées correspondantes qui ont été obtenues avec un moule en graphite sont illustrées sur les figures 55(a) à 55(d) pour l'alliage de base, l'alliage de base contenant $\approx 0,5$ % poids Mg, l'alliage de base modifié avec 250 ppm Sr et l'alliage de base modifié avec 250 ppm Sr et contenant $\approx 0,5$ % poids Mg.

Pour le moule en graphite, la solidification débute à 610 °C. Dans quelques cas, dépendamment de la température initiale du moule, la température du début de la solidification peut être plus basse de quelques degrés. Par contre, aussitôt que la température du creuset augmente pendant la coulée du métal liquide, cet effet disparaît. Une analyse thermique effectuée dans des conditions d'équilibre (creuset de 2 kg, solidification sur une période de 2 heures) permet de vérifier cette observation. Dans ce cas particulier, le début de la solidification a lieu à ≈ 610 °C⁵¹.

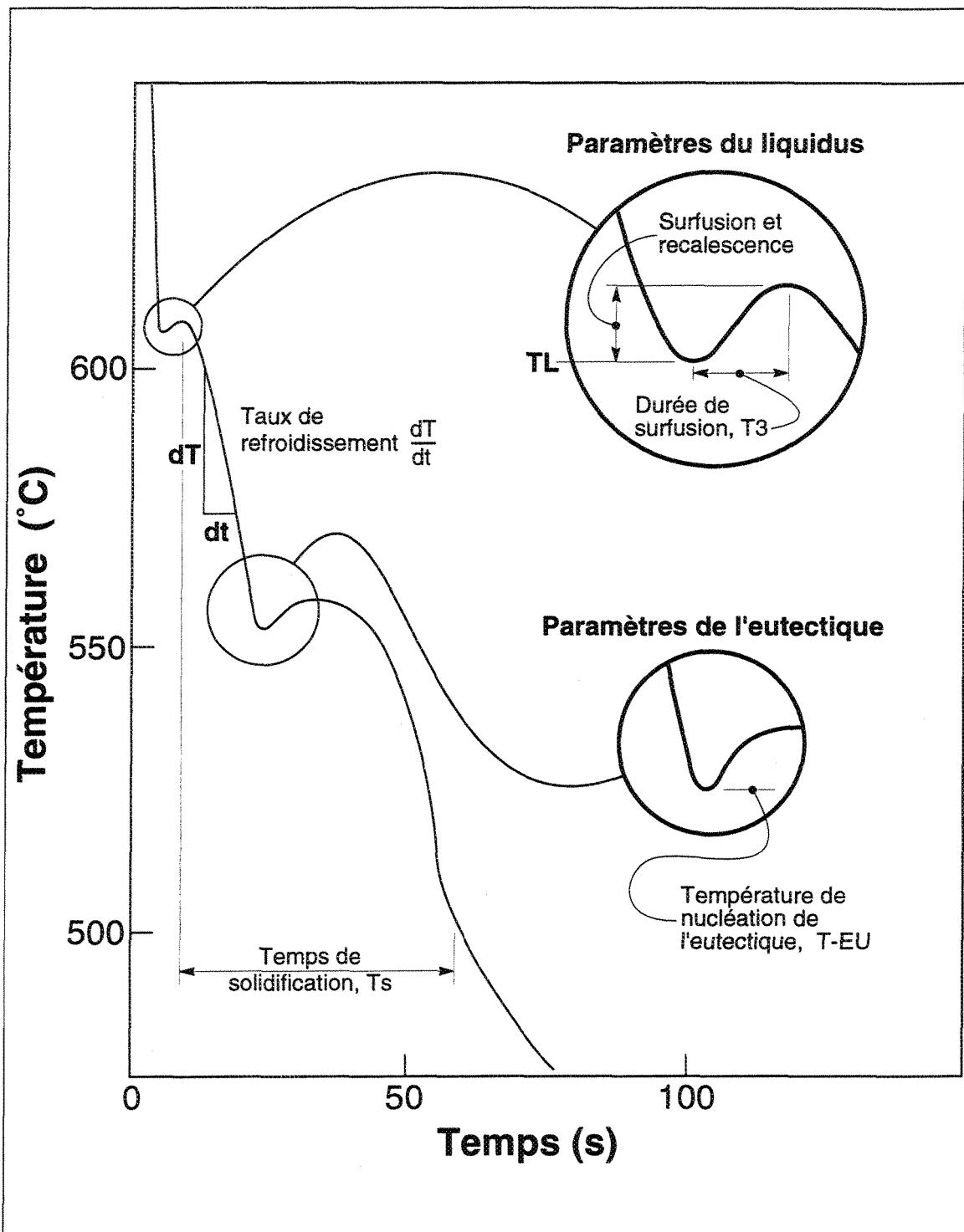


Figure 54 Courbe de refroidissement caractéristique illustrant les principaux paramètres utiles à l'analyse thermique.

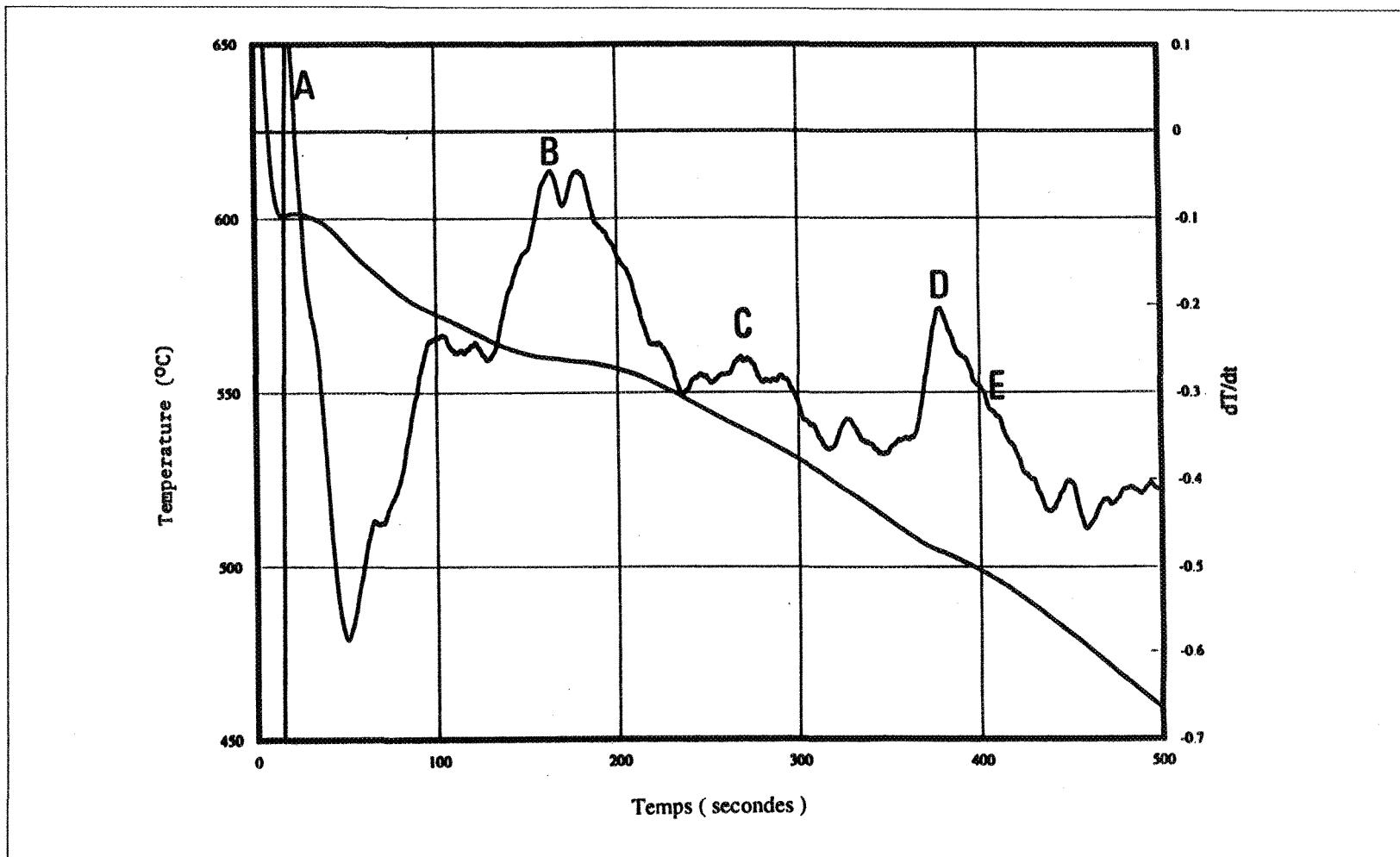


Figure 55 (a) Courbe de refroidissement température-temps obtenue à l'aide d'un moule en graphite pour l'alliage de base (alliage A).

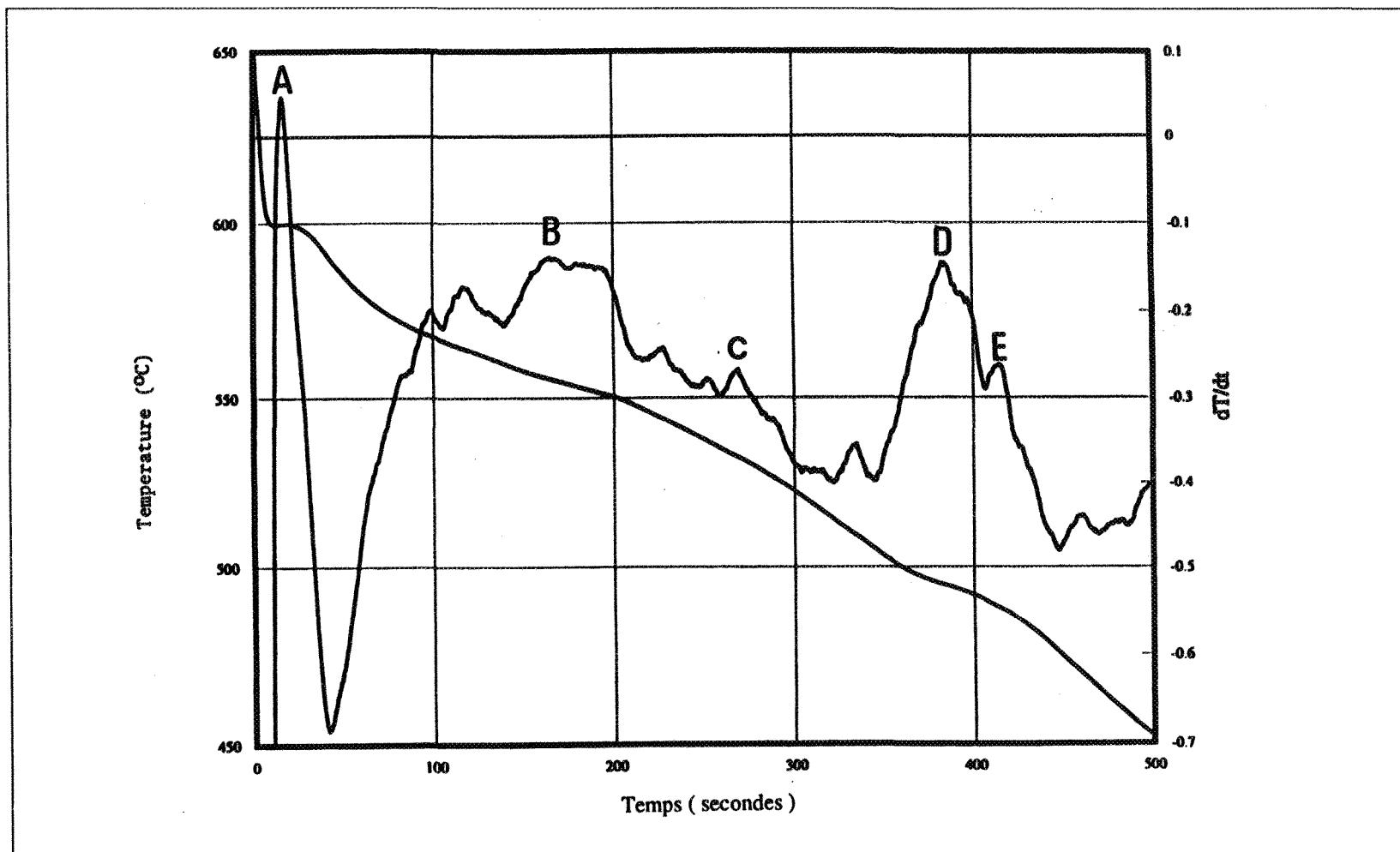


Figure 55 (b) Courbe de refroidissement température-temps obtenue à l'aide d'un moule en graphite pour l'alliage de base contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg.

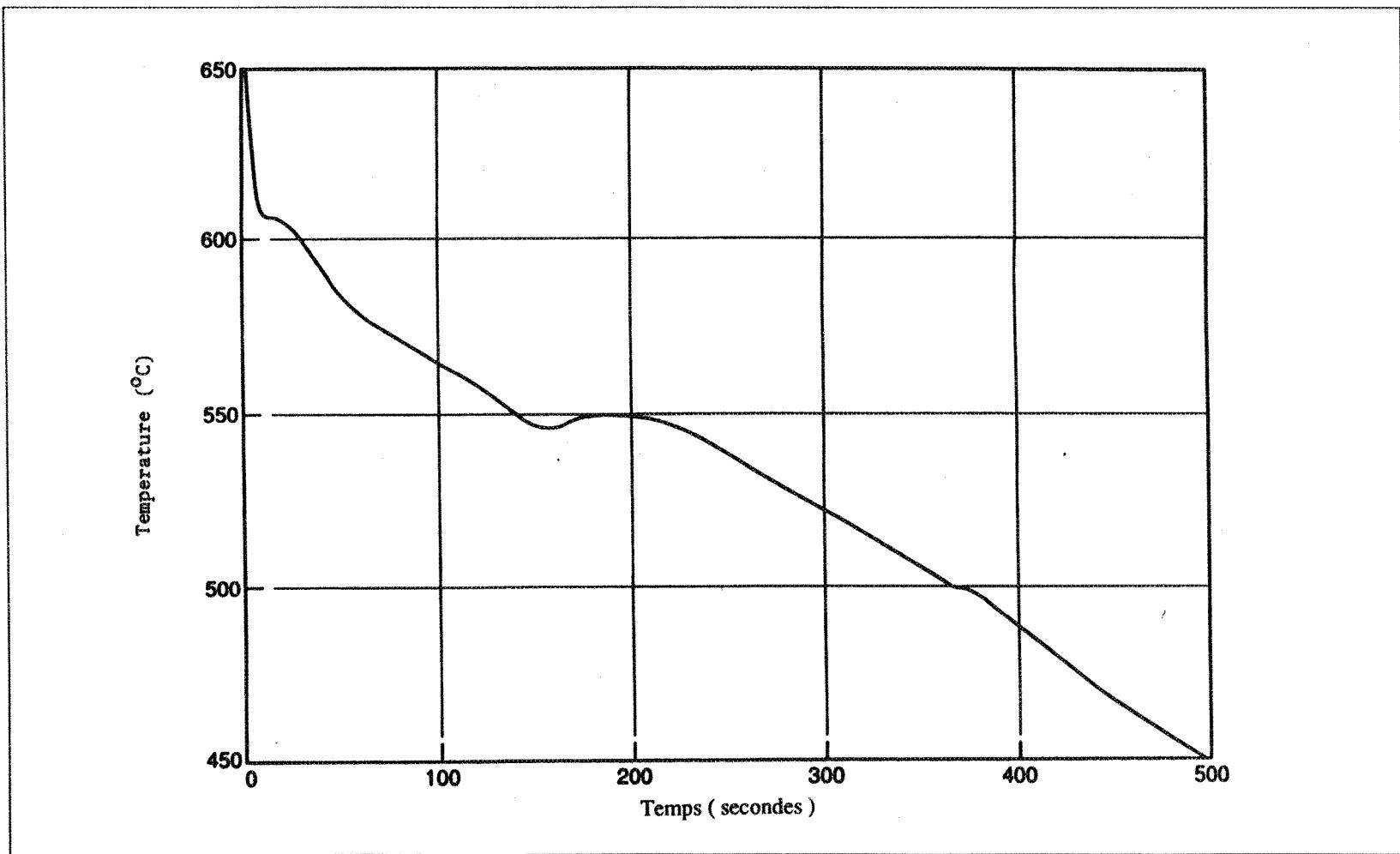


Figure 55 (c) Courbe de refroidissement température-temps obtenue à l'aide d'un moule en graphite pour l'alliage contenant 0,025 % poids Sr.

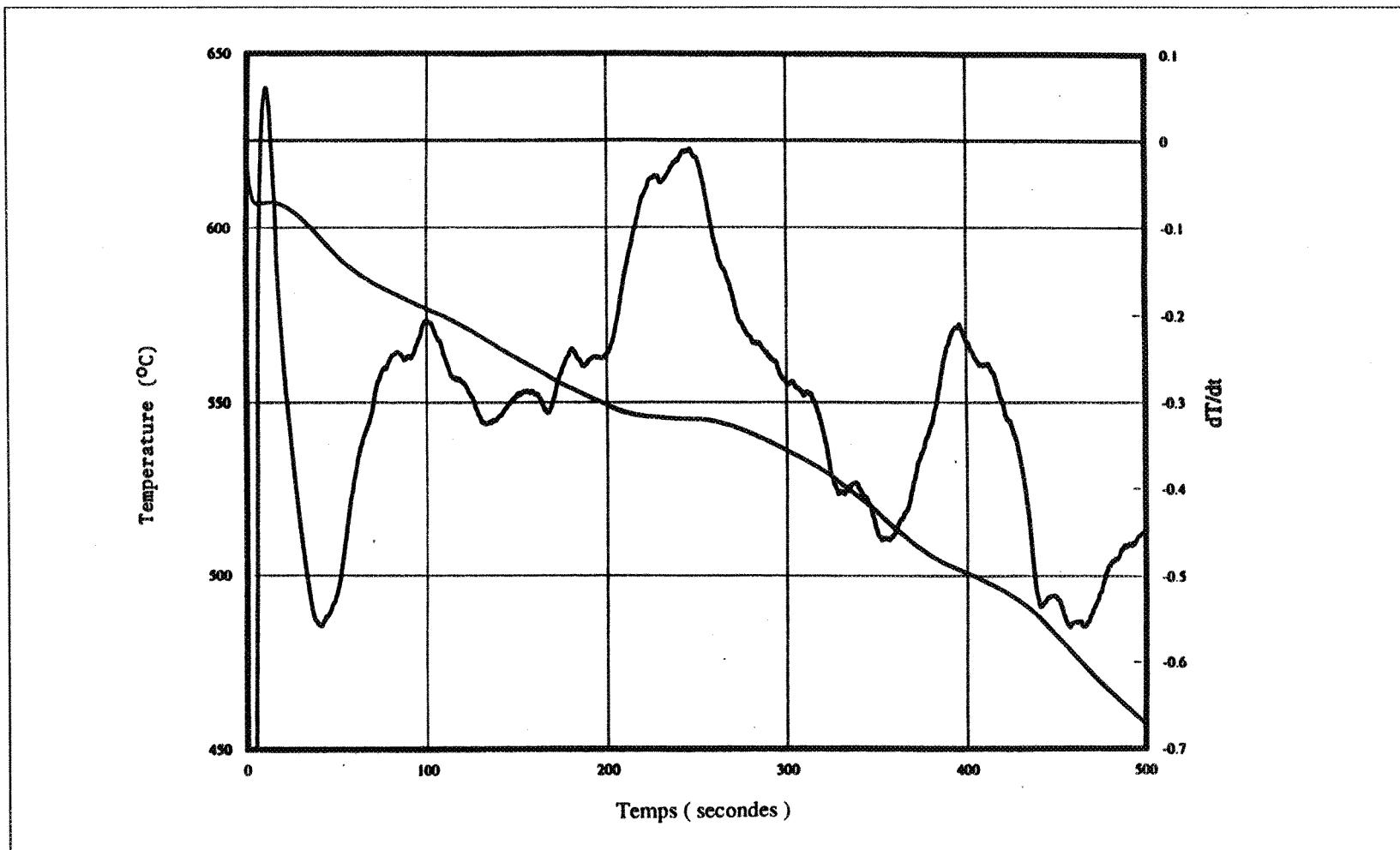


Figure 55 (d) Courbe de refroidissement obtenue à l'aide d'un moule en graphite pour l'alliage de base contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg et $0,0025\%$ poids Sr.

L'augmentation du contenu en Mg jusqu'à $\approx 0,5$ % poids Mg ou la modification du métal à l'aide du strontium mène à une diminution significative de la température de formation de la phase eutectique de silicium ($\approx 1,5$ °C / 0,1 % poids Mg et $\approx 0,035$ °C / 0,0001 % poids Sr, voir tableau 8). La combinaison Mg - Sr donne la plus basse température de solidification de l'eutectique (545,4 °C vs. 560,7 °C pour l'alliage de base). L'addition de Mg contribue à la précipitation de la phase $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ à 554 °C⁵¹ et à la séparation en deux sommets distincts de l'intervalle de température relié à la formation de la phase de cuivre. Ces deux sommets représentent la précipitation des phases Al_2Cu et $\text{Al}_{15}\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ comme il est possible de le constater sur la courbe dérivée. La modification par addition de Sr ne semble pas influencer la précipitation des différentes phases contenant du cuivre. Les réactions observées sur la figure 55(b) sont énumérées sur le tableau 9. Dans le cas de l'alliage de base contenant $\approx 0,5$ % poids Mg avec et sans strontium (figure 56), la diminution du temps de solidification de 400 secondes (moule en graphite) à 10 secondes (moule métallique) est associée à une diminution prononcée de la température de formation de la phase eutectique de silicium, T_{eu} , par au moins 18 °C. Les résultats sont resumés sur le tableau 8.

Lorsque le taux de refroidissement est bas (moule en graphite, 400 sec., espace inter-dendritique ≈ 70 µm), on remarque la présence des phases $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{Si}_2$ et $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ (marquées sur la figure 57). Les phases de cuivre précipitent en deux formes distinctes i.e. eutectique ou cuboïde, dans les régions

Tableau 8 Variation dans la température du silicium eutectique (T_{eu})

Type d'alliage	T_{eu} (°C)	
	Moule en graphite (400 s)	Moule métallique (10 s)
Alliage de base (alliage A)	560,7	-
Alliage de base + 0,5 % poids Mg	554,6	536,1
Alliage de base + 0,025 % poids Sr	550,0	-
Alliage de base + 0,5 % poids Mg + 0,025 % poids Sr	545,4	523,8

Tableau 9 Réactions observées sur la figure 55(b) pour l'alliage 319.1 de base contenant $\approx 0,5$ % poids Mg.

#	Réaction	Température (°C)
A	formation du réseau dendritique aluminium- α	608,3
B	précipitation du silicium eutectique	557,5
C	précipitation des phases $Al_6Mg_3FeSi_6$ et Mg_2Si	544,3
D	précipitation de la phase Al_2Cu	505,0
E	précipitation de la phase $Al_5Mg_8Cu_2Si_6$	496,6

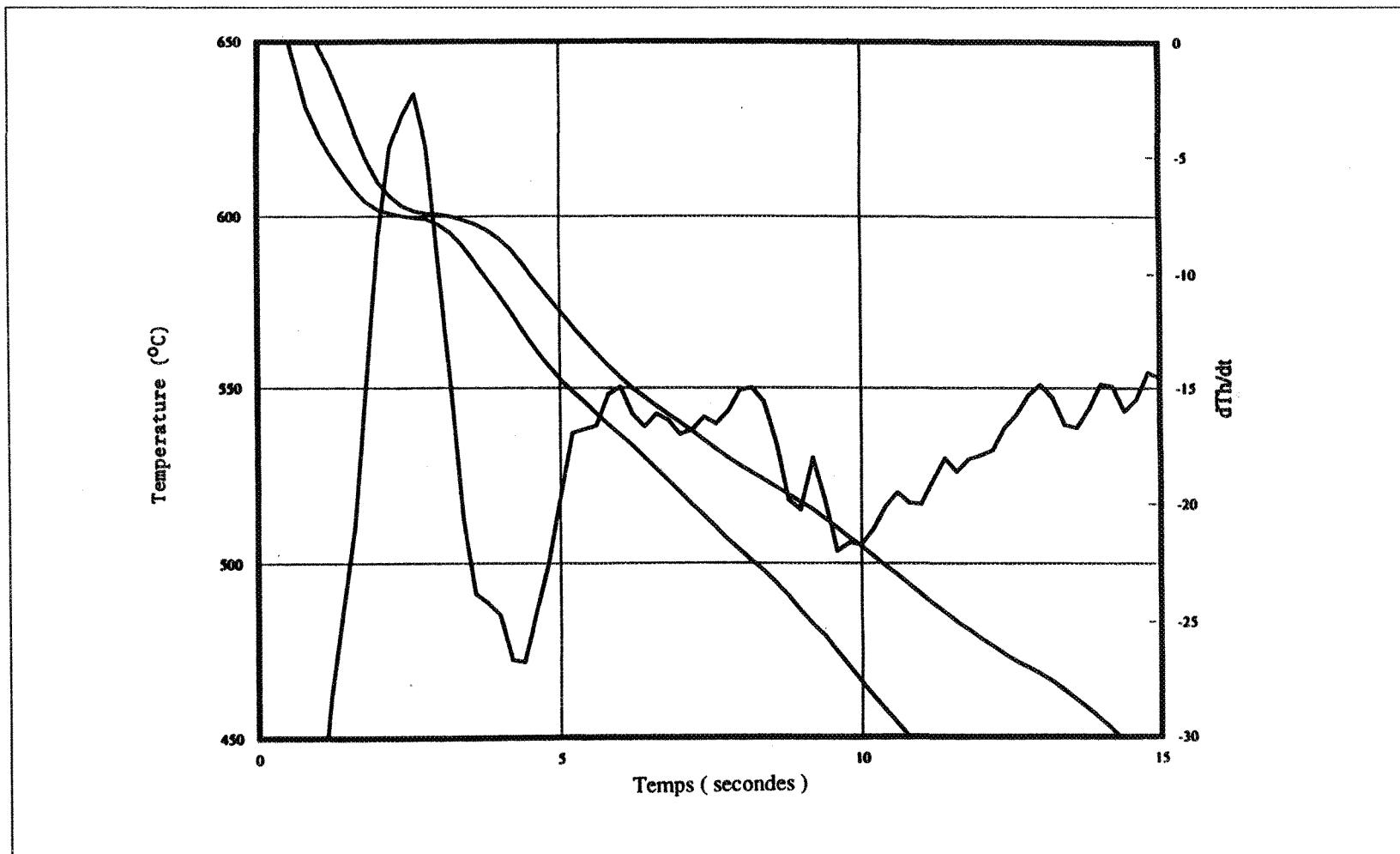


Figure 56 (a) Courbe de solidification température-temps obtenue à l'aide d'un moule métallique refroidi à l'eau pour l'alliage de base (alliage A) contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg.

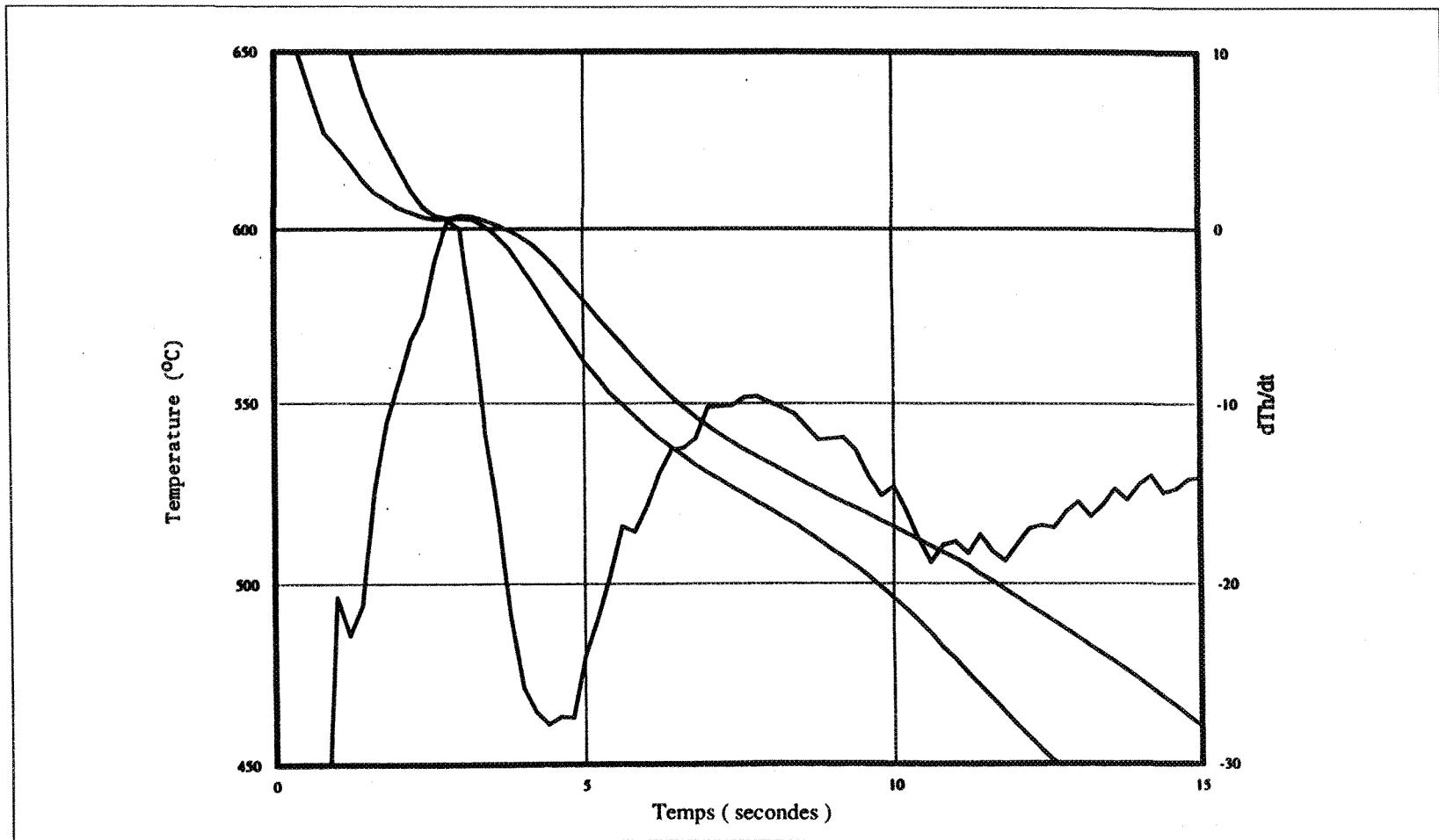


Figure 56 (b) Courbe de refroidissement température-temps obtenue à l'aide d'un moule métallique refroidi à l'eau pour l'alliage de base contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg et $0,025\%$ poids Sr.

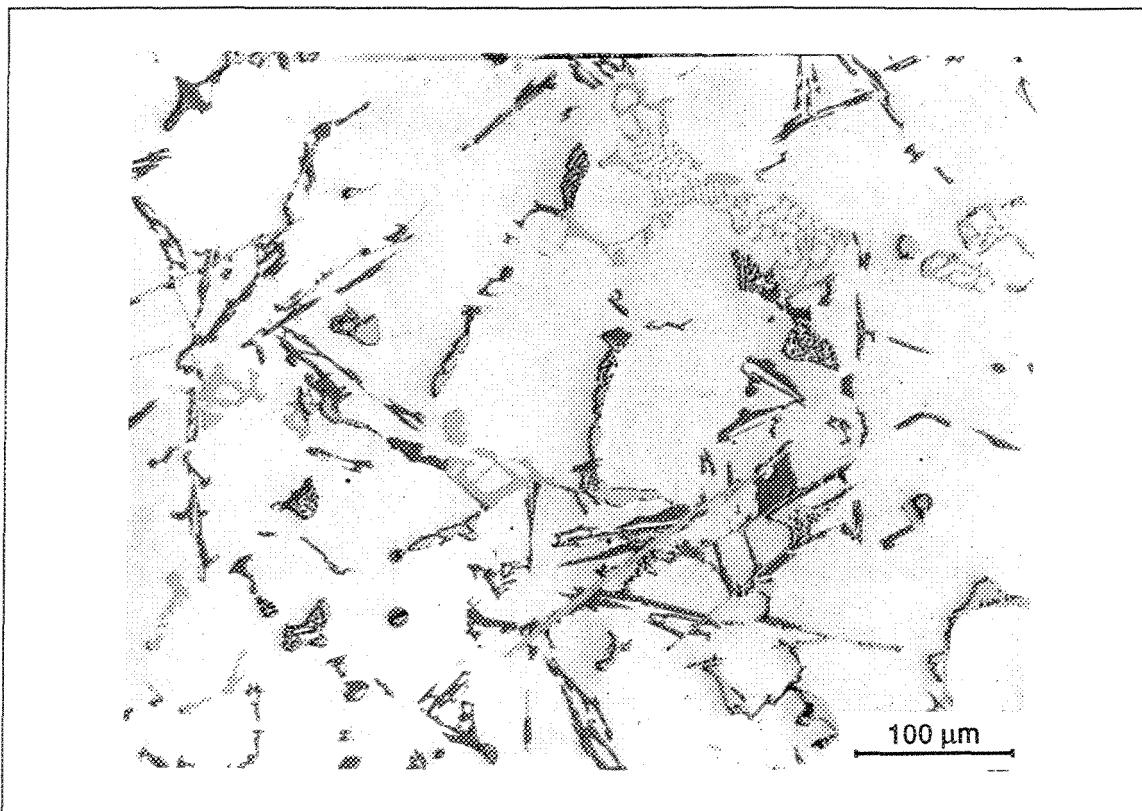


Figure 57 Microstructure de l'alliage de base solidifié dans le moule en graphite.

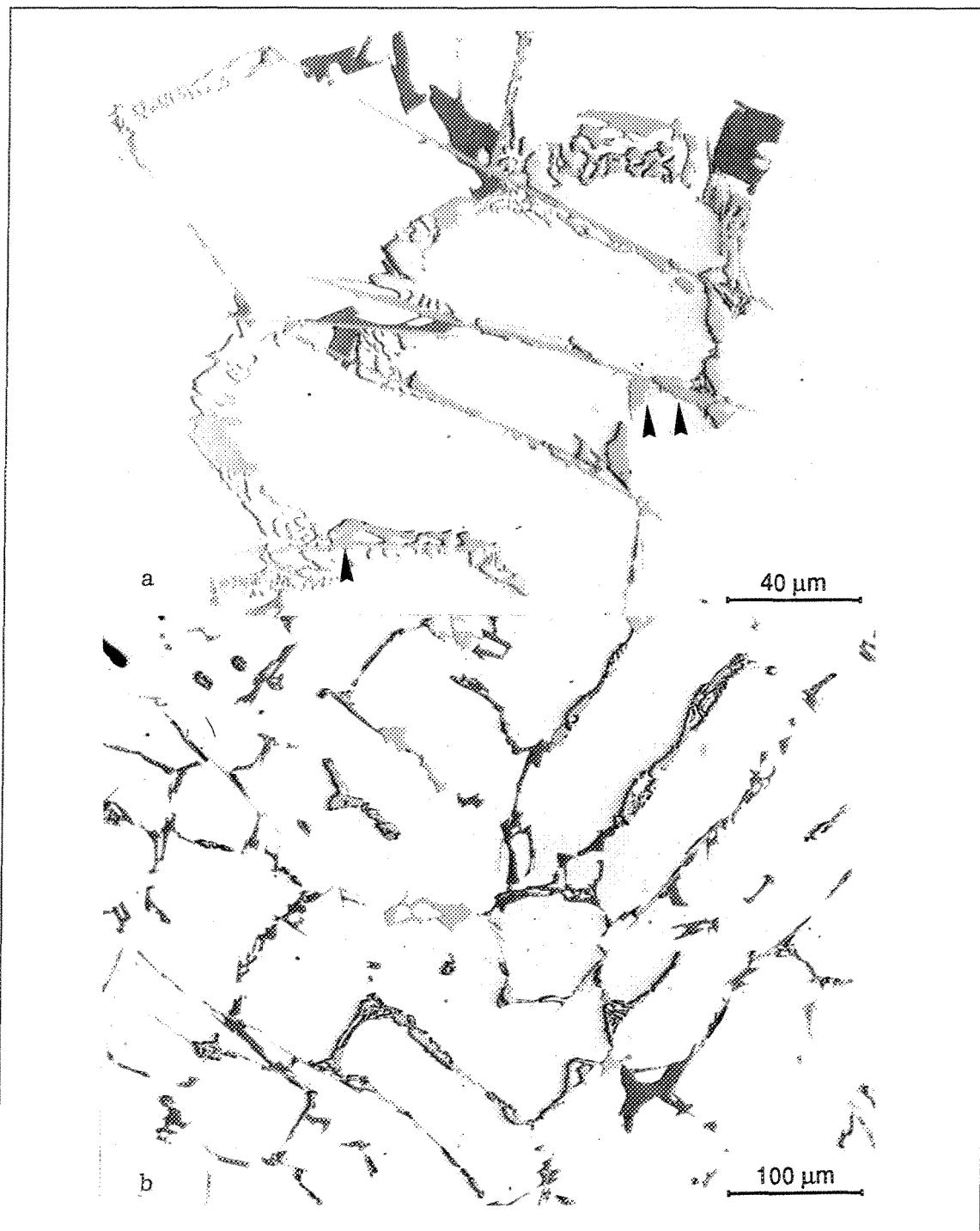


Figure 58 (a) Différentes phases contenant du cuivre (b) ségrégation des phases de cuivre dans les zones sans silicium.(alliage A contenant ≈ 0,5 % poids Mg, moule en graphite)

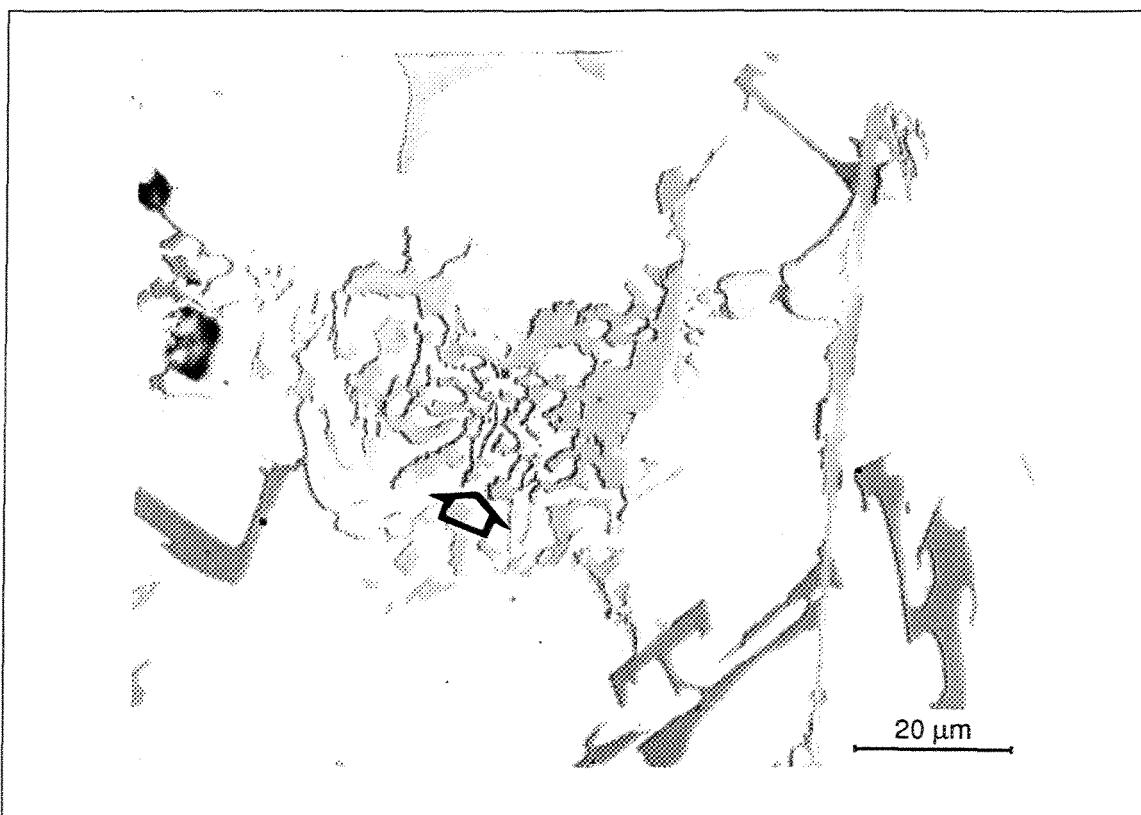


Figure 58 (c) Morphologie de ce qu'on croit être la phase $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ (alliage A contenant $\approx 0,5 \%$ poids Mg, moule en graphite).

inter-dendritiques mélangées avec les particules d'eutectique de silicium non modifiées. L'addition de Mg contribue à l'augmentation de la fraction volumique occupée par les phases de cuivre et à la transformation partielle de la phase Al_5FeSi en phase $\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$ comme on peut le constater sur la figure 58(a). Sur la figure 58(b) on peut voir la ségrégation de la phase de cuivre sur les dendrites. La micrographie à plus grande échelle présentée à la figure 58(c), montre ce qu'on croit être la phase $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Cu}_2\text{Si}_6$ étant donnée la forme grossièrement étoilée semblant croître à partir des particules cuboïdes de la phase Al_2Cu durant la réaction eutectique complexe ayant lieu à la toute fin de la solidification (réactions #4 et #5 dans le tableau 4). Comme prévu, la modification au strontium favorise la dissolution de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}^{52}$ (figure 59(a)) et la ségrégation des particules de la phase Al_2Cu dans les zones où ont retrouvé peu de silicium (figure 59(b)). Ainsi, en comparaison avec l'alliage de base, l'effet combiné du magnésium et du strontium se remarque principalement par la ségrégation de la phase Al_2Cu et par l'accroissement de la fraction volumique occupée par les phases contenant du cuivre (voir figures 60(a) et 60(b) respectivement). La différence de contraste entre la phase Al_2Cu et la phase de silicium empêche malheureusement une étude plus approfondie de ce phénomène à l'aide d'un analyseur d'images.

Une solidification plus rapide (obtenue à l'aide d'un moule métallique refroidi à l'eau) affine la microstructure considérablement sans toutefois influencer le processus de solidification de manière significative (figure 61(a) à 61(d)).

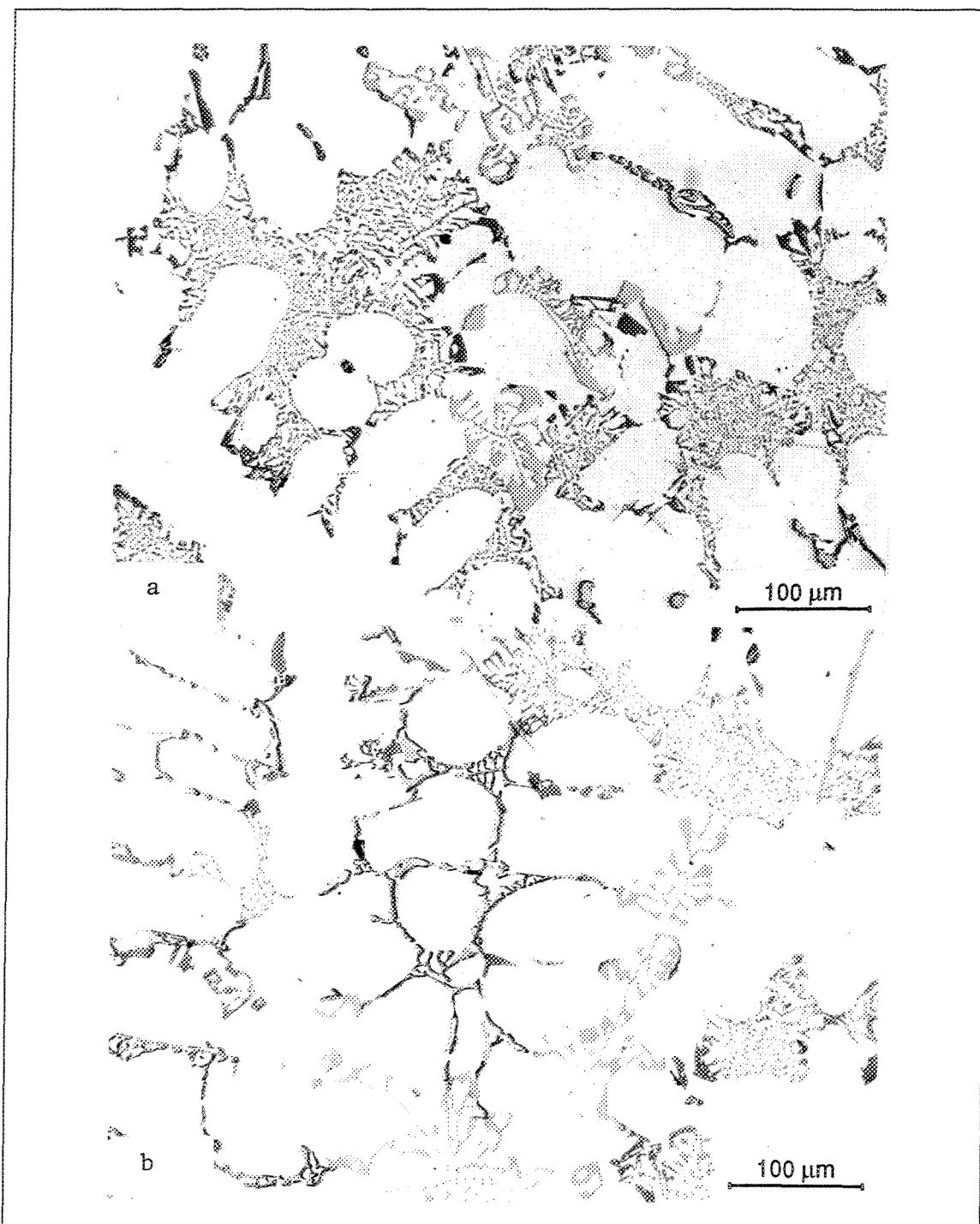


Figure 59 (a) Morphologie de la phase de silicium (b) ségrégation de la phase de cuivre dans les zones sans eutectique de silicium.
(alliage de base avec 0,025 % poids Sr, moule en graphite).

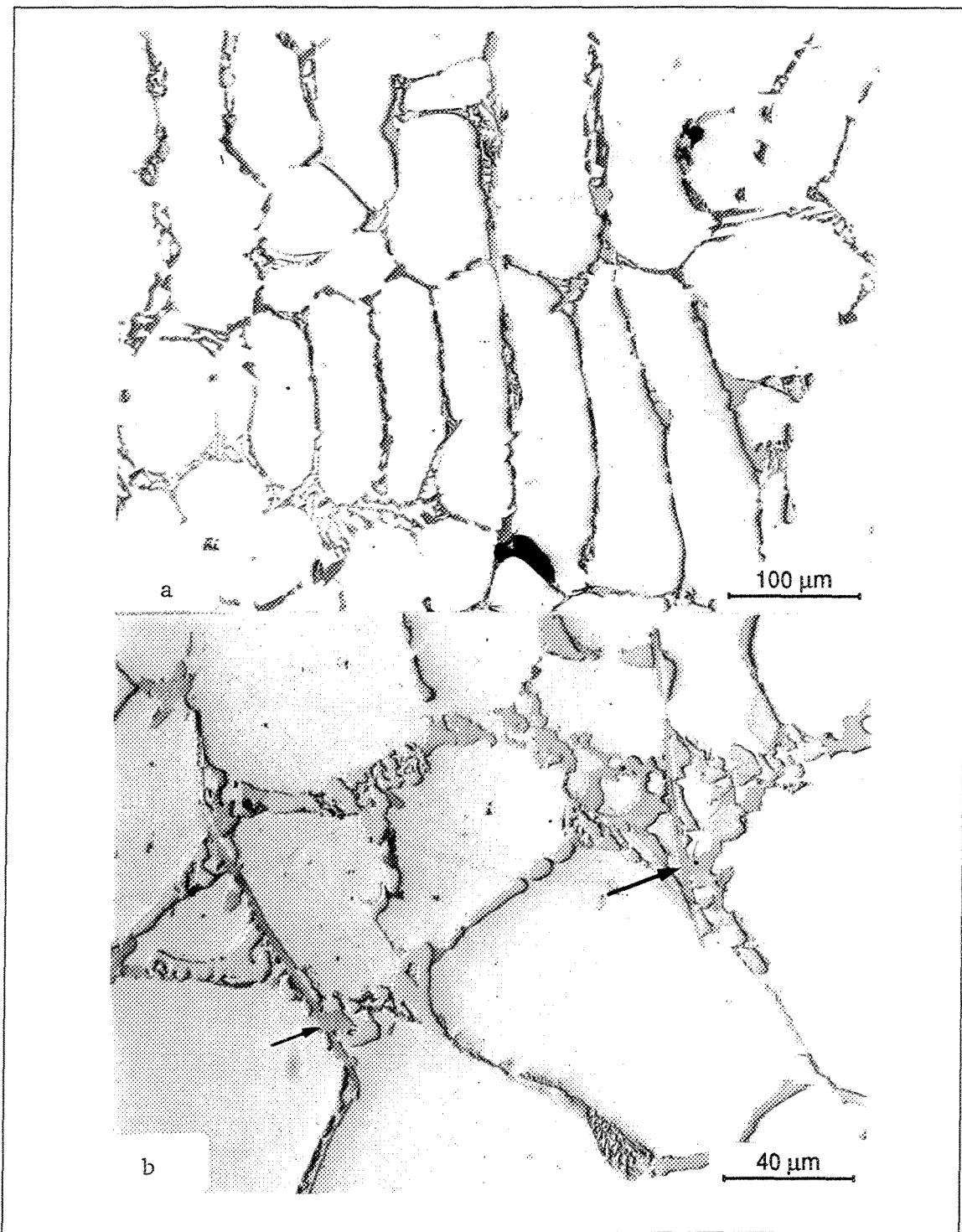


Figure 60 (a) Ségrégation des phases de cuivre sur les dendrites (b) transformation de $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ en $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ (fig. 60(a)).

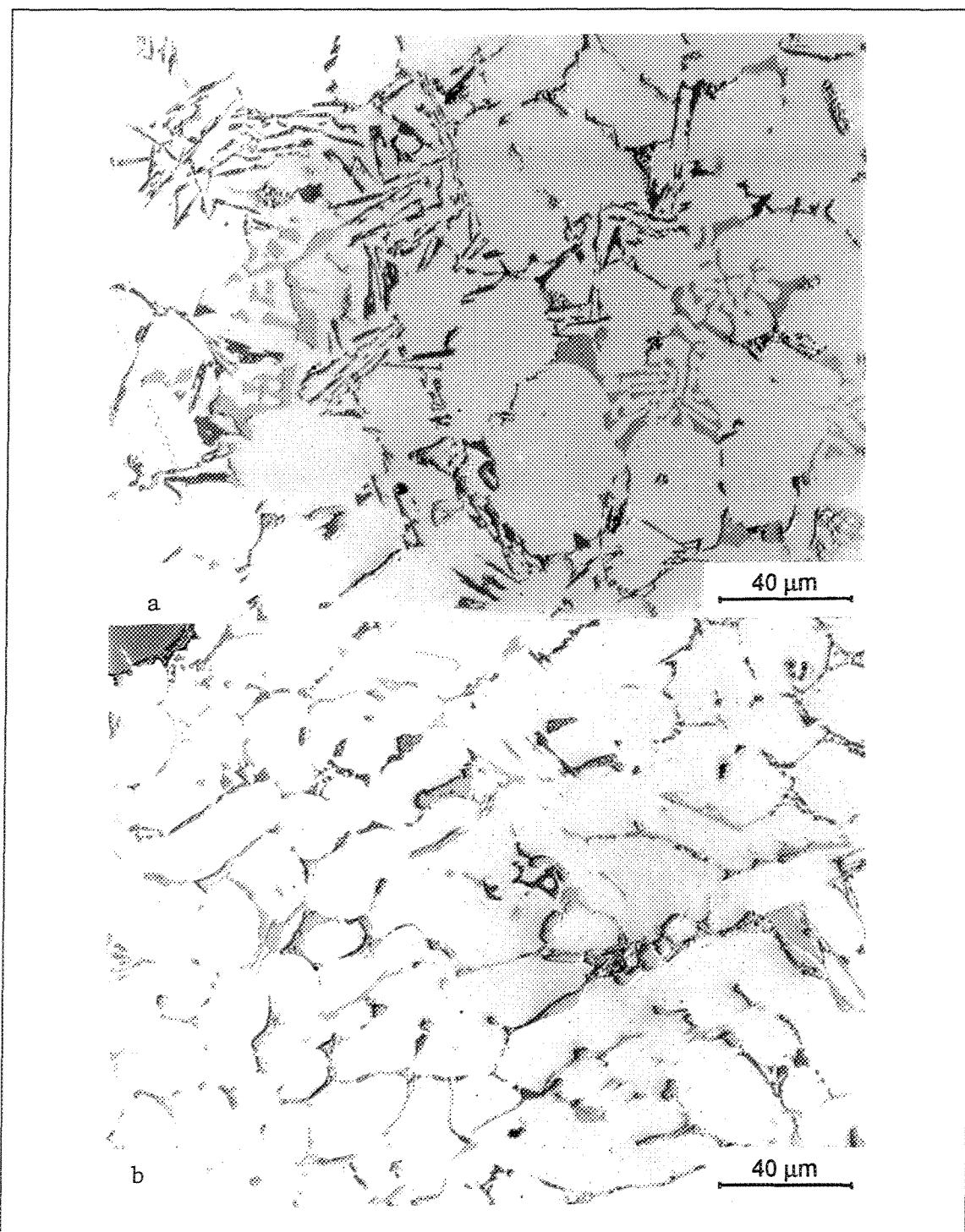


Figure 61 (a) Alliage de base - A, (b) alliage de base avec $\approx 0,5\%$ poids Mg (microstructure obtenue avec un moule métallique).

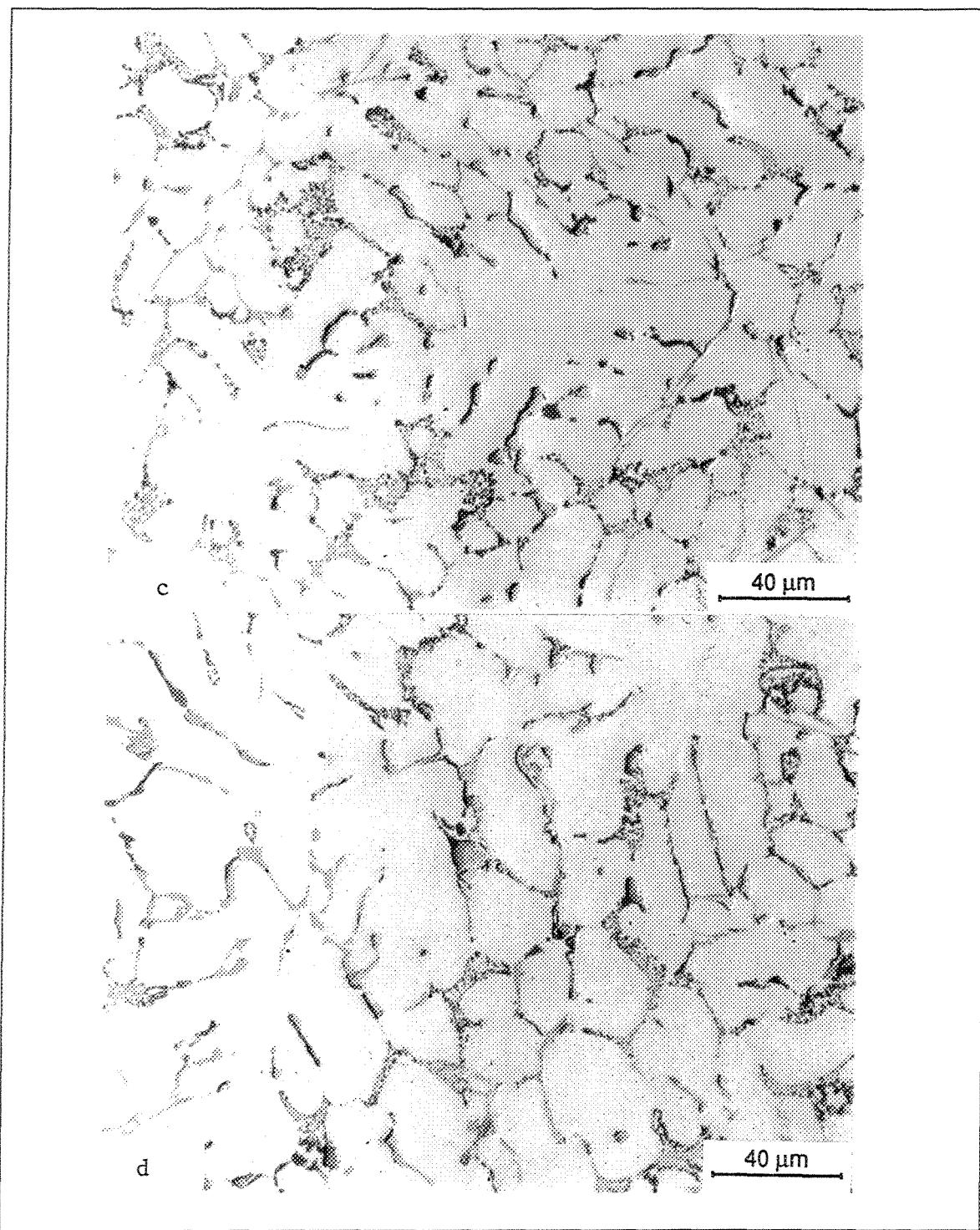


Figure 61 (c) alliage de base avec 0,025 % poids Sr, (d) alliage de base avec 0,5 % poids Mg et 0,025 % poids Sr (moule métallique).

5.2.2 Calorimétrie à balayage différentiel

La figure 62 montre les résultats des essais effectués sur des échantillons de poudre provenant de l'alliage 319 non-modifié. La fusion de la phase Al_2Cu a normalement lieu à la température 516 °C. Sous cette température, les particules de phase Al_2Cu commencent à se dissoudre dans la matrice d'aluminium. Comme on peut le constater sur l'agrandissement (figure 61(b)) de la zone encerclée sur la figure 61(a), le premier sommet endothermique a lieu à la température de 518,16 °C.

Ces résultats sont semblables à ceux présentés par Shivkumar et al.⁵³ pour l'alliage 319 non-modifié et coulé dans un moule en sable. L'addition de Mg à l'alliage de base jusqu'à ≈ 0,5 % poids Mg change la température de fusion des phases de cuivre, qui baisse à 505 °C (figure 61(c)). Les réactions de solidification qui mettent en cause les différentes phases de cuivre ne sont pas altérées par l'addition de strontium puisque les températures et les quantités d'énergie requises restent les mêmes (figure 10(d)). Même si l'addition de ≈ 0,5 % poids Mg à l'alliage 319 ne modifie pas le processus de fusion des phases contenant du cuivre, le seul sommet endothermique observé s'est déplacé jusqu'à la température de 507,9 °C, (figure 10(e)).

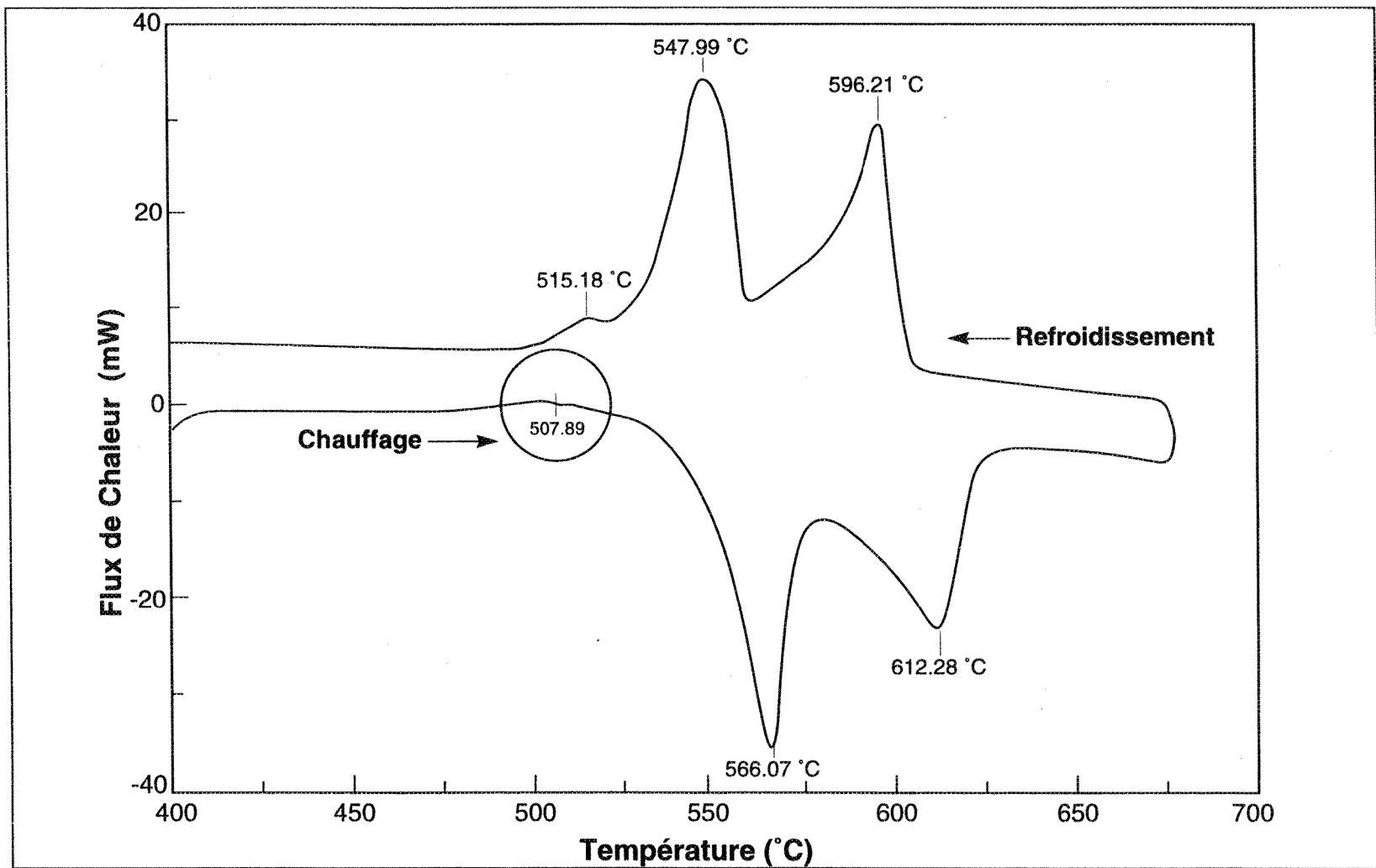


Figure 62 (a) Courbe de calorimétrie à balayage différentiel pour l'alliage de base (alliage A).

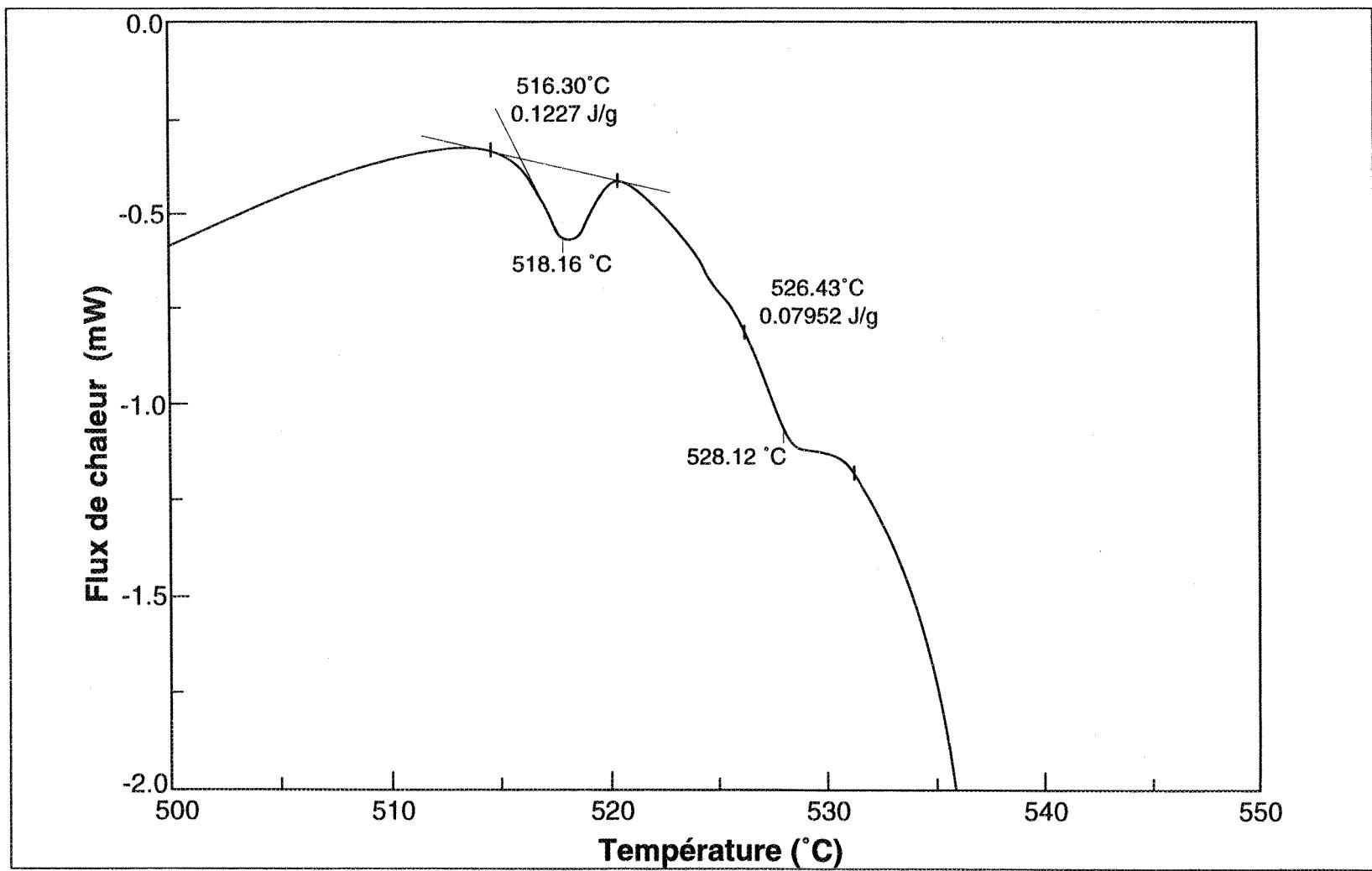


Figure 62 (b) Courbe de calorimétrie à balayage différentiel pour les phases de cuivre (encerclé en (a)).

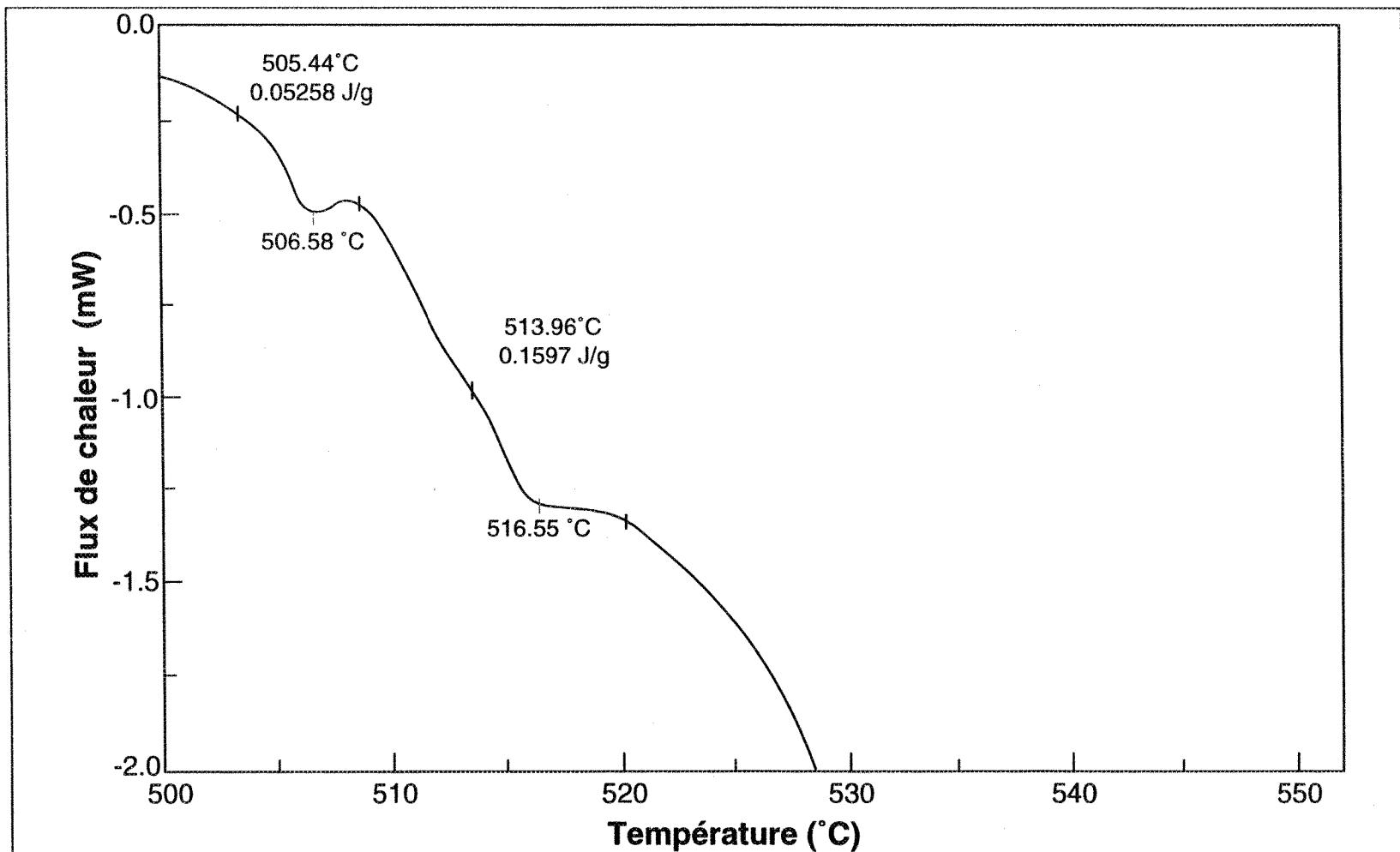


Figure 62 (c) Courbe de calorimétrie à balayage différentiel pour les phases de cuivre contenue dans l'alliage de base avec $\approx 0,5\%$ Mg.

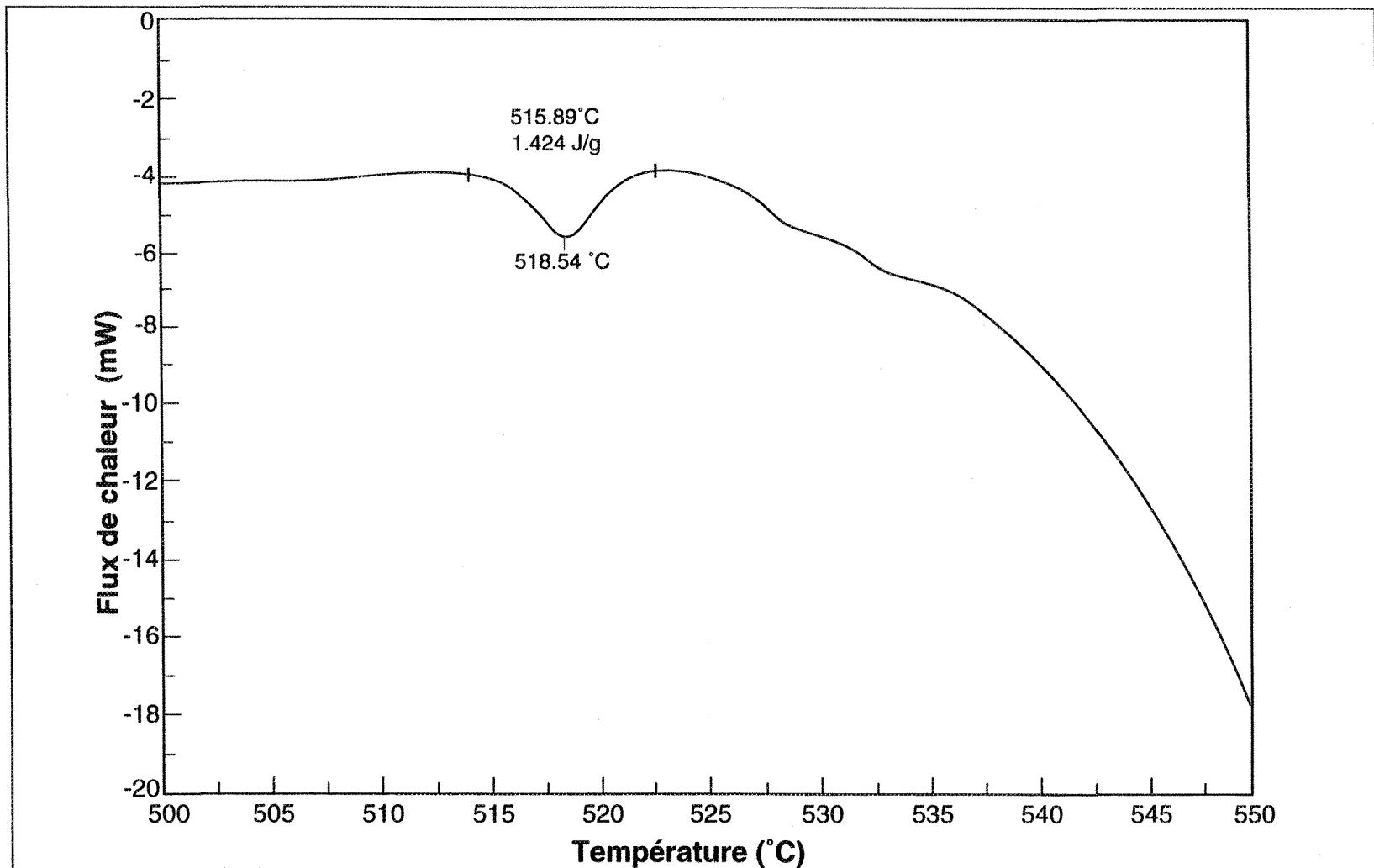


Figure 62 (d) Courbe de calorimétrie à balayage différentiel pour l'alliage de base avec 0,025 % poids Sr.

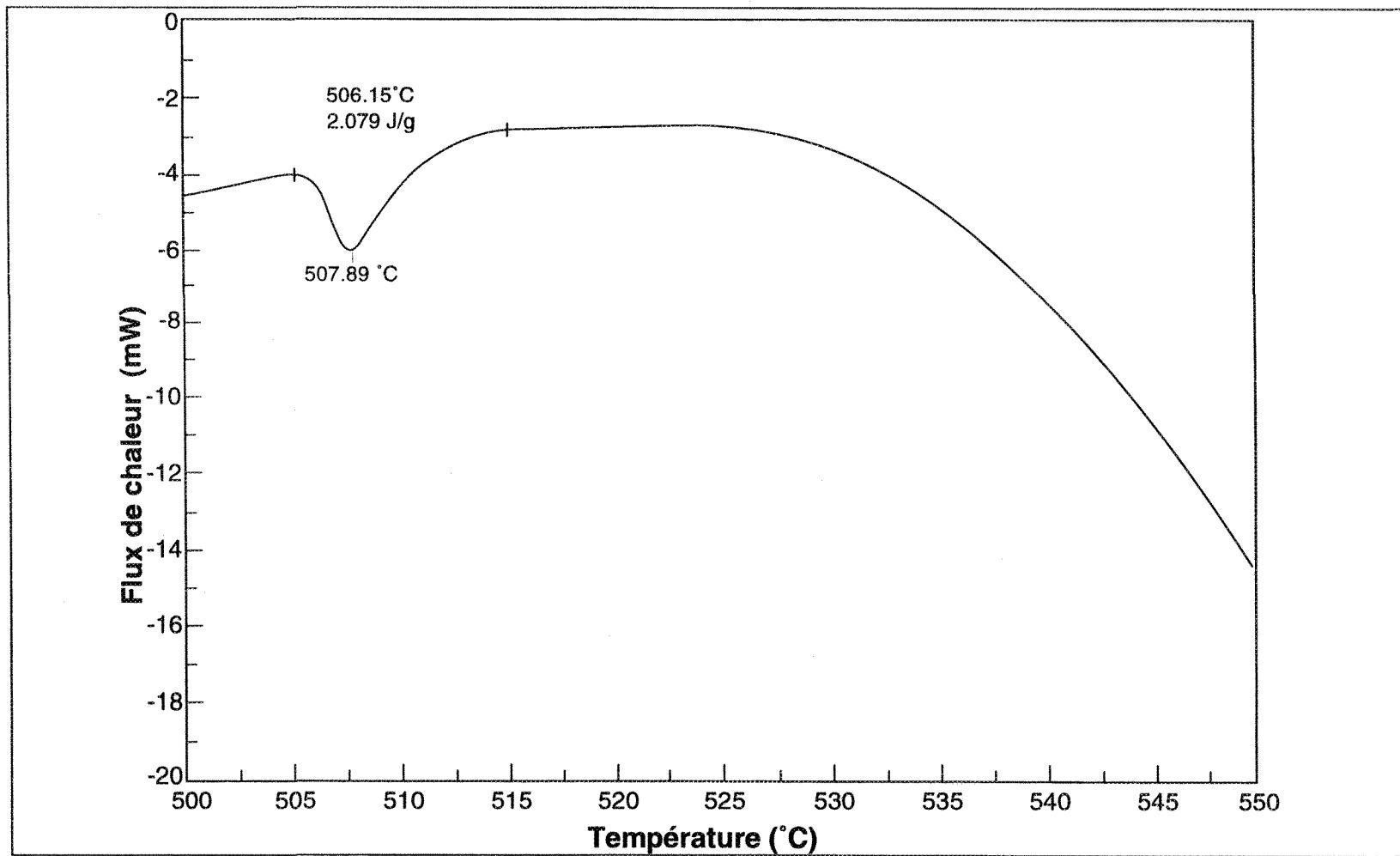


Figure 62 (e) Courbe de calorimétrie à balayage différentiel pour l'alliage de base contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg et $0,025\%$ poids Sr.

CHAPITRE 6

EFFET DU TRAITEMENT DE MISE EN SOLUTION SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE TRACTION DES ÉPROUVENTES COULÉES DANS UN MOULE STAHL

CHAPITRE 6

EFFET DU TRAITEMENT DE MISE EN SOLUTION SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE TRACTION DES ÉPROUVETTES COULÉES DANS UN MOULE STAHL

6.1 INTRODUCTION

Le contenu en magnésium de l'alliage d'aluminium 319 ne doit pas excéder 0,1 % poids Mg⁵⁴ et la nécessité d'une limite aussi basse pour le magnésium a toujours été questionnée⁵⁵. Pour réduire la quantité de Mg à ce niveau, le métal liquide doit être traité au chlore et ce procédé coûteux a des effets néfastes sur l'environnement.

DasGupta et al.³²⁻³⁴, ont effectué une série d'études portant sur l'effet de l'augmentation du Mg (de 0,07 à 0,54 % poids Mg) sur les propriétés mécaniques de l'alliage 319 coulé dans un moule en sable ou dans un moule permanent. Leurs résultats ont montré que l'addition de Mg a un effet négligeable sur les propriétés mécaniques. De plus, ils n'ont remarqué aucun changement microstructural dans le métal non-traité ou dans le métal vieilli artificiellement (T5). Les auteurs concluent que puisque l'augmentation a peu d'effet sur les propriétés mécaniques ou la

microstructure, les coûts de production peuvent être réduits en utilisant l'alliage 319 contenant jusqu'à 0,63 % poids Mg qui est actuellement disponible sur le marché.

Le traitement thermique de l'alliage 319.2 a été étudié intensivement à l'Université du Québec à Chicoutimi afin de déterminer les paramètres optimums de mise en solution (i.e. température, temps et média de trempe)^{29,30,56,57}. Les résultats indiquent qu'étant donnée la présence de la phase Al₂Cu dont le point de fusion est relativement bas, les fluctuations de la température de mise en solution doivent être contrôlées avec soin afin d'éviter que cette phase ne fonde. Le traitement de mise en solution optimal serait 8 hrs à 515 °C. Une température supérieure accélère la fusion partielle de la phase Al₂Cu, entraînant ainsi la présence de porosités dues au retrait et l'apparition d'un type de phase de cuivre sans structure qui découle de la trempe. Ces différents phénomènes contribuent à la détérioration des propriétés mécaniques.

Les auteurs^{29,30,56,57} ont proposé comme alternatives deux autres traitements de mise en solution. Le premier traitement consiste à permettre la sphéroidisation des particules de silicium et la dissolution d'une grande partie du cuivre par un chauffage à 540 °C pendant une courte période, puis à abaisser lentement la température jusqu'à 515 °C pour permettre la solidification de la phase Al₂Cu, à maintenir cette température pendant 1 heure et effectuer la trempe à l'eau chaude par la suite. Ce traitement améliore la ductilité de l'alliage tout en conservant sa limite élastique et sa limite ultime. La deuxième alternative au traitement de 8 hrs à 515 °C, consiste

à chauffer le métal pendant 12 hrs à 515 °C puis pendant 12 hrs à 540 °C, la trempe à l'eau chaude peut être effectuée directement à partir de 540 °C ou à partir de 515 °C suite à un refroidissement graduel jusqu'à cette température. Cette deuxième alternative donne de meilleures propriétés mécaniques que la précédente (9 % d'allongement à la rupture vs. 4 % pour la première alternative).

Sokolowski et al.³¹ ont étudié l'élimination de la ségrégation des phases de cuivre et l'amélioration subséquente des propriétés mécaniques de l'alliage 319 à l'aide d'un traitement de mise en solution en deux étapes. Leurs résultats montrent qu'en comparaison avec le traitement conventionnel à 495 °C, le traitement en deux paliers (8 hrs/495 °C + 2 hrs/250 °C) diminue et affine la phase riche en cuivre présente après la solidification. De plus, le traitement améliore l'homogénéité du métal avant le vieillissement artificiel. Cette homogénéité permet une amélioration significative de la limite ultime (200 à 240 MPa), de la ductilité (0,6 à 1,6 %) et de la résistance à l'impact (6 à 2 cm², essai Charpy).

Le présent chapitre fait état des résultats qui ont été obtenus suite à une étude détaillée concernant les propriétés mécaniques de l'alliage 319 soumis à divers traitements thermiques (après coulée, mise en solution, T5, T6 et T7). Le tableau 10 montre la concentration en Mg et en Sr de chacune des coulées effectuées pour réaliser les éprouvettes de traction. Les figures 63 et 64 illustrent schématiquement les traitements de mise en solution (un palier et deux paliers respectivement) exécutés dans le cadre de cette étude.

Tableau 10 Concentration du Mg et du Sr dans les différentes coulées

Alliage	# Coulée	Mg (% poids)	Sr (% poids)
B(base)	1	0,06	
B	2	0,44	
A	3	0,48	
A	4	0,48	
A	5	0,47	
A	6	0,49	
A	7	0,49	
A	8	0,49	
A	9	0,48	
A	10	0,49	
A(base)	11	0,10	
A	12	0,48	
A	13	0,46	
A	14	0,48	
A	15	0,43	
A	16	0,47	
A	17	0,48	
A	18	0,40	
A	19	0,26	
A	20	0,25	0,025
A	21	0,45	0,025
A	22	0,47	0,022

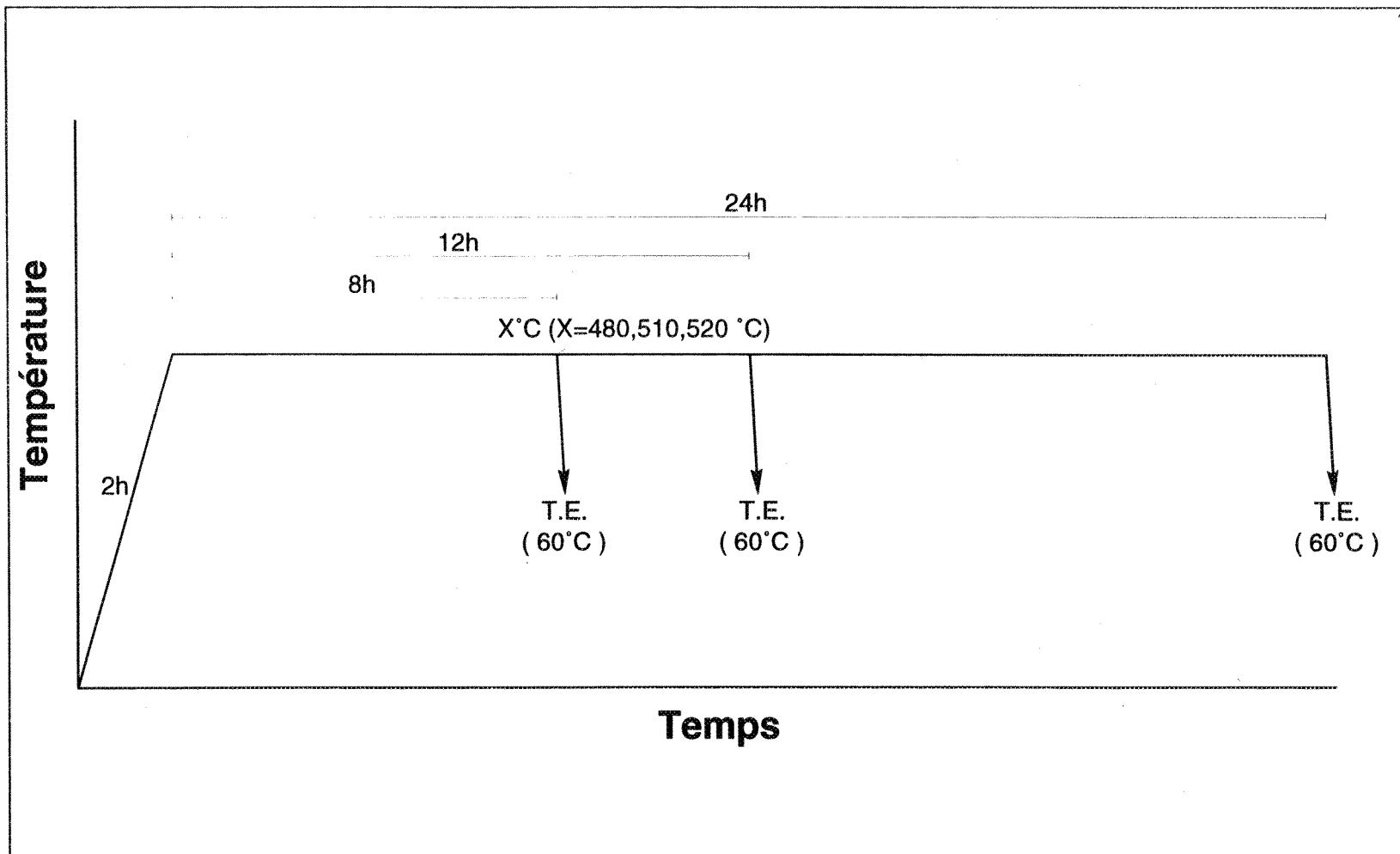


Figure 63 Schéma des traitements de mise en solution à palier unique utilisés dans le cadre de cette étude.
(T.E.: Trempe à l'eau)

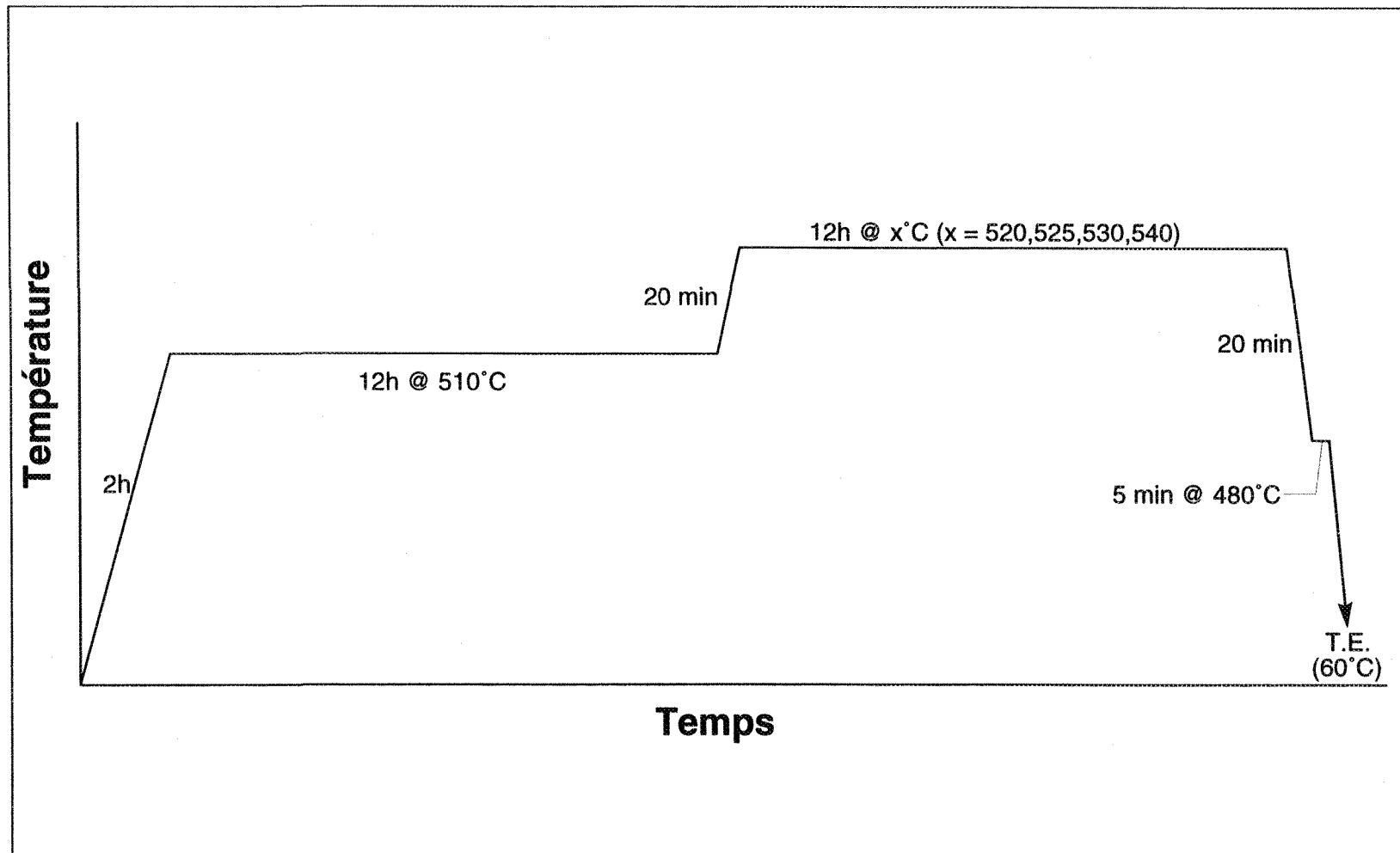


Figure 64 Schéma des traitements de mise en solution en deux paliers utilisés dans le cadre de cette étude.
(T.E.: Trempe à l'eau)

6.2 ANALYSE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION

6.2.1 Effet de la composition de l'alliage

Le tableau 11 résume les traitements thermiques suggérés par l'Aluminum Association⁵⁸ et effectués dans le présent travail. Les figures 11(a) et 11(b) présentent les résultats obtenus pour les alliages de composition A et B (tableau 5). La différence principale entre les deux compositions se situe au niveau de la concentration en Fe, Mn et Cr. Ces éléments se retrouvent principalement dans les composés $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ (écritures chinoises) et $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ (aiguilles) ou dans les plaquettes ségrégées $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn,Cu})\text{Si}_6$ (sludge) qui apparaissent dans le métal liquide. Puisque la fraction volumique de phases intermétalliques doit être plus grande dans l'alliage A (alliage secondaire) que dans l'alliage B (alliage primaire), on peut donc s'attendre à une résistance mécanique plus élevée et à un allongement à la rupture plus bas dans le cas de l'alliage A comparativement à l'alliage B. Il faut également mentionner que le ratio Fe:Mn dans l'alliage A est ≈ 2 , ce ratio est favorable à la formation de la phase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ qui est moins dommageable que la forme $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ ⁵⁹.

Les figures 65(a) et 65(b) démontrent clairement que l'alliage B est plus ductile que l'alliage A dans toutes les conditions de traitement. L'alliage B répond particulièrement bien au survieillissement (T7) en termes de résistance mécanique et de ductilité (LÉ: limite élastique et LU: limite ultime).

Tableau 11 Traitements thermiques suggérés par la Aluminum Association pour l'alliage 319 coulé dans un moule permanent⁵⁸.

Type de traitement	Description
T4	Mise en solution à 510 °C pendant 8 hrs, trempe à l'eau chaude (60 °C), vieillissement à l'air à la température ambiante.
T5	Chauffage à 205 °C pendant 7-9 hrs, refroidi à l'air à la température ambiante.
T6	Chauffage à 510 °C pendant 8 hrs, trempe à l'eau chaude (60 °C), chauffage à 158 °C pendant 2-5 hrs, refroidi à l'air à la température ambiante.
T7	Survieillissement. Chauffage à 510 °C pendant 8 hrs, trempé à l'eau chaude (60 °C), vieilli à la température de 220 °C pendant 24 hrs puis refroidi à l'air à la température ambiante

* Traitement non standard.

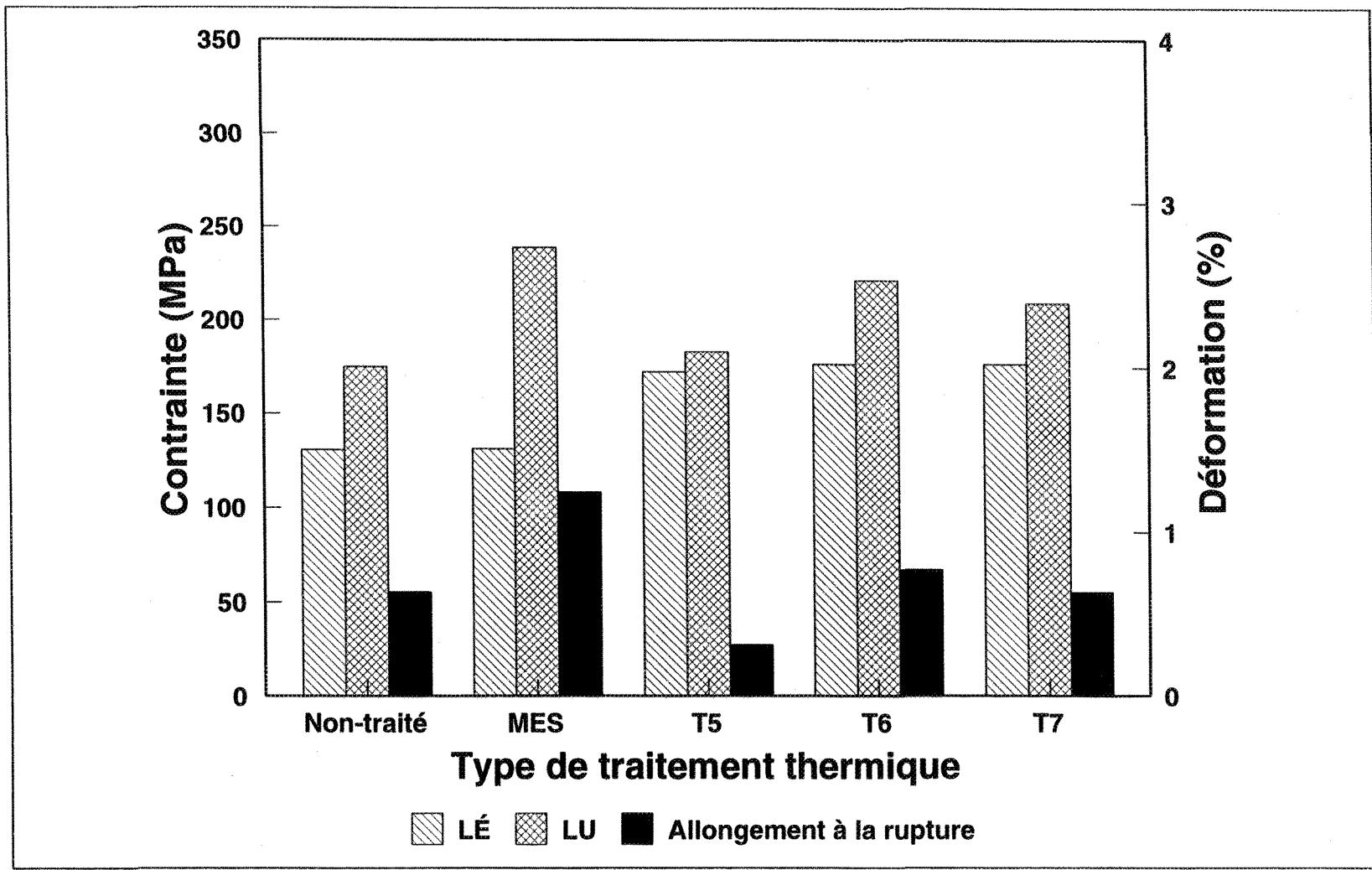


Figure 65 (a) Propriétés mécaniques de l'alliage de base A soumis à différents traitements thermiques.

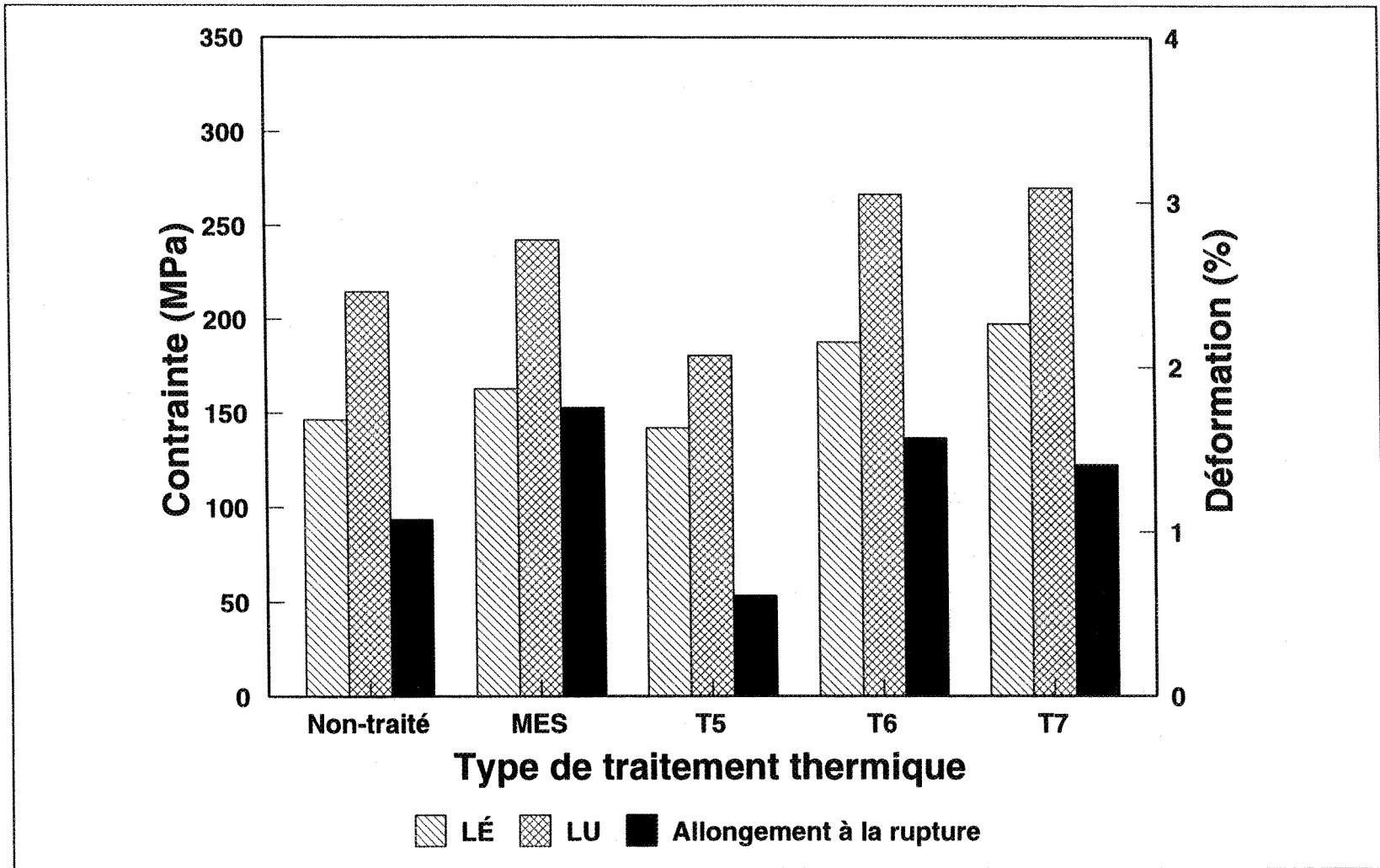


Figure 65 (b) Propriétés mécaniques de l'alliage de base B soumis à différents traitements thermiques.

6.2.2 Effet de l'addition du magnésium

L'effet du titre en Mg sur le vieillissement de l'alliage 380 refroidi à l'eau fut étudié par Samuel et al.¹ pour des titres de 0,06, 0,33 et 0,5 % poids Mg. Les résultats montrent que les duretés élevées obtenues après un traitement de mise en solution T6 peuvent être expliquées par une augmentation de la précipitation des phases contenant du magnésium. Un traitement de mise en solution dont la température est comprise entre 480 et 515 °C permet de changer la morphologie du silicium et de dissoudre le magnésium dans la matrice d'aluminium. La dureté reste approximativement la même lorsque le titre en magnésium dépasse 0,3 % poids Mg.

Dunn et Dickert⁶⁰ ont étudié l'évolution des propriétés mécaniques de traction et de dureté en fonction du titre en magnésium pour l'alliage A380 (3,25 % poids Cu, 1,01 % poids Fe, 9,15 % poids Si, 0,035 % poids Mg, 0,43 % poids Mn et 1,81 % poids Zn). Les essais furent effectués à trois concentration de magnésium différentes (i.e. 0,1, 0,35 et 0,55 % poids Mg). Les auteurs ont constaté une augmentation de la limite élastique, de la limite ultime et de la dureté à chaque température. L'allongement à la rupture a diminué mais est demeuré acceptable lorsque le titre en magnésium ne dépasse pas 0,35 % poids Mg.

Singh et al.⁶¹ ont proposé une équation empirique permettant de déterminer l'effet des différents paramètres suivant sur la dureté des alliages Al-Si-Cu-Mg: a) le % poids Cu, b) le % poids Mg, c) le % poids Si, d) la température de mise en

solution, e) la température de vieillissement et f) le temps de vieillissement. Leurs résultats indiquent que le cuivre et le magnésium améliorent la résistance mécanique des alliages traités ou non traités. Parmi les diverses interactions, celles entre le magnésium et le silicium et entre le magnésium, le cuivre et le silicium sont les plus significatives.

Les figures 66(a) à 66(e) représentent les résultats obtenus pour l'alliage A avec différents niveaux de Mg. Les alliages furent traités selon les conditions énumérées sur le tableau 11. L'alliage non traité répond bien à l'addition du magnésium comme le montre l'augmentation de la limite élastique et de la limite ultime et l'amélioration de la ductilité (i.e. $\approx 15\%$, mesurée par l'allongement à la rupture). Il est donc raisonnable de supposer que l'addition de 0,1 % poids Mg est associée à des augmentations de $\approx 5\%$ pour la résistance mécanique et $\approx 3\%$ pour la ductilité de l'alliage.

Le vieillissement direct du métal, sans avoir recours au traitement de mise en solution (i.e. traitement T5), contribua à la diminution de la ductilité de l'alliage, spécialement en ce qui concerne l'alliage à haute teneur en Mg (figure 66(b)). Cette observation peut être expliquée par la faible ductilité de l'alliage non traité ($\approx 0,6\%$) due à la fraction volumique relativement élevée de phases intermétalliques en présence dans le métal. Pendant le vieillissement (T5), la précipitation de l'excédent de Cu et de Mg sous la forme de fins précipités Al_2Cu et Mg_2Si contribue au durcissement de l'alliage au dépend de la ductilité.

Les travaux d'Apelian et al.²⁴ montrent que pour obtenir une concentration maximale de Mg et de Si en solution solide, la température de mise en solution doit être le plus près possible de la température de l'eutectique. Quelques constituants de l'alliage peuvent former des phases eutectiques complexes dont le point de fusion est plus bas que la température de l'eutectique à l'équilibre i.e. la phase Al₂Cu. Le diagramme de solubilité à l'équilibre du magnésium dans l'aluminium solide indique qu'il est possible de placer 0,4 % poids Mg en solution à 480 °C et que cette quantité augmente à 0,53 % poids Mg à 515 °C.

Le traitement de mise en solution de 8 hrs à 510 °C a augmenté toutes les propriétés mécaniques (i.e. limites élastique et ultime et % d'allongement à la rupture) par au moins 10, 35 et 80 % respectivement, pour l'alliage contenant 0,1 % poids Mg, et par au moins 25, 30 et 65 % respectivement pour l'alliage contenant ≈ 0,5 % poids Mg (figure 66(c)). Dans une étude précédente⁵⁷ concernant l'alliage B, les résultats indiquent que la réponse de cet alliage au traitement de mise en solution est plus prononcée que celle de l'alliage A. En effet, les propriétés mécaniques obtenues pour l'alliage B sont une limite élastique de 199 MPa, une limite ultime de 320 MPa et un allongement à la rupture de 3,3 % comparativement à 126 MPa, 220 MPa et 2,6 % respectivement pour l'alliage A. Cette différence de propriétés mécaniques peut être expliquée par la plus grande quantité de phases intermétalliques dans l'alliage A et par la propreté de l'alliage B qui fut préalablement filtré à l'aide d'un filtre de céramique de 20 ppi avant la coulée.

Pendant le traitement T6, l'alliage est durci par la précipitation des phases Al_2Cu et Mg_2Si sous forme de fines particules cohérentes (figure 66(d)). Une comparaison entre les figures 66(c) et 66(d) montre qu'un vieillissement de 2 hrs à 158 °C (sous-vieillissement) a plus d'effets sur la limite élastique que sur la limite ultime tout en réduisant la ductilité de façon notable. Toutefois, ce traitement est tout de même efficace si l'on compare les résultats obtenus avec les propriétés mécaniques des alliages non traités peu importe la quantité de Mg. En effet, les limites élastique et ultime sont beaucoup plus élevées et l'allongement à la rupture reste sensiblement le même. Gauthier et al.³⁰ arrivent aux mêmes conclusions pour l'alliage B contenant 0,06 % poids Mg.

La figure 66(e) illustre les résultats obtenus avec le traitement T7. On peut constater une augmentation au niveau de la limite élastique sans toutefois constater la même chose en ce qui a trait à la limite ultime. Chose surprenante, la ductilité a diminué en comparaison avec les échantillons ayant subi un traitement de mise en solution. Dans les recherches précédentes concernant l'alliage B contenant 0,06 % poids Mg, les éprouvettes de traction vieillies pendant 24 hrs à 220 °C ont en moyenne une limite élastique de 211 MPa, une limite ultime de 295 MPa et un allongement à la rupture de 1,7 % comparativement à 199 MPa, 320 MPa et 3,3 % respectivement après le traitement de mise en solution. Pour améliorer la ductilité (ce qui est l'objectif du traitement de survieillissement), il serait donc préférable

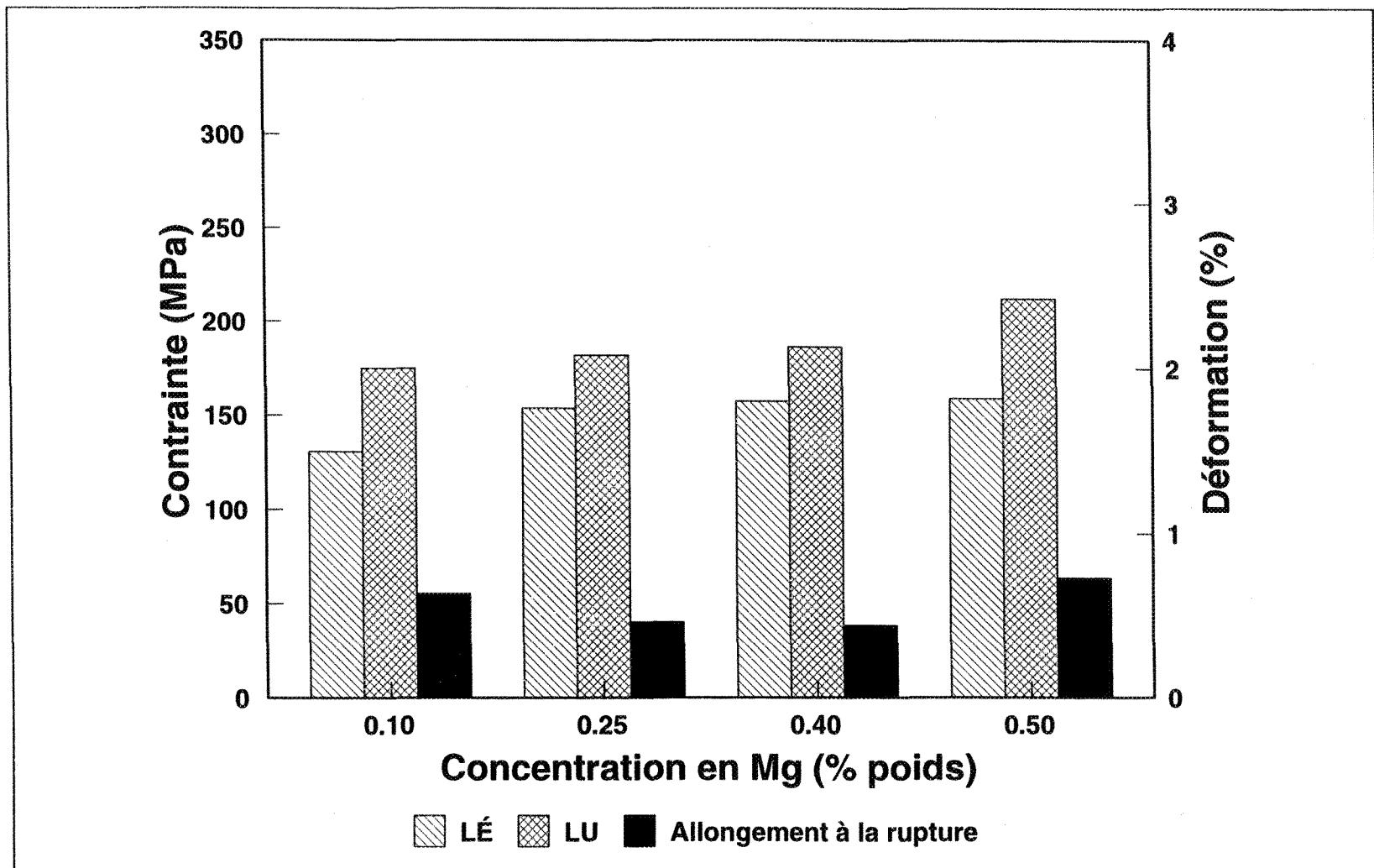


Figure 66 (a) Effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage A non traité.

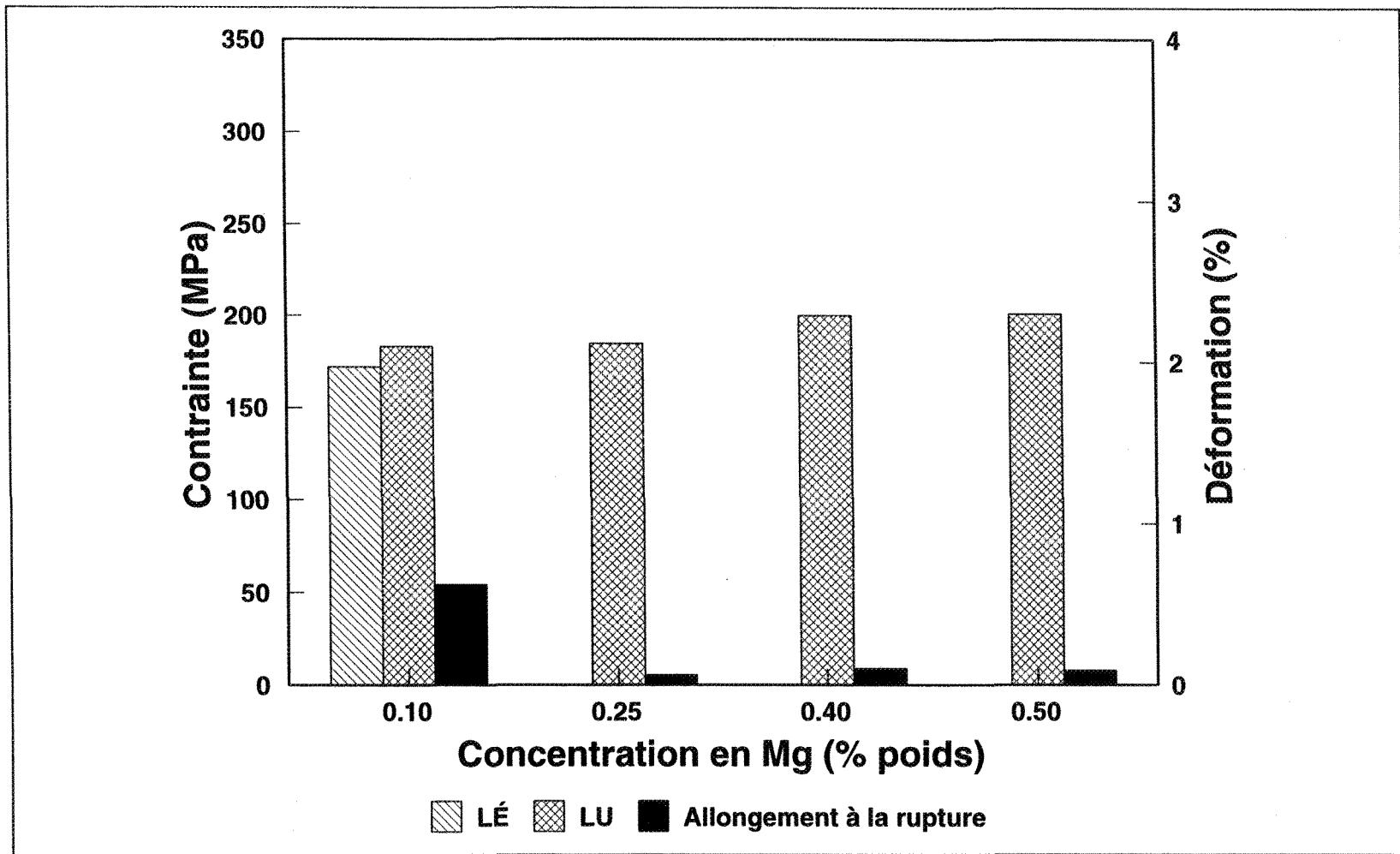


Figure 66 (b) Effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage A soumis au traitement T5.

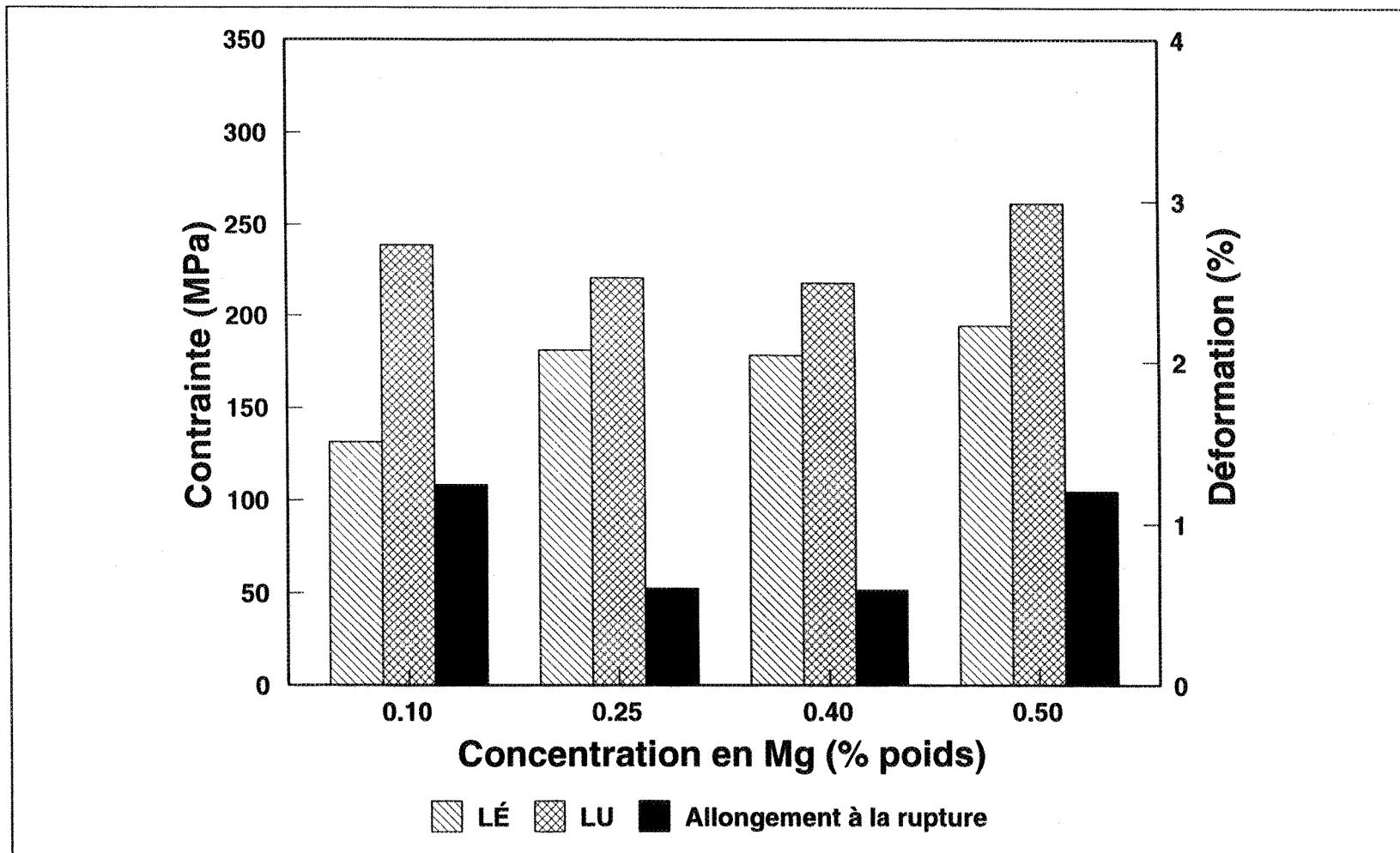


Figure 66 (c) Effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage A soumis au traitement T4.

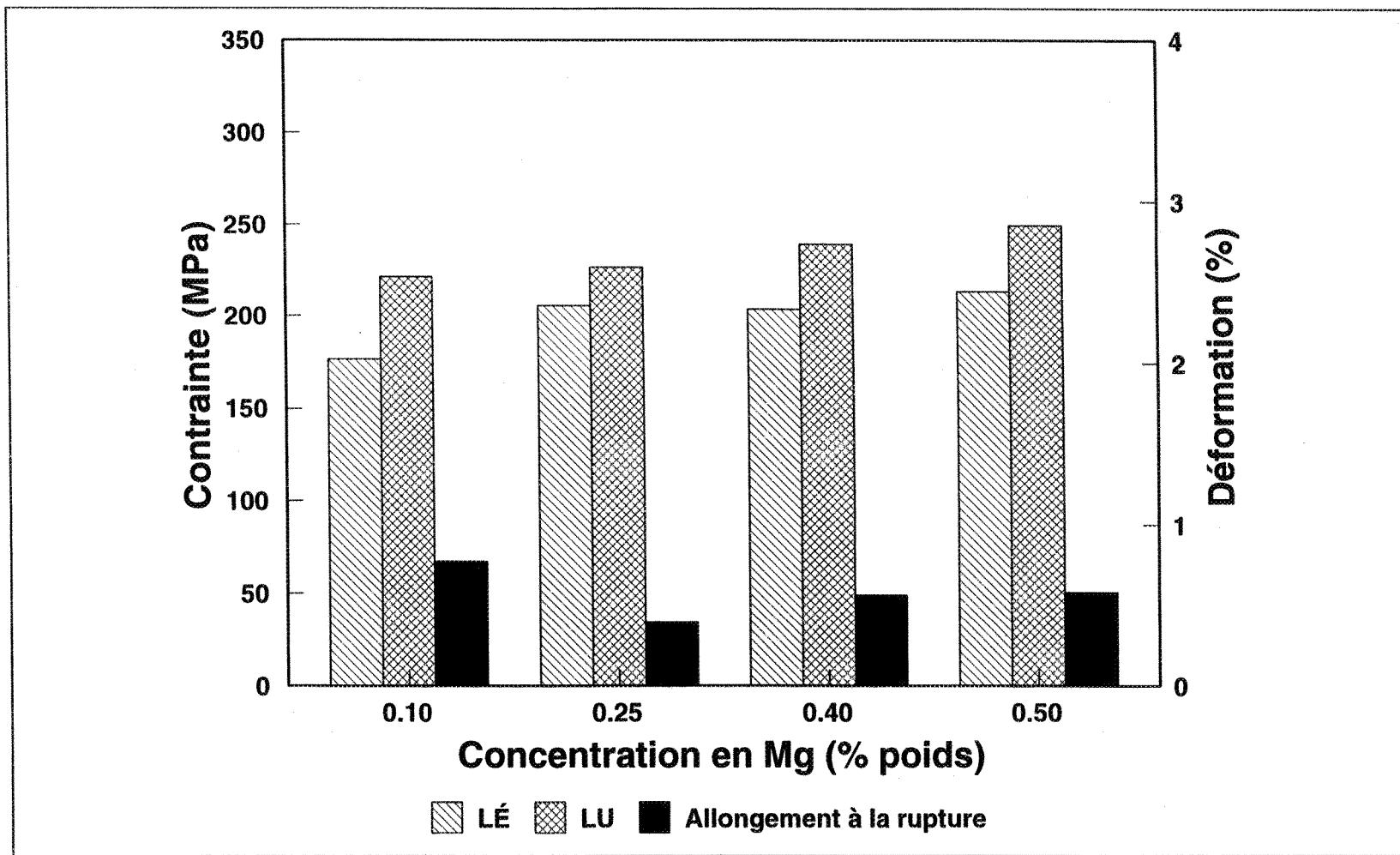


Figure 66 (d) Effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage A soumis au traitement T6.

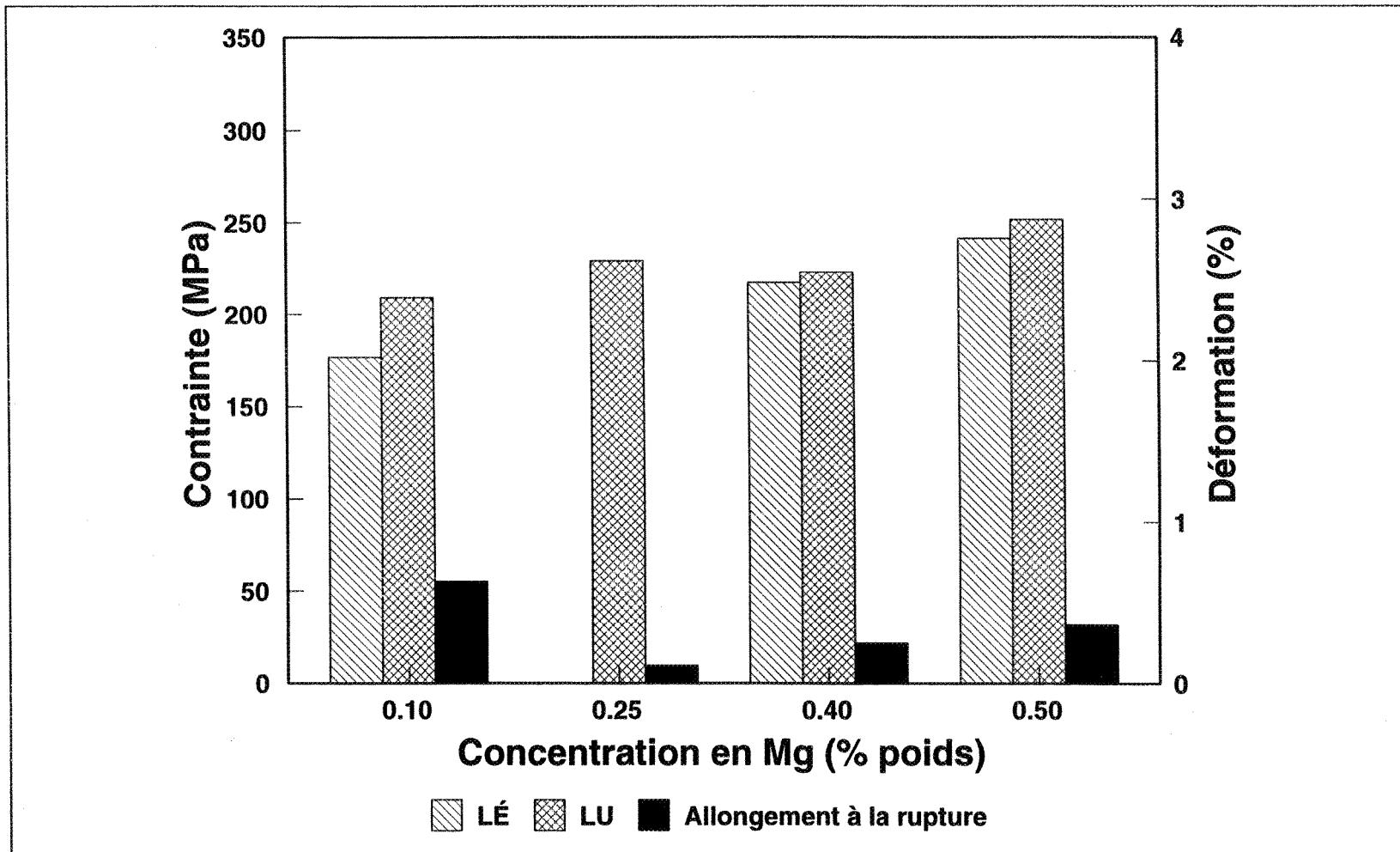


Figure 66 (e) Effet de l'addition du magnésium sur les propriétés mécaniques de l'alliage A soumis au traitement T7.

d'augmenter la température de vieillissement et de diminuer la durée du traitement.

DasGupta et al.³³ ont étudié l'effet de la quantité de strontium sur les propriétés mécaniques et la microstructure de l'alliage 319. Leurs résultats démontrent que la résistance mécanique de l'alliage augmente de $\approx 13\%$ lorsque le titre en strontium est entre 0,001 et 0,05 % poids Sr. A partir de 0,05 % poids Sr jusqu'à 0,06 % poids Sr on note une diminution de la résistance mécanique de $\approx 2\%$, au delà de 0,06 % poids Sr la diminution devient plus considérable.

Dans une étude récente portant sur l'effet des éléments d'alliage et de leurs interactions sur la formation des porosités dans les alliages de la famille Al-Si-Cu, Roy et al.⁶² ont constaté une réduction de la fraction volumique occupée par la porosité qui serait dûe semble-t-il à l'interaction Sr-Mg. Selon leurs conclusions, la fraction volumique occupée par la porosité dans l'alliage de base (ne contenant pas de Sr ou de Mg, avec une concentration en hydrogène de $\approx 0,3 \text{ ml}/100 \text{ g Al}$) serait de $\approx 2\%$. Après l'addition de 300 ppm de Sr et de 0,5 % poids Mg, la fraction volumique occupée par la porosité tombe à $\approx 0,8\%$ (pour le même contenu en hydrogène).

La figure 67(a) résume l'effet de l'interaction Sr-Mg sur les propriétés mécaniques de l'alliage A pour les cinq traitements thermiques étudiés. Il est évident que l'interaction Sr-Mg améliore la résistance mécanique de l'alliage en comparaison avec les résultats obtenus avec l'alliage non-modifié (figure 67(b)). L'addition du strontium améliore également la fluidité du métal liquide permettant ainsi de couler

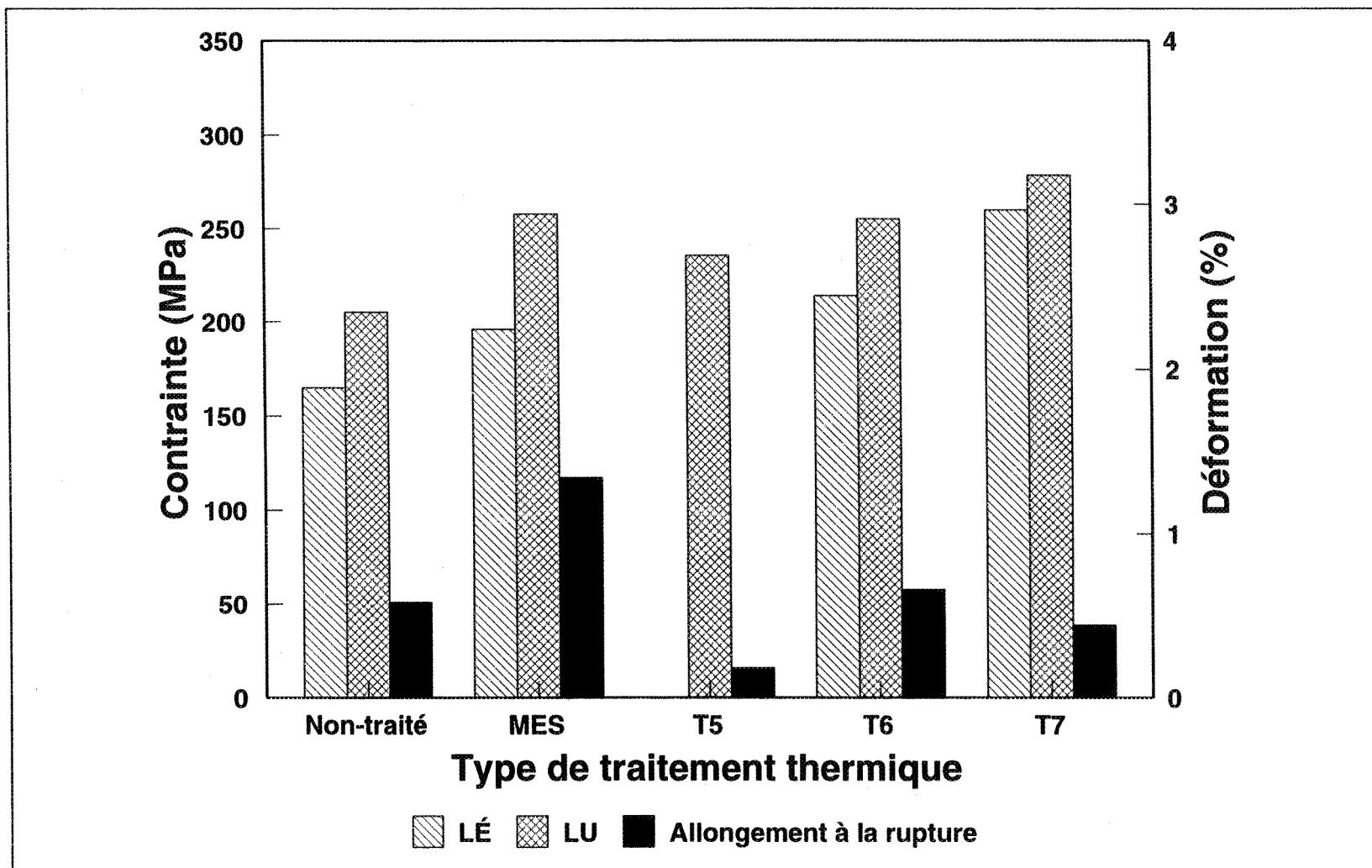


Figure 67 (a) Propriétés mécaniques de l'alliage A contenant 0,025 % poids Sr et 0,5 % poids Mg.

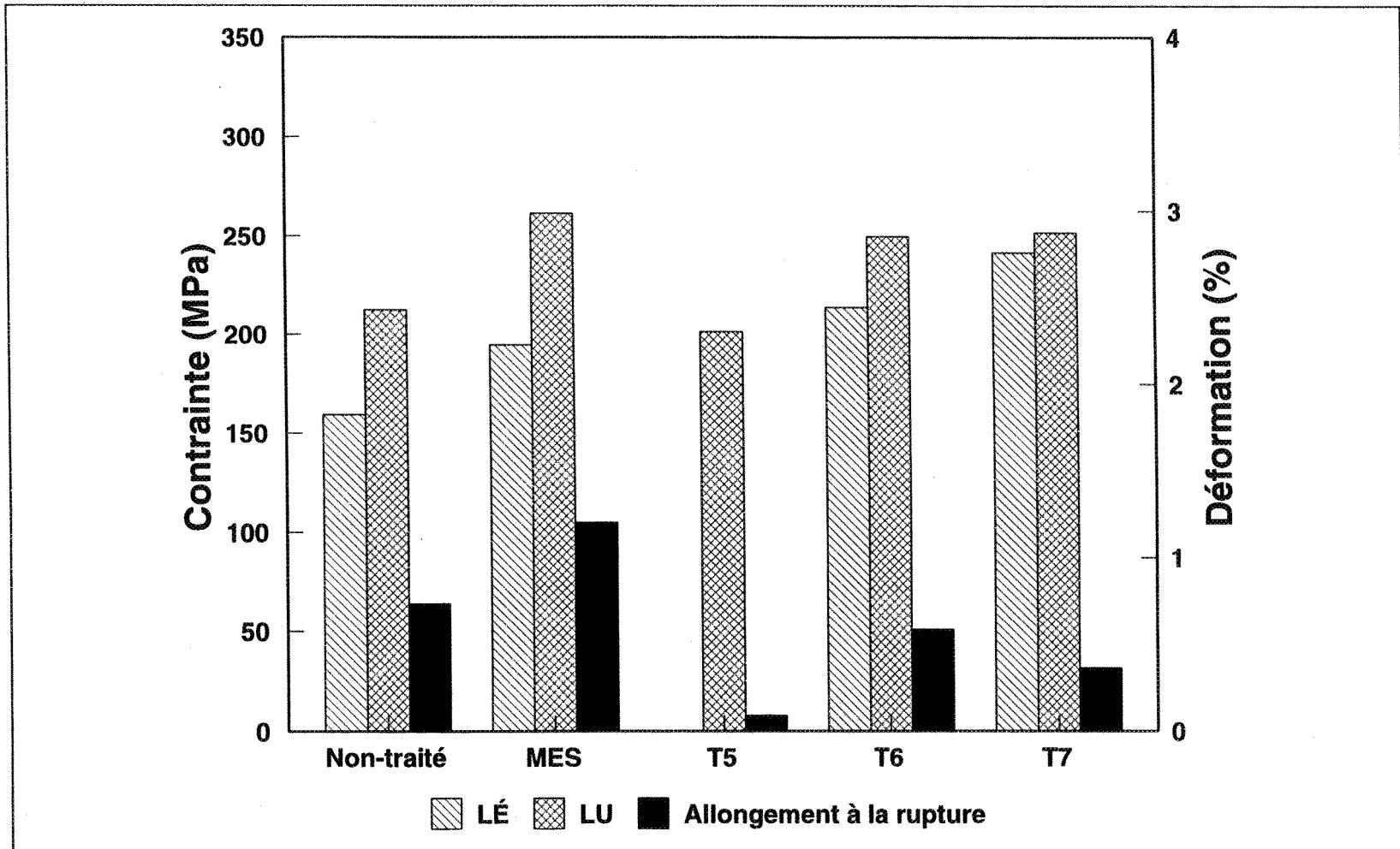


Figure 67 (b) Propriétés mécaniques de l'alliage A contenant 0,5 % poids Mg (traité de la même manière qu'en (a)).

à une température plus basse. Cette procédure devrait améliorer les performances des pièces non traitées en réduisant l'espace inter-dendritique⁶³.

6.3 TRAITEMENT DE MISE EN SOLUTION

6.3.1 Traitement simple

Cette section présente les résultats d'une étude concernant (a) l'effet de la température de mise en solution, (b) du temps de mise en solution et (c) de la température de trempe sur les propriétés mécaniques de l'alliage 319 (le tableau 12 présente les différents traitements effectués).

On peut remarquer des taches sombres sur la section rupturée d'un certain nombre d'éprouvettes. La proportion d'éprouvettes avec des taches sombres tend à augmenter avec la température de mise en solution. Ce phénomène ne semble pas relié à la composition chimique de l'alliage puisqu'on retrouve ces taches sur les deux types d'alliages (i.e. A et B). Le tableau 13 montre l'effet négatif de ces taches sombres sur les propriétés mécaniques des éprouvettes de traction.

La figure 68 résume l'effet de la température de mise en solution sur les valeurs moyennes de la limite élastique, de la limite ultime et de l'allongement à la rupture. Comme il est possible de le constater sur la figure 64(c), l'augmentation du titre en magnésium jusqu'à 0,5 % poids Mg mène à une diminution de la

température de fusion des phases de cuivre i.e. de 520 °C à 508 °C. On a donc toutes les raisons de croire qu'une température de mise en solution de 510 °C est préférable à une température de 520 °C. La figure 68 démontre ce fait. En abaissant la température de trempe à 480 °C on peut améliorer la ductilité au détriment

Tableau 12 Traitements de mise en solution en une étape effectués dans le cadre de ce travail.

Code	Description
A	12 hrs à 480 °C, trempe à l'eau chaude (60 °C).
B	12 hrs à 510 °C, trempe à l'eau chaude (60 °C).
C	12 hrs à 510 °C, baisse graduelle (20 min.) de la température jusqu'à 480 °C, trempe à l'eau chaude (60°C)
D	12 hrs à 520 °C, trempe à l'eau chaude (60 °C).
E	12 hrs à 520 °C, baisse graduelle (20 min.) de la température jusqu'à 480 °C, trempe à l'eau chaude (60°C)

Tableau 13 Effet de la présence des taches sombres sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant $\approx 0,5$ % poids Mg. Les éprouvettes ont été soumises aux traitements thermiques énumérés au tableau 11.

Code	Tache sombre	L.É. (MPa)	Écart-type	L.U. ^{..} (MPa)	Écart-type	Déformation (%)	Écart-type	Pourcentage d'éprouvettes [†] (%)
A	Oui	160,4	0,0	221,5	0,0	0,9	0,0	10
	Non	175,3	6,3	243,2	8,0	1,1	0,3	90
	Moyenne	173,8	7,5	241,0	9,9	1,1	0,3	
B	Oui	197,9	5,4	246,4	6,0	0,7	0,1	40
	Non	199,0	1,8	278,8	3,8	1,3	0,1	60
	Moyenne	198,5	3,7	265,9	16,6	1,1	0,3	
C	Oui	180,4	3,9	226,6	16,1	0,8	0,2	50
	Non	185,8	4,9	261,8	12,4	1,5	0,3	50
	Moyenne	183,1	5,2	244,2	22,7	1,2	0,5	
D	Oui	196,9	8,6	263,0	18,7	1,2	0,5	100
	Non	-	-	-	-	-	-	
	Moyenne	-	-	-	-	-	-	
E	Oui	177,2	4,1	234,0	19,5	1,2	0,5	70
	Non	181,7	3,0	248,0	13,5	1,5	0,4	30
	Moyenne	177,1	4,8	238,2	19,0	1,3	0,5	

^{..} Limite élastique

^{..} Limite ultime

^{...} Allongement à la rupture

[†] Calculé sur 15 éprouvettes de traction

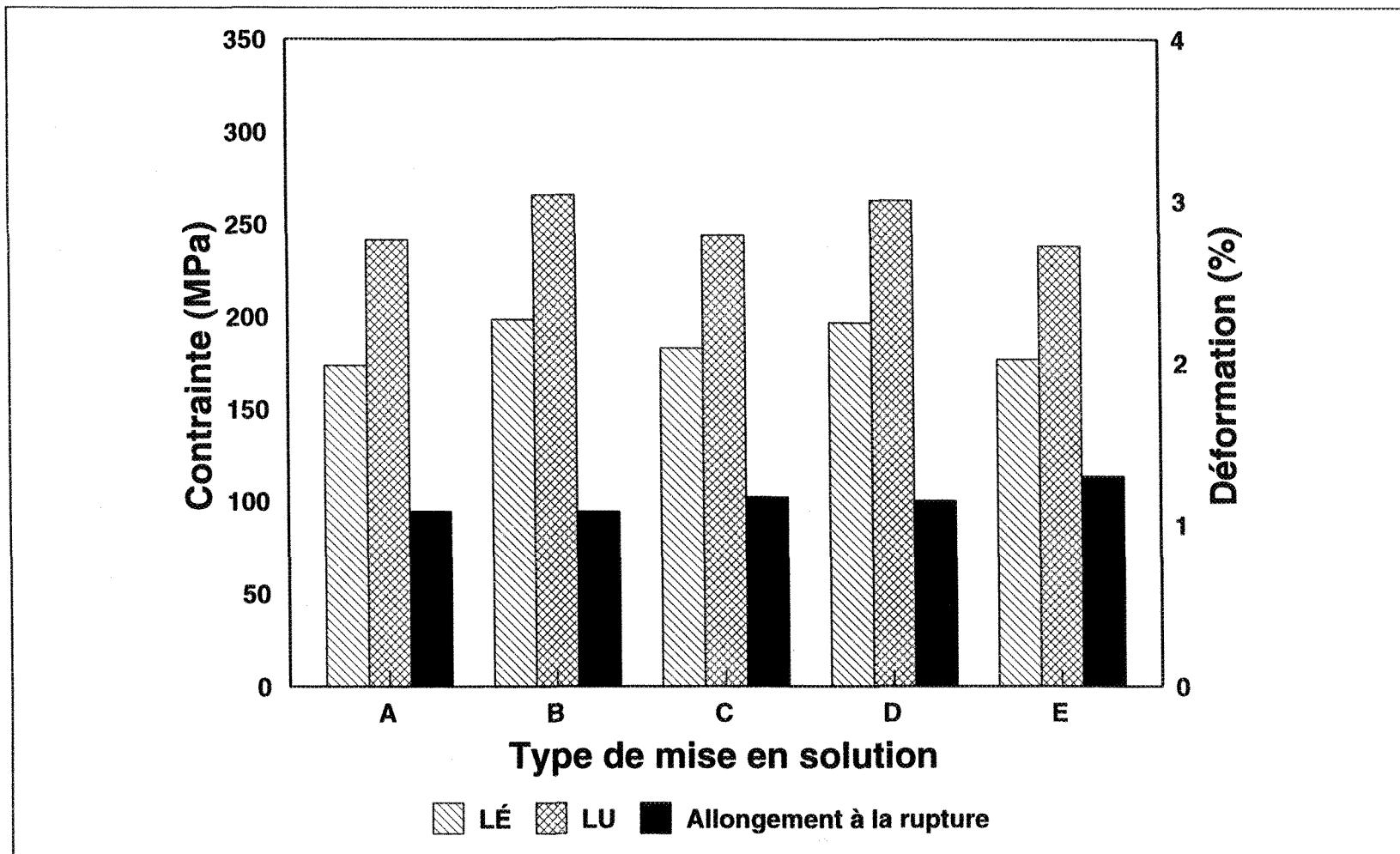


Figure 68 Propriétés mécaniques de l'alliage A contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg après différents traitements de mise en solution.

toutefois de la résistance mécanique de l'alliage.

Les aspects fondamentaux du traitement thermique des alliages de la famille Al-Si-Mg ont été analysés par Apelian et al.²⁴. Le traitement de mise en solution des alliages de fonderie Al-Si-Mg vise l'obtention d'une concentration maximale de constituants contribuant au durcissement structural (Mg_2Si), l'homogénéisation du métal et le changement de morphologie de la phase de silicium eutectique. Certaines évidences suggèrent que la dissolution du composé Mg_2Si et l'homogénéisation du métal ont lieu très rapidement de sorte que le processus est complet après 30 à 45 minutes. En ce qui concerne l'altération de la morphologie des particules de silicium, on préconise généralement un temps de mise en solution de 6 à 16 hrs.

Samuel et al.⁵⁷ ont étudié la fusion et la dissolution de la phase Al_2Cu pendant le traitement de mise en solution. La dissolution de l'eutectique ($Al + Al_2Cu$) se produit près de la température de solidification finale de l'alliage i.e. 480 °C, la cinétique de dissolution accélère avec l'augmentation de la température de mise en solution (505 - 515 °C). La résistance mécanique et l'allongement à la rupture des éprouvettes de traction traitées à des températures de mise en solution variant entre 480 et 515 °C pour des périodes de 2 à 24 hrs sont directement proportionnels avec la quantité de cuivre en solution dans la matrice d'aluminium. En comparaison avec les corrélations obtenues pour la limite ultime et l'allongement à la rupture, celle obtenue pour la limite élastique n'est pas très concluante. Ce résultat semble

indiquer que la limite élastique est dépendante de l'ensemble des paramètres microstructuraux de l'alliage.

Afin d'étudier les répercussions d'un traitement de mise en solution prolongé à 480 °C ou 510 °C, plusieurs groupes d'éprouvettes à teneurs en magnésium élevées (i.e. $\approx 0,5\%$ poids Mg) ont été chauffés entre 8 hrs et 24 hrs. La figure 69(a) montre que le traitement à 480 °C n'est pas très efficace pour modifier les propriétés mécaniques de l'alliage. Par contre, l'alliage répond beaucoup mieux au traitement à 510 °C, tout particulièrement en ce qui concerne la ductilité (figure 69(b)).

Pour déterminer plus précisément l'efficacité du temps de mise en solution en ce qui concerne l'amélioration des propriétés mécaniques, on a soumis au même traitement des éprouvettes de traction coulées avec l'alliage B (faible contenu en magnésium, faible fraction volumique de phases intermétalliques). A 480 °C, le traitement de mise en solution semble plus efficace pour améliorer la ductilité que la résistance mécanique de l'alliage (figure 70(a)). Les résultats obtenus par un traitement de mise en solution prolongé à 510 °C confirment ceux obtenus par Samuel et al.⁵⁷ puisque qu'on a pu constater des changements significatifs de la limite ultime et de l'allongement à la rupture (figure 70(b)).

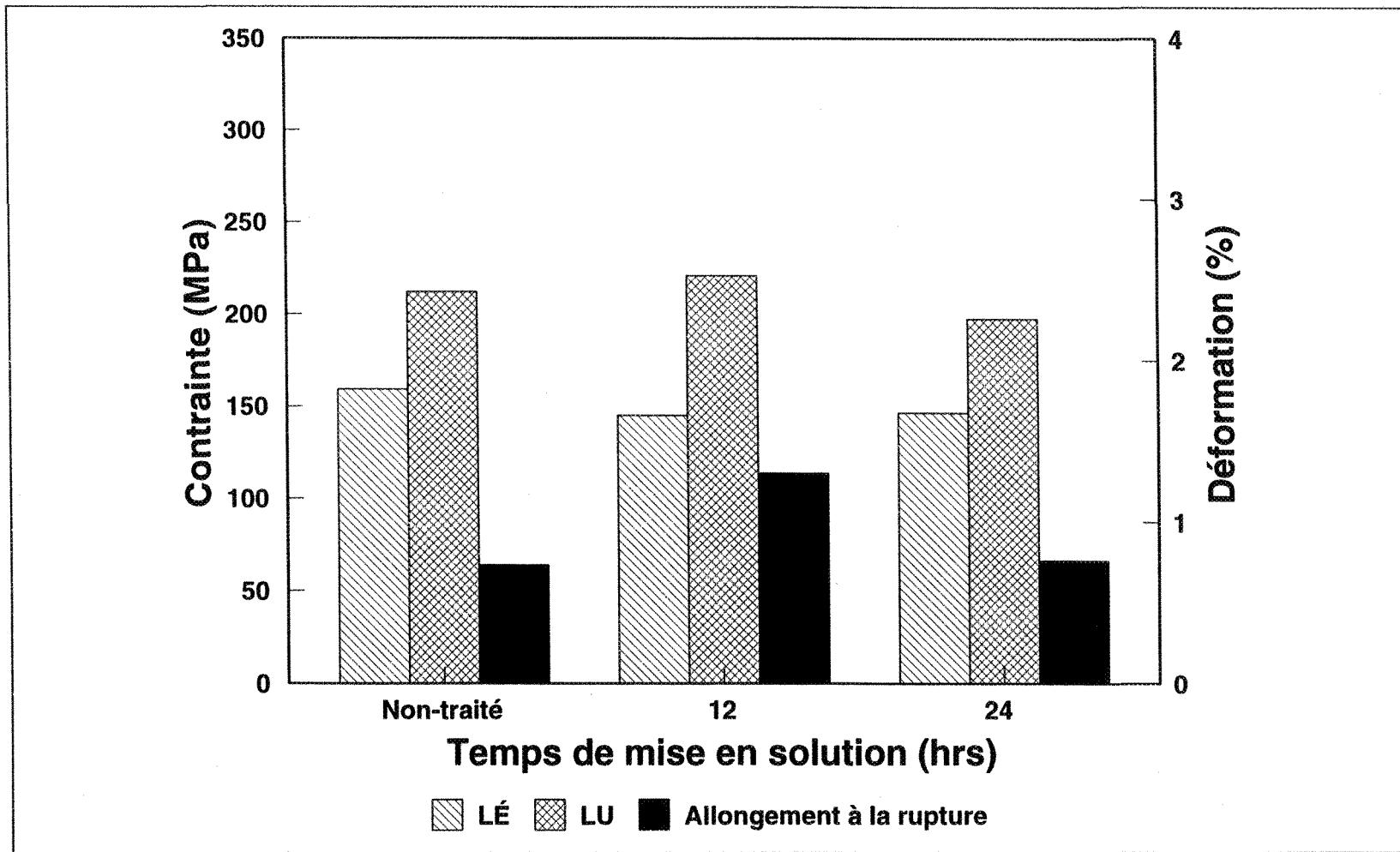


Figure 69 (a) Effet du temps de mise en solution à 480 °C sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg.

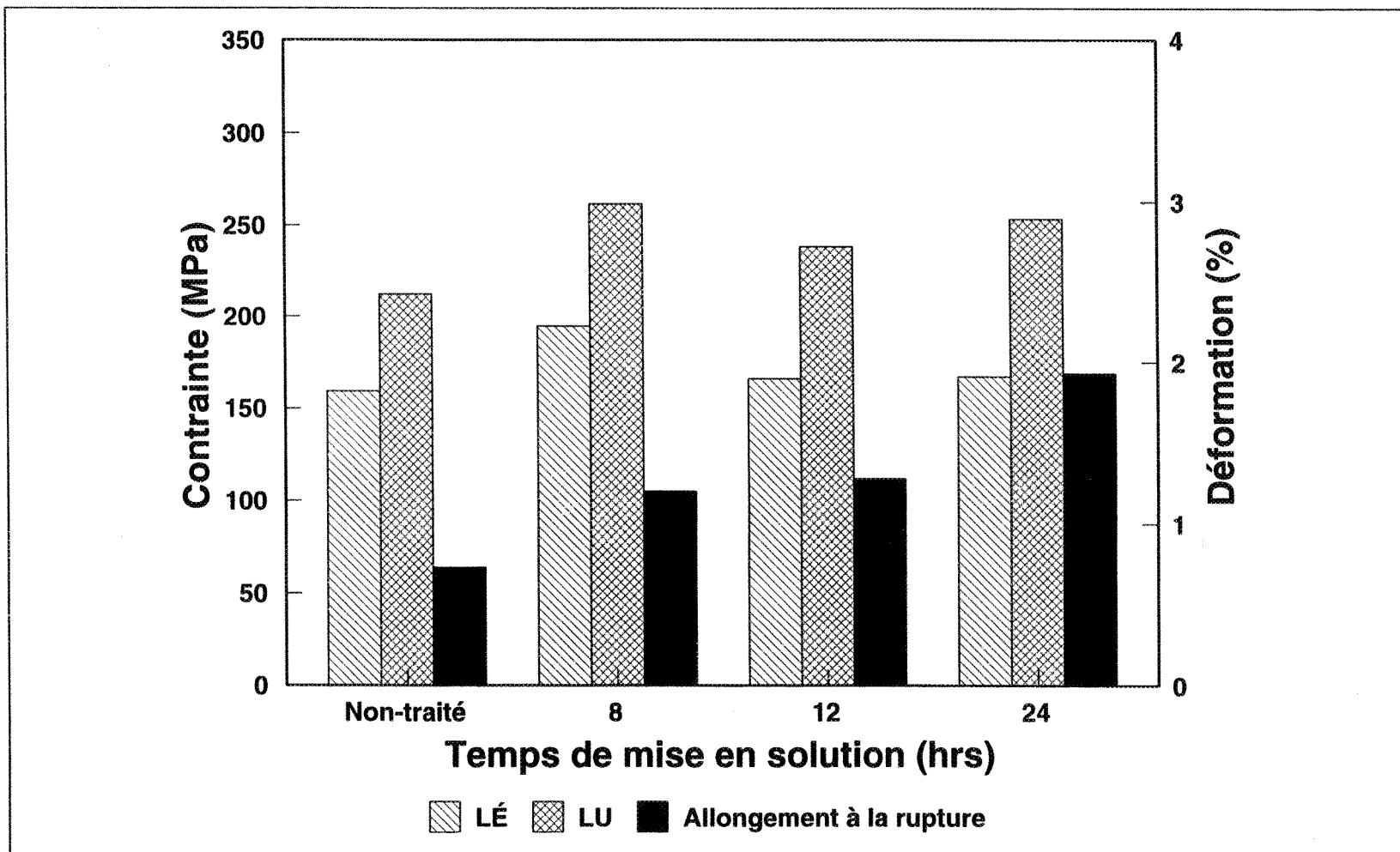


Figure 69 (b) Effet du temps de mise en solution à 510 °C sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant ≈ 0,5 % poids Mg.

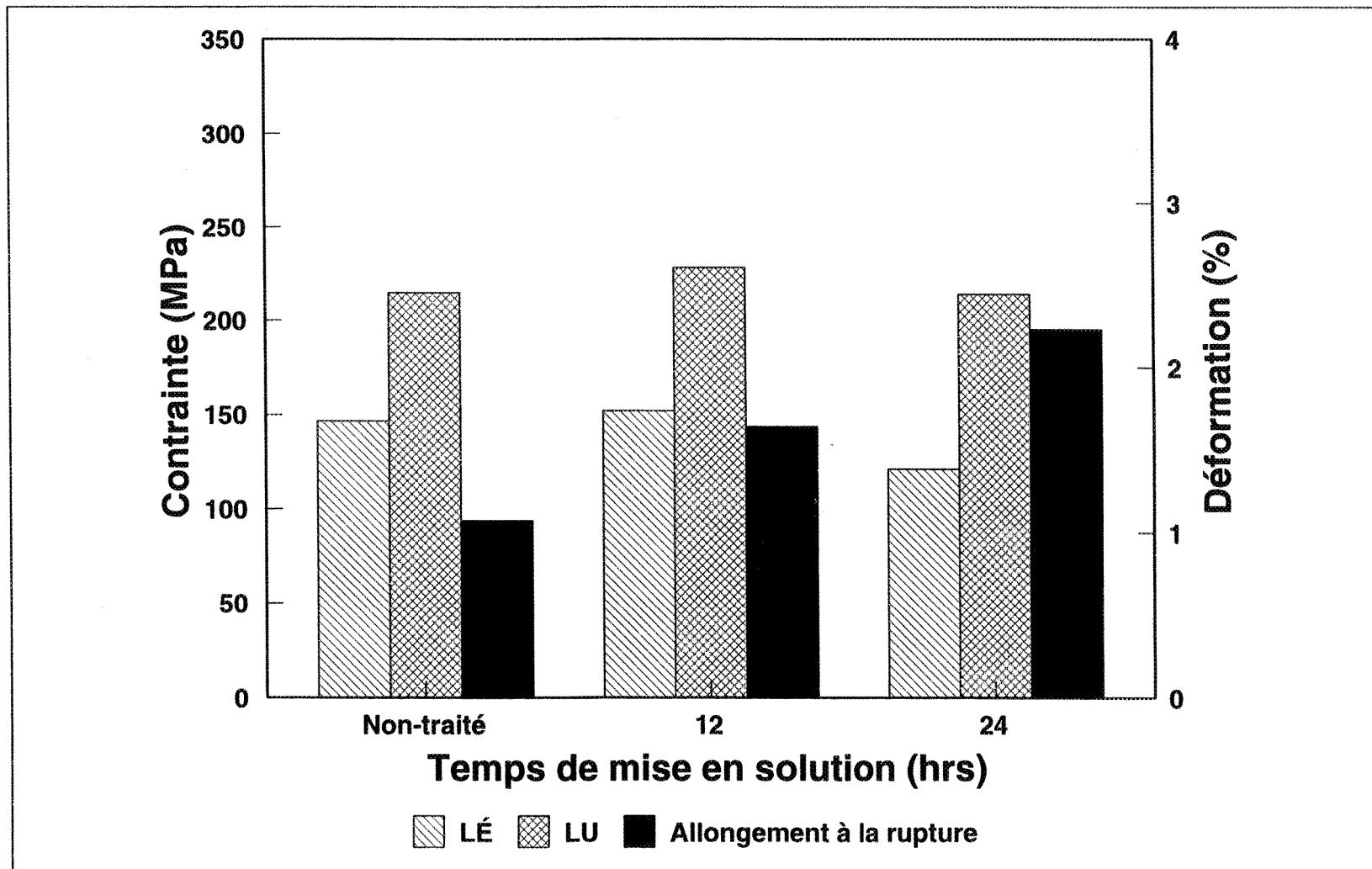


Figure 70 (a) Effet du temps de mise en solution à 480 °C sur les propriétés de l'alliage B.

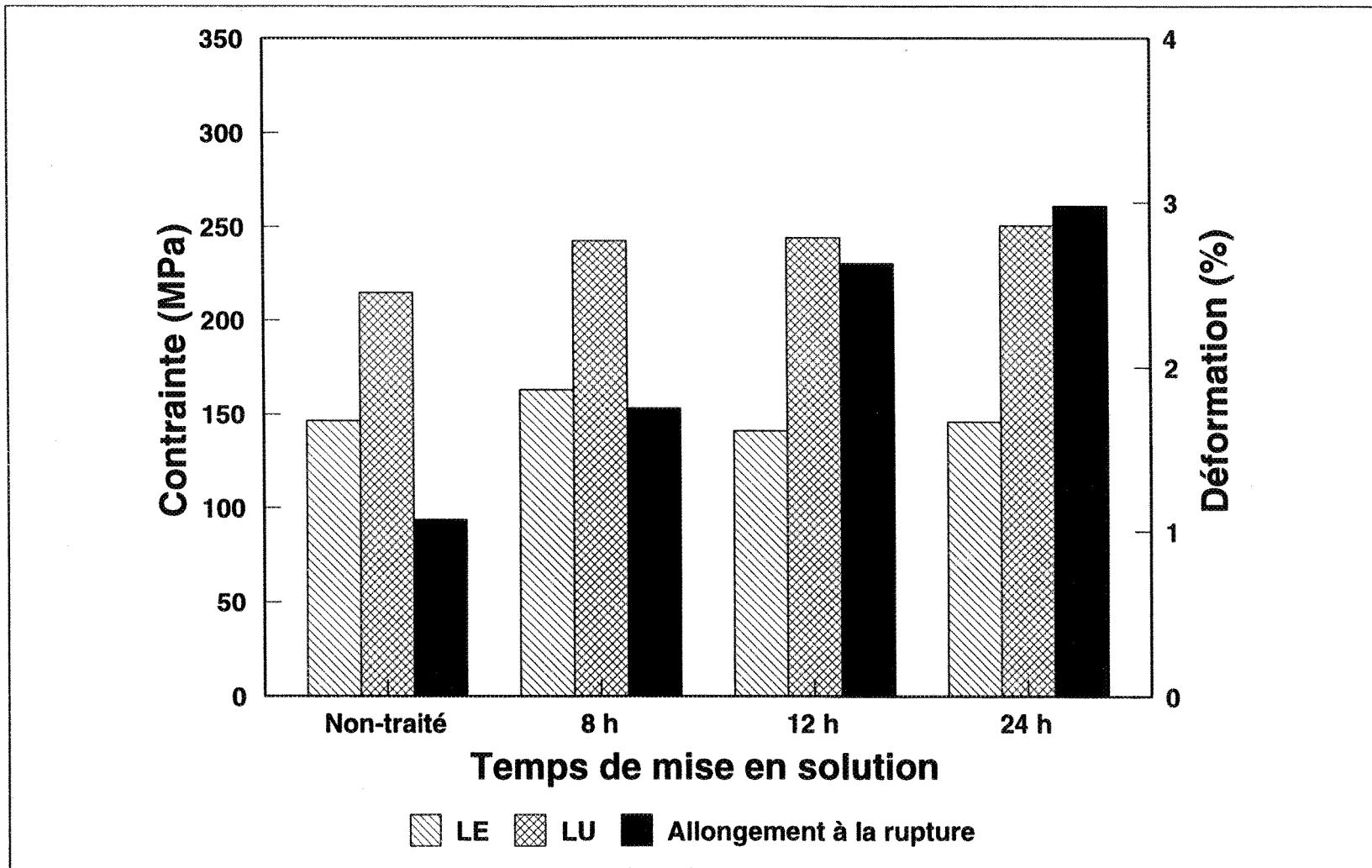


Figure 70 (b) Effet du temps de mise en solution à 510 °C sur les propriétés de l'alliage B.

6.3.2 Traitement de mise en solution en deux paliers

Ce traitement a deux objectifs principaux: premièrement, la dissolution des phases contenant du cuivre à 510 °C, principalement Al_2Cu et $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ et deuxièmement, la sphéroïdisation des particules d'eutectique de silicium et la dissolution de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ à une seconde température plus élevée⁵⁶.

Les propriétés mécaniques des éprouvettes de traction soumises à un traitement de 12 hrs à 510 °C suivi par un traitement de 12 hrs à une température plus élevée (i.e. entre 520 °C et 540 °C) et par une trempe à 480 °C sont illustrées à la figure 71(a) pour l'alliage A contenant ≈ 0,5 % poids Mg et à la figure 71(b) pour l'alliage B. La figure 71(a) montre que l'addition du magnésium limite la température de mise en solution à 520-525 °C. Au delà de cette température, on constate la fusion de certaines phases de cuivres ce qui contribu à la dégradation des propriétés mécaniques.

Ce n'est pas le cas par contre pour l'alliage B puisque la fraction volumique occupée par la phase $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$, dont le point de fusion est bas, est très faible. Un traitement de mise en solution de 24 hrs à 510 °C est sans doute idéal pour l'alliage B comme le montre la figure 71(b). Il est nécessaire de se rappeler que les résultats illustrés sur les figures 71(a) et 71(b) sont des valeurs moyennes provenant de toutes les éprouvettes testées indépendamment de la présence ou de l'absence des taches sombres.

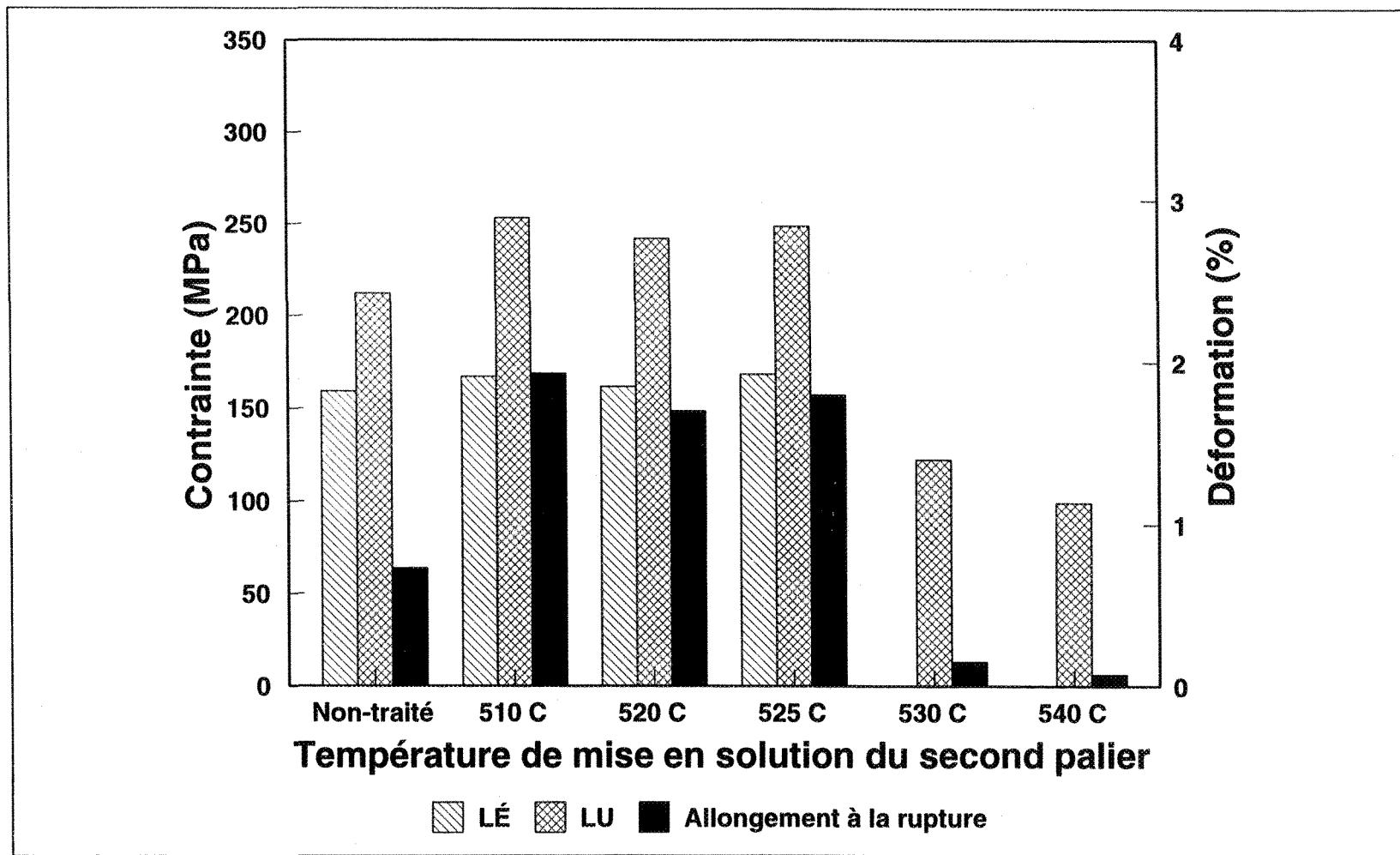


Figure 71 (a) Effet du traitement de mise en solution à deux paliers sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg.

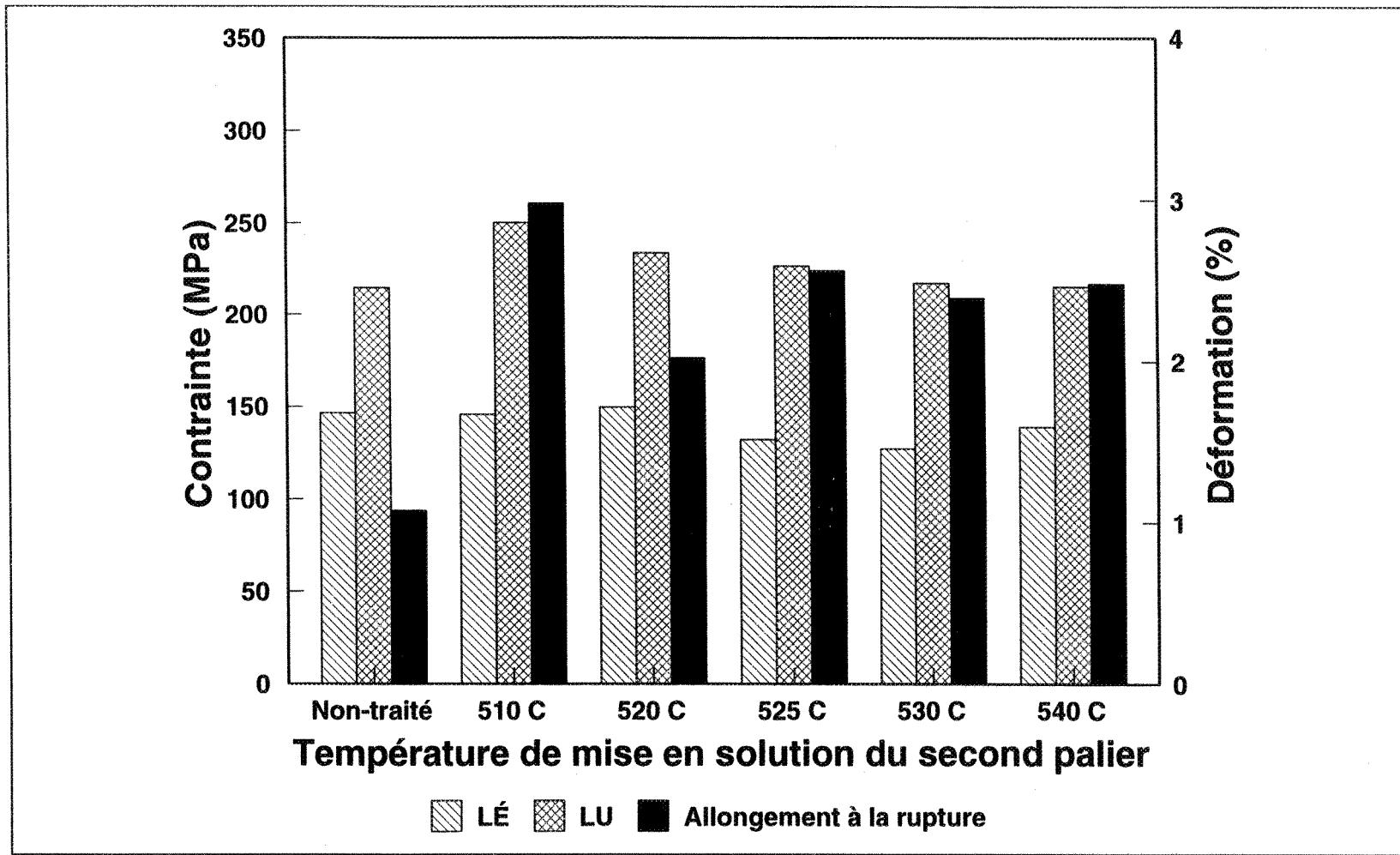


Figure 71 (b) Effet du traitement de mise en solution à deux paliers sur les propriétés mécaniques de l'alliage B.

Afin de confirmer ce phénomène, plusieurs éprouvettes de traction, contenant diverses quantités de Mg, furent chauffées pendant 8 hrs à 510 °C puis à 540 °C pour être trempées par la suite dans l'eau chaude. Comme on le voit sur la figure 72(a) qui correspond à l'alliage A, il y a dégradation des propriétés mécaniques lorsque le titre en magnésium dépasse 0,3 % poids Mg. Néanmoins, les caractéristiques de l'alliage sont de loin inférieures à celles que l'on obtient avec l'alliage non-traité. On peut faire une observation similaire avec l'alliage B (figure 72(b)). On peut supposer que la dissolution complète des phases de cuivre et des aiguilles $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, de même que le changement de morphologie du silicium qui augmente la fraction volumique de l'aluminium dans la matrice, explique l'allongement à la rupture de $\approx 7,5\%$ obtenu avec l'alliage B contenant $\approx 0,6\%$ poids Mg. Il faut également noter que dans le cas de la figure 72(b), seul les propriétés des éprouvettes sans taches sombres ont été comptabilisées.

Pour évaluer l'effet de la température de trempe sur les propriétés mécaniques, il a fallu traité un groupe d'éprouvettes pendant 12 hrs à 510 °C puis pendant 12 hrs à 525 °C. Par la suite, la température fut abaissée jusqu'à 480 ou 510 °C pour la trempe à l'eau chaude. Les résultats sont présentés sur la figure 73, de même que les valeurs obtenues après la trempe directement à 525 °C. Ces données peuvent être comparées avec les propriétés de l'alliage non traité qui sont également sur la figure 73. En se basant sur ces résultats, on peut affirmer que la température de trempe idéale est 510 °C.

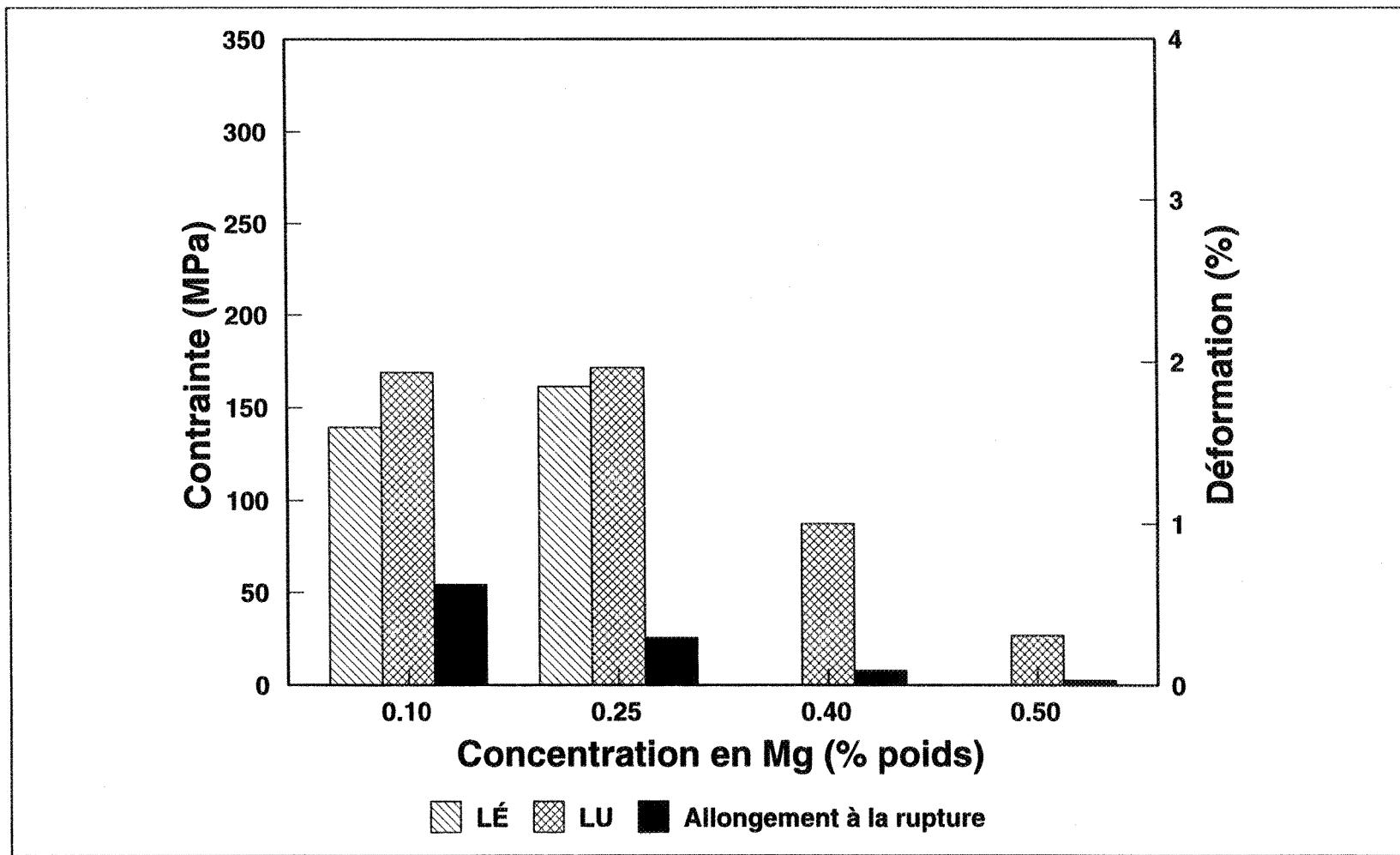


Figure 72 (a) Effet du contenu en Mg sur les propriétés mécaniques de l'alliage A mis en solution pendant 8 hrs à 510 °C puis pendant 12 hrs à 540 °C.

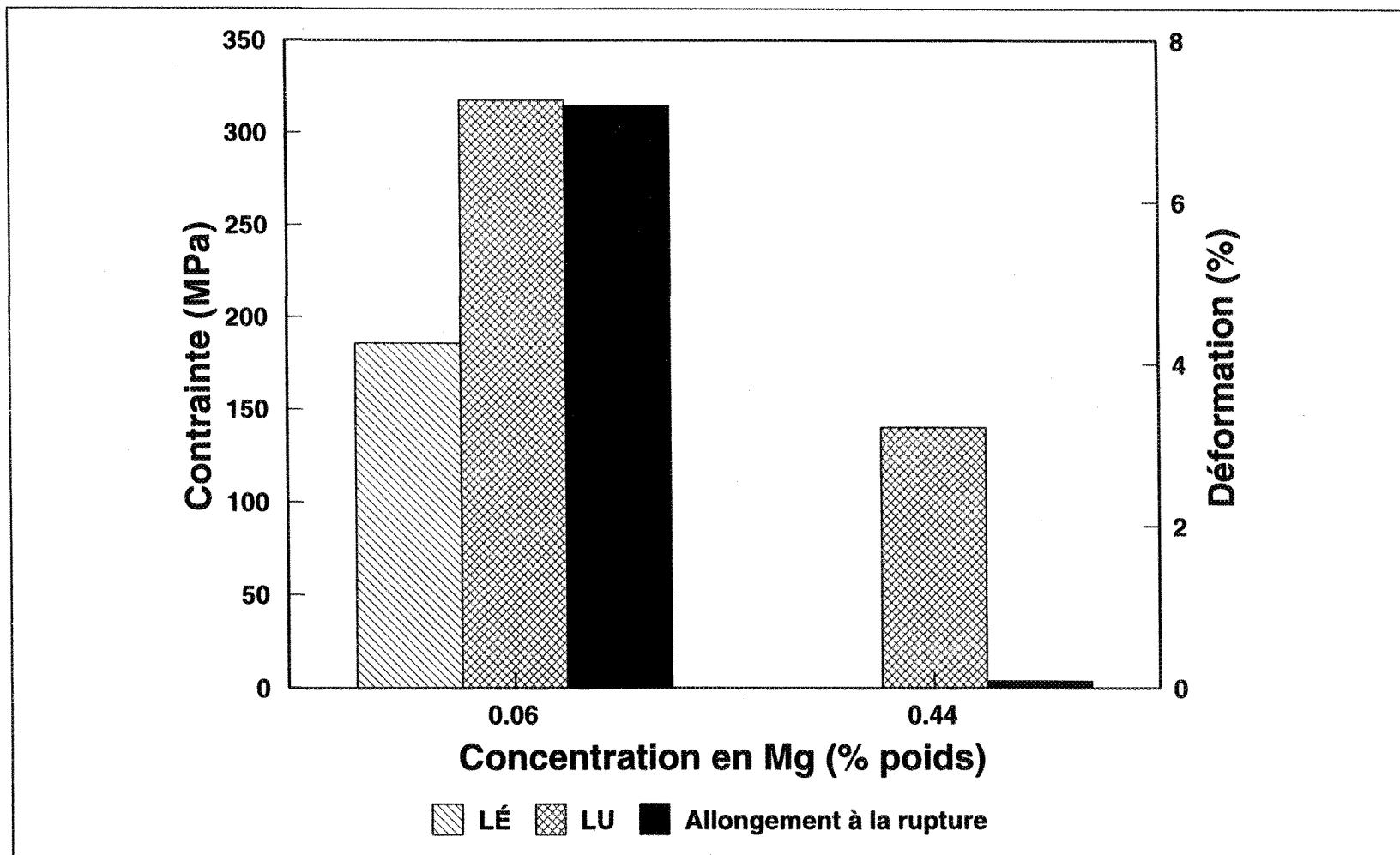


Figure 72 (b) Effet du contenu en Mg sur les propriétés mécaniques de l'alliage B mis en solution pendant 8 hrs à 510 °C puis pendant 12 hrs à 540 °C.

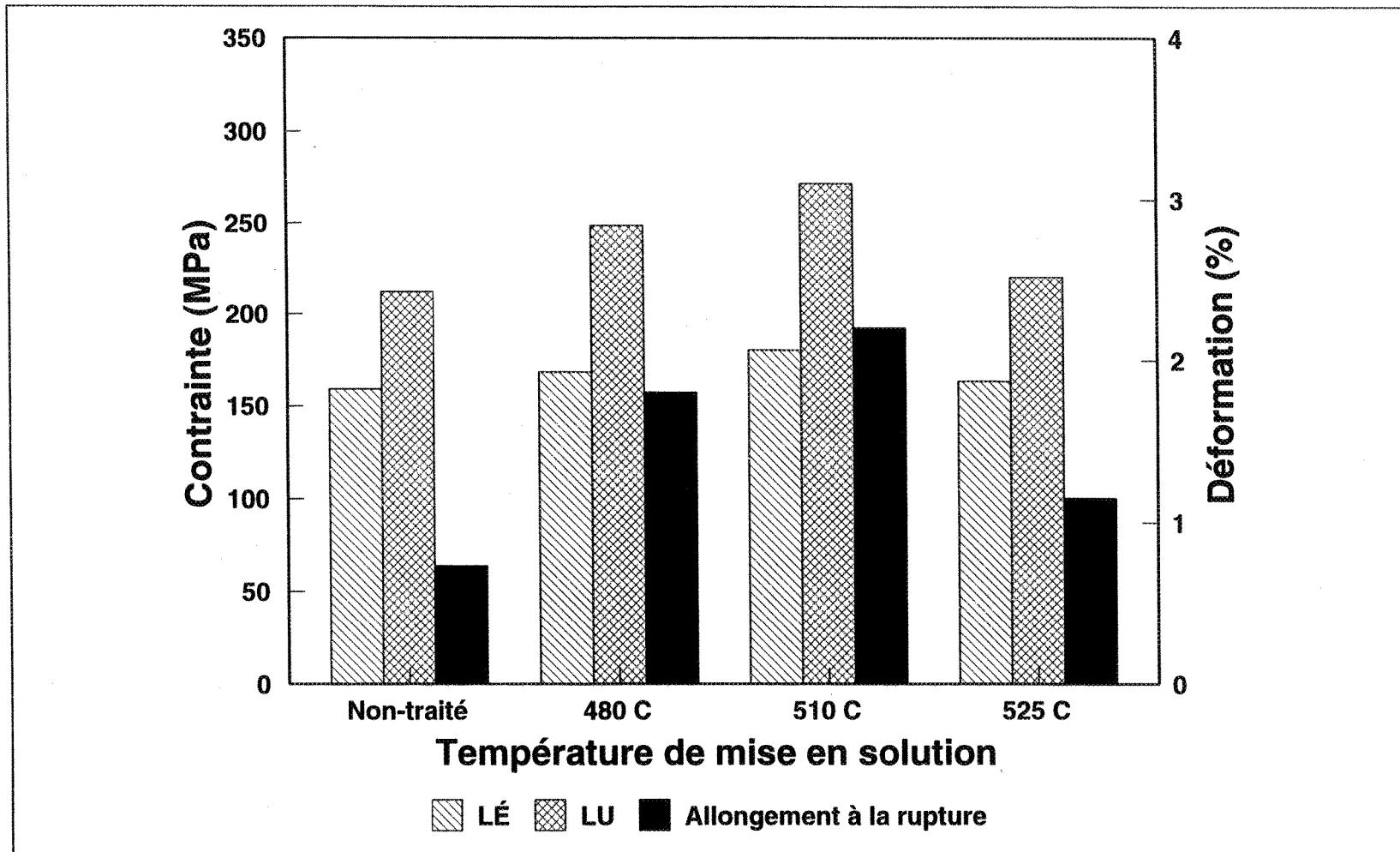


Figure 73 Effet de la température de trempe sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg.

6.4 VIEILLISSEMENT

La réponse au vieillissement des alliages Al-Si-Mg fut étudiée par Apelian et al.²⁴. La précipitation de fines particules β' -Mg₂Si pendant le vieillissement permet une amélioration prononcée de la résistance de ces alliages. Les propriétés finales sont déterminées à la fois par la température et la durée du traitement. Selon ces travaux, il fut établi qu'une augmentation de 10 °C est équivalente à une augmentation du temps de traitement par un facteur de deux. Avec l'addition du cuivre au système Al-Si-Mg, on prévoit la précipitation de la phase Θ (Al₂Cu) qui contribue elle aussi au durcissement de l'alliage. La ductilité réagit inversement à ces divers procédés¹⁷.

Le tableau 14 montre les propriétés obtenues à partir des éprouvettes mises en solution (selon les traitements de mise en solution du tableau 12) et vieillies pendant 5 hrs à 158 °C puis refroidies à l'air ambiant. Il est intéressant de noter que la diminution des propriétés mécaniques due aux taches sombres est moins importante après le traitement de vieillissement. La figure 74 présente les propriétés mécaniques moyennes en fonction du type de traitement de mise en solution. Apparemment, le traitement HTE donne les meilleurs résultats que ce soit pour la résistance ou pour la ductilité. Cette situation s'explique par une meilleure dissolution des phases de cuivre et par la sphéroïdisation des particules de l'eutectique de silicium dans le cas de ce traitement. D'après des résultats antérieurs⁵⁷, la mise en

solution à 520 °C ne permet pas de mettre la phase β -Al₅FeSi en solution dans la matrice d'aluminium.

Sokolowski et al.³¹ ont proposé le vieillissement artificiel pendant 5 hrs à 250 °C après la mise en solution (traitement T7) de l'alliage 319. Ce traitement fut mis à l'essai dans le cadre de ce travail. Les éprouvettes de traction furent chauffées pendant 12 hrs à 510 °C puis trempées à l'eau chaude (60 °C) pour être vieillies dans les conditions suggérées par Sokolowski et al. Les résultats sont illustrés sur la figure 75. Il est évident que l'allongement à la rupture maximal est de l'ordre de 1 %. L'effet des taches sombres est encore notable.

Les propriétés mécaniques moyennes obtenues avec les traitements de sous-vieillissement et de survieillissement sont comparées sur la figure 76. Le survieillissement réduit la résistance de l'alliage et n'améliore pas la ductilité de manière appréciable. Du point de vue des propriétés mécaniques, le traitement de sous-vieillissement est préférable.

Tableau 14 Effet de la présence des taches sombres sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant $\approx 0,5$ % poids Mg. Les éprouvettes ont été soumises aux traitements de mise en solution énumérés au tableau 12 et vieillies pendant 5 hrs à 158 °C.

Code	Tache sombre	L.E. (MPa)	Écart-type	L.U. ^{..} (MPa)	Écart-type	Déformation (%)	Écart-type	Pourcentage des éprouvettes ⁺ (%)
HTA [#]	Oui	-	-	268,0	15,4	0,2	0,1	58
	Non	277,0	7,3	300,3	4,5	0,3	0,1	42
	Moyenne	275,3	10,0	281,5	20,0	0,2	0,1	
HTB	Oui	280,3	12,3	309,9	14,1	0,5	0,2	60
	Non	272,5	12,3	327,8	12,2	0,8	0,1	40
	Moyenne	277,4	12,8	317,0	16,0	0,6	0,2	
HTC	Oui	274,6	1,9	300,2	16,4	0,5	0,2	40
	Non	272,8	7,0	310,5	16,5	0,6	0,2	60
	Moyenne	273,6	5,5	306,4	17,2	0,6	0,2	
HTD	Oui	292,1	5,4	300,7	18,3	0,3	0,2	64
	Non	268,9	14,4	273,0	16,5	0,2	0,1	36
	Moyenne	284,4	14,4	290,8	22,0	0,3	0,2	
HTE	Oui	274,6	1,9	300,2	16,4	0,6	0,2	38
	Non	272,9	6,5	310,5	16,5	0,5	0,2	62
	Moyenne	273,6	5,5	306,4	17,2	0,6	0,2	

[.] Limite élastique

^{..} Limite ultime

^{..} Allongement à la rupture

⁺ Calculé sur 15 éprouvettes de traction

[#] vieilli (5 hrs/158 °C)

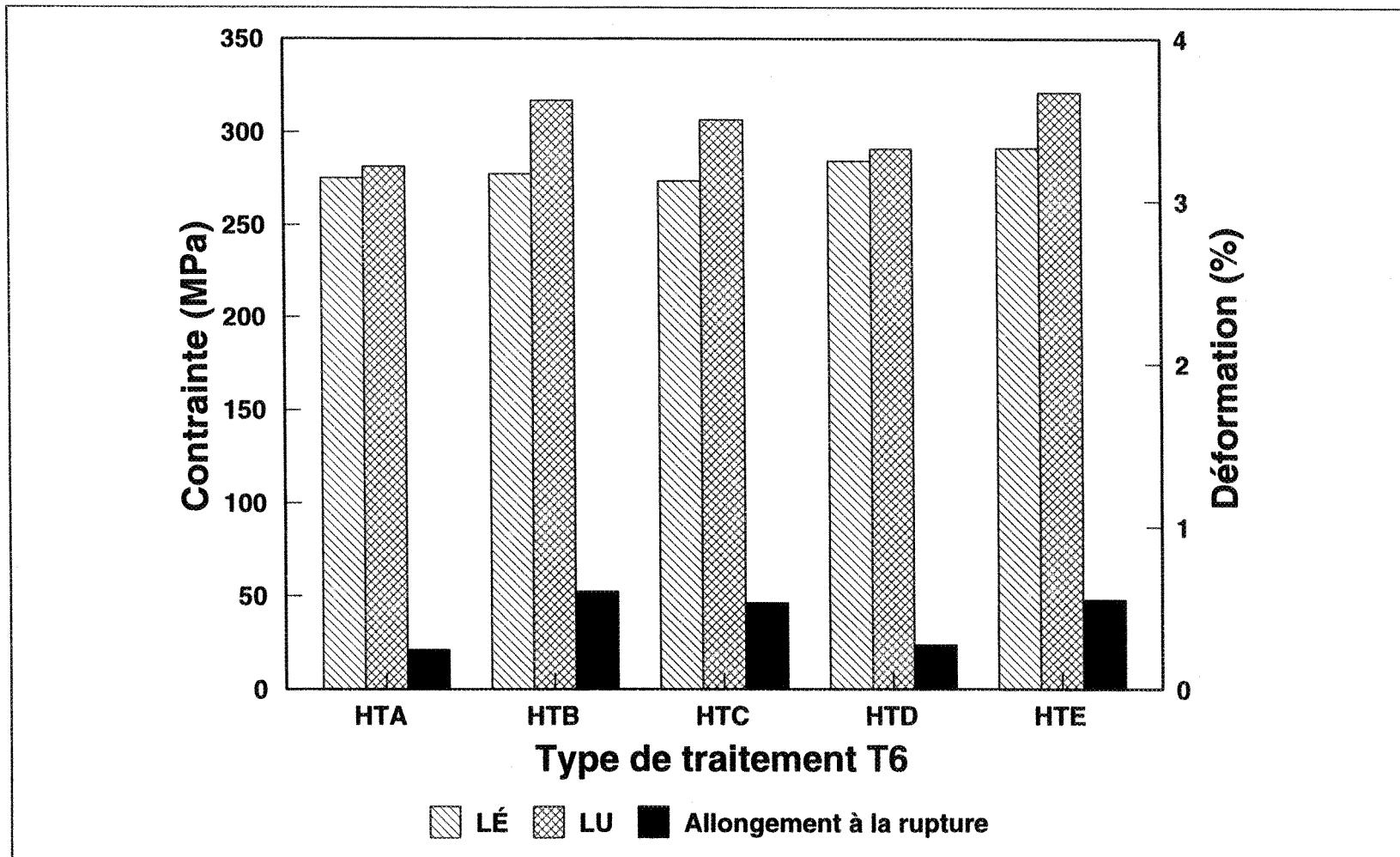


Figure 74 Effet du vieillissement à 158 °C pendant 5 hrs sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant ≈ 0,5 % poids Mg.(détails des traitements de mise en solution au tableau 11).

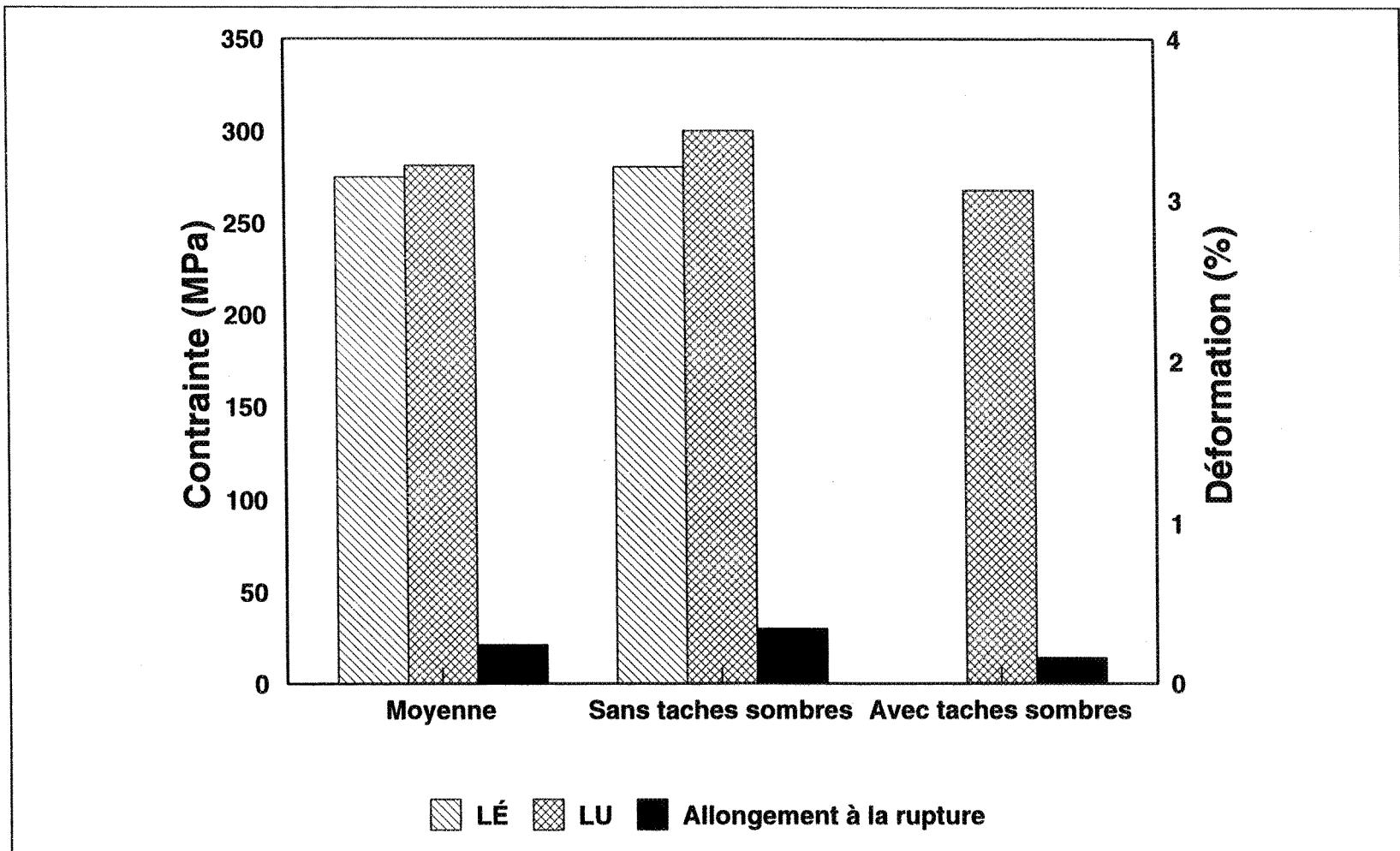


Figure 75 Effet du traitement T7 (5 hrs à 250 °C) sur les propriétés mécaniques de l'alliage A contenant ≈ 0,5 % poids Mg. (avec mise en solution pendant 12 hrs à 510 °C).

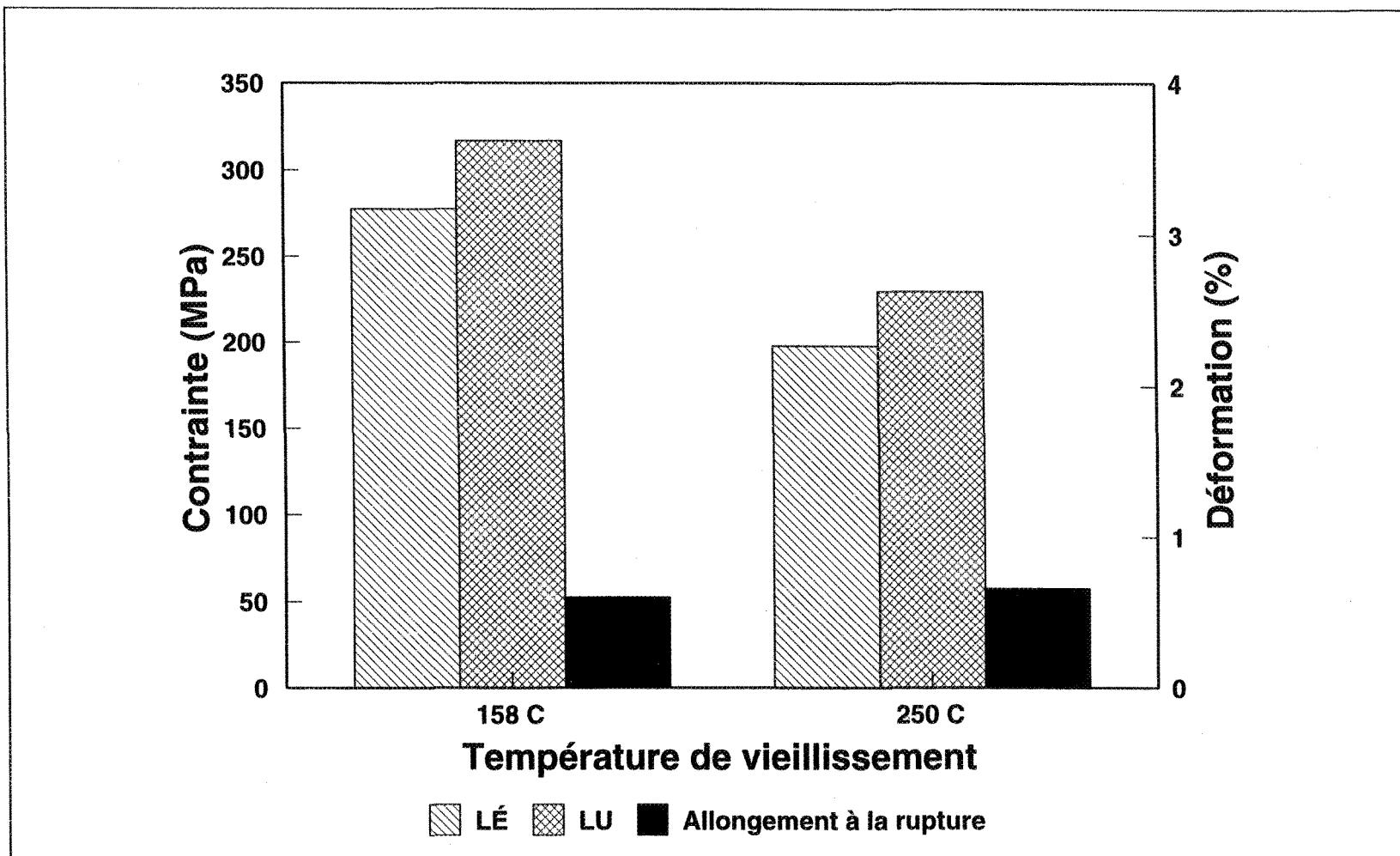


Figure 76 Comparaison de la réponse au vieillissement de l'alliage A ($\approx 0,5\%$ poids Mg) après la mise en solution (12 hrs/510 °C). Vieillissement de 5 hrs à 158 °C ou 250 °C.

CHAPITRE 7

ÉTUDES DE LA MICROSTRUCTURE ET DU MODE DE RUPTURE DES ÉPROUVETTES DE TRACTION

CHAPITRE 7

ÉTUDES DE LA MICROSTRUCTURE ET DU MODE DE RUPTURE DES ÉPROUVETTES DE TRACTION

7.1 INTRODUCTION

DasGupta et al.³² ont effectué plusieurs études concernant l'effet de l'addition du magnésium sur la microstructure de l'alliage 319 non modifié. Ils ont trouvé essentiellement des cristaux de silicium angulaires ou en forme de plaquettes dans le métal non traité ou ayant subi un traitement thermique T5. Ces cristaux de silicium sont responsables de la ductilité plutôt faible de cet alliage. La quantité de strontium optimale permettant de modifier adéquatement la structure eutectique de l'alliage 319 non traité se situe entre $\approx 0,035$ et $0,06\%$ poids de Sr. L'augmentation du niveau de Mg a un effet négligeable sur la microstructure de l'alliage 319 non traité et modifié au Sr (coulé dans un moule en sable ou permanent).

Certains travaux⁶⁴ ont démontré que la température de solidification finale de l'alliage 319 non modifié (contenant $0,06\%$ poids Mg et refroidi à $\approx 10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$) se situe à $498\text{ }^{\circ}\text{C}$. Les gammes de températures suggérées pour les traitements thermiques à l'équilibre et hors-équilibre sont illustrées sur la figure 77.

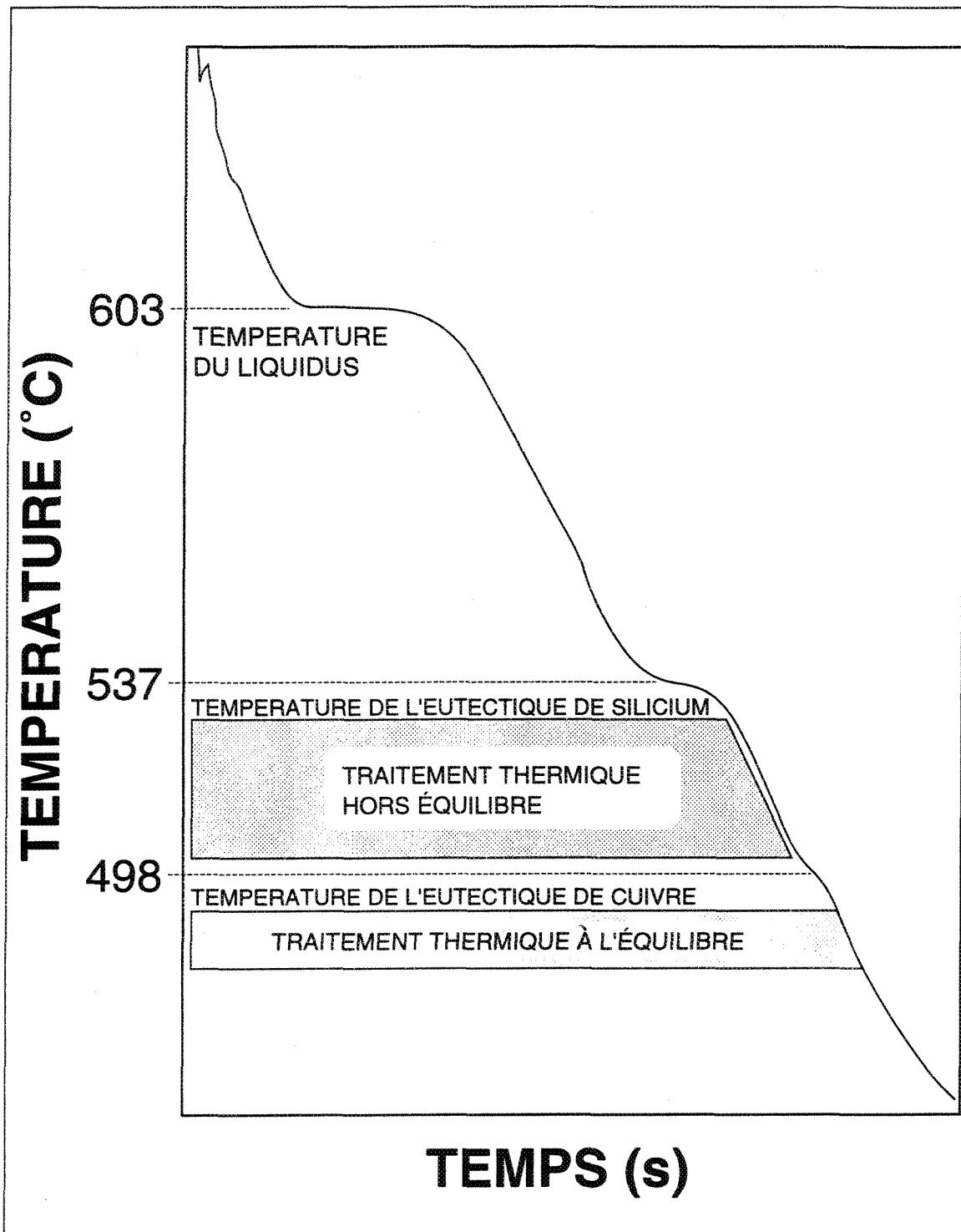


Figure 77 Schéma illustrant les gammes de températures pour les traitements de mise en solution à l'équilibre et hors-équilibre.

Récemment, Gauthier et al.²⁹ ont effectué une recherche intensive sur les changements microstructuraux qui se produisent dans l'alliage 319.2 (contenant 0,06 % poids Mg) pendant le traitement de mise en solution. La température idéale de mise en solution se situe à 515 °C. Une température plus élevée favorise la fusion partielle de la phase Al₂Cu créant ainsi des porosités et un type de phase sans structure pendant la solidification. Ces phénomènes contribuent à diminuer les propriétés mécaniques du métal. Les auteurs proposent deux traitements de mise en solution pouvant servir d'alternatives au traitement conventionnel:

- i) Mise en solution pendant une courte période à 540 °C pour permettre la sphéroïdisation des particules de silicium puis refroidissement lent jusqu'à 515 °C, maintien de cette température pendant une heure pour permettre à la phase Al₂Cu de se solidifier correctement et finalement trempe à l'eau chaude (60 °C).
- ii) Mise en solution pendant 12 hrs à 515 °C puis pendant 12 hrs à 540 °C. Ce traitement permet la dissolution complète des phases Al₂Cu et β-Al₅FeSi, ce qui contribue au durcissement et à la ductilité de l'alliage.

Des études précédentes^{57,65} menées par notre groupe de recherche montrent que la dissolution de l'eutectique (Al + Al₂Cu) se produit à une température

approchant la température finale de solidification (i.e. 480 °C). Le phénomène peut être accéléré avec une augmentation de la température de mise en solution (505 - 515 °C). La dissolution de la phase de cuivre eutectique dans la matrice d'aluminium se produit après la fragmentation des particules en plus petits segments qui entrent graduellement en solution avec le temps. On peut remarquer des traces de phase eutectique par la présence de fines particules de silicium ayant précipitées le long de l'eutectique pendant sa formation⁵⁷.

Ce chapitre présente les changements dans la microstructure des éprouvettes de traction d'alliage 319 (coulées dans un moule métallique Stahl) contenant 0,06 % et 0,5 % poids Mg et soumises à des traitements de mise en solution à un ou deux paliers dans une gamme de températures allant de 480 °C jusqu'à 540 °C. L'alliage 319.2 (désigné comme alliage B) a servi de référence puisque d'une part, il contient de faibles pourcentages de Mg, Fe, Mn et Cu et que d'autre part, notre groupe dispose d'une vaste expérience avec cet alliage de même qu'une somme d'informations considérable le concernant.

7.2 RÉSULTATS ET DISCUSSION

7.2.1 Changements microstructuraux

7.2.1.1 Alliage non traité

La figure 78(a) montre la microstructure de l'alliage A après la coulée. Les particules de silicium ayant précipité sous forme de cristaux allongés ressemblant à des bâtonnets sont typiques de la microstructure des alliages non modifiés. On peut également voir différents types de phases mélangées aux particules de silicium dans les zones interdendritiques soit les phases de fer $\text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$ et $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ ainsi que les diverses phases de cuivre, principalement Al_2Cu . En diminuant la concentration de magnésium, de fer et de manganèse (i.e. alliage B) on constate une baisse de la quantité de phases intermétalliques contenu dans l'alliage. La forme et la fraction volumique de la phase Al_2Cu ne semble pas affectée par cette diminution (figure 78(b)).

L'augmentation du titre en magnésium semble éléver considérablement la fraction volumique occupée par les phases contenant du cuivre ce qui entre en contradiction avec les résultats publiés par DasGupta et al.³⁴. On peut également observer que les particules de ces phases ont tendance à s'accumuler dans les zones laissées vacantes par les particules de silicium. Sur la figure 79(a), qui montre

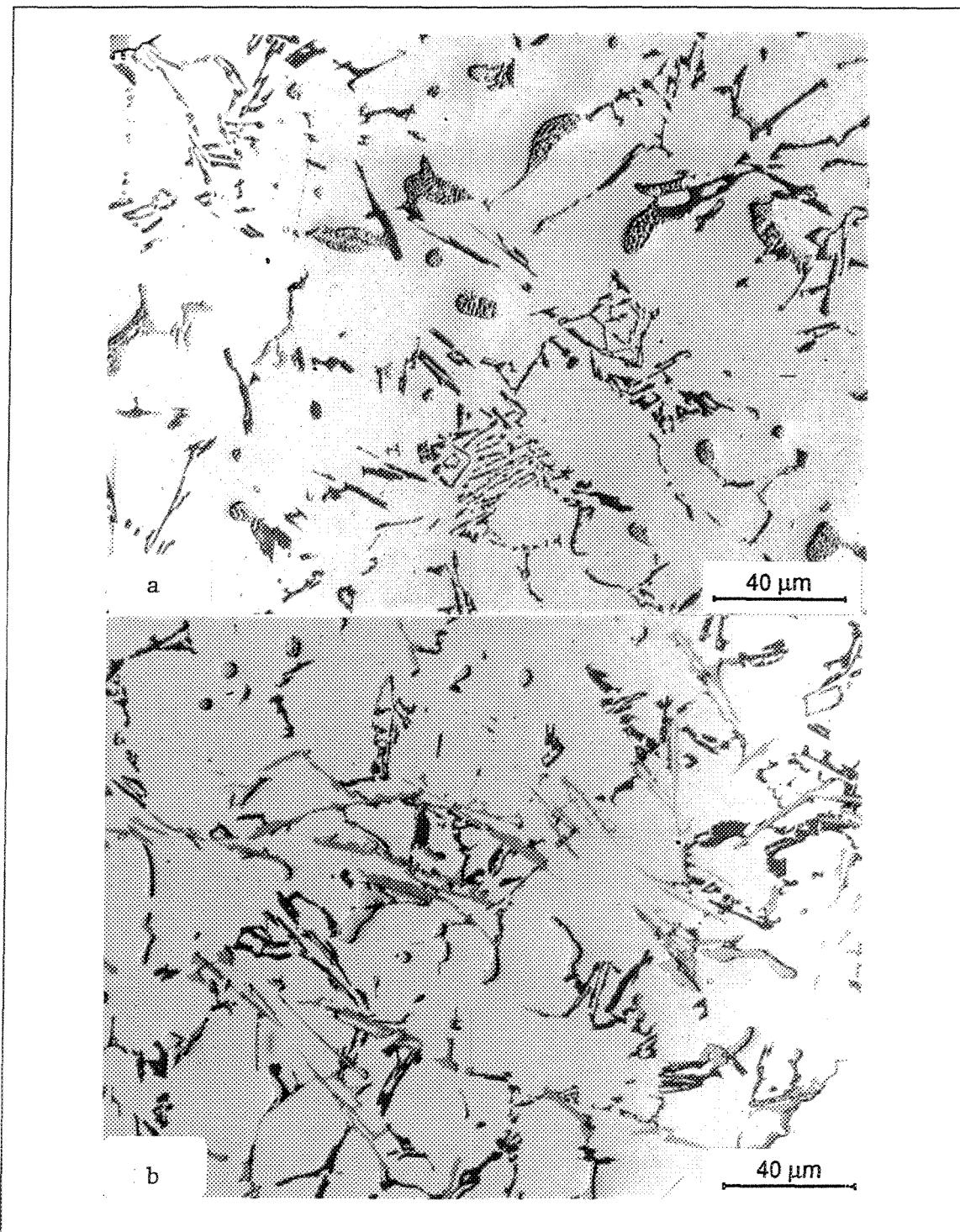


Figure 78 Microstructure des alliages 319 non modifiés: (a) alliage A, (b) alliage B.

la microstructure de l'alliage A non traité contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg, on remarque la présence de particules grossières qui sont probablement un mélange des phases Al_2Cu , $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Si}_6$ et $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$. Ces particules se forment à l'intérieur de la matrice d'aluminium ou à l'interface d'autres constituants déjà présents dans le métal comme le silicium ou d'autres particules intermétalliques. Apparemment, l'addition du magnésium ne change pas le mécanisme de précipitation de la phase Al_2Cu peu importe la forme qu'elle soit cuboïde ou eutectique ($\text{Al} + \text{Al}_2\text{Cu}$) (figure 79(b)). On remarque des constituants similaires dans l'alliage B (figure 80)⁵².

Plusieurs chercheurs⁶⁶⁻⁶⁸ mentionnent que la modification avec une petite quantité de Sr ($\approx 250 - 300$ ppm) change la forme en aiguille de l'eutectique de silicium, ce qui améliore les propriétés mécaniques de l'alliage et la ductilité en particulier. Par contre, l'addition du strontium favorise la ségrégation des particules de la phase Al_2Cu à certains endroits dans la matrice d'aluminium comme on peut le voir sur la figure 81(a). Samuel et al.⁵¹ ont proposé un modèle schématique permettant d'expliquer le mécanisme qui cause ce phénomène et qui a été observé également par Mulazimoglu et al.⁴³. La figure 81(b) montre la microstructure de l'alliage A à haute teneur en magnésium et modifié avec ≈ 250 ppm Sr. On peut voir une nette différence au niveau des dimensions et de la fraction volumique des phases de cuivre.

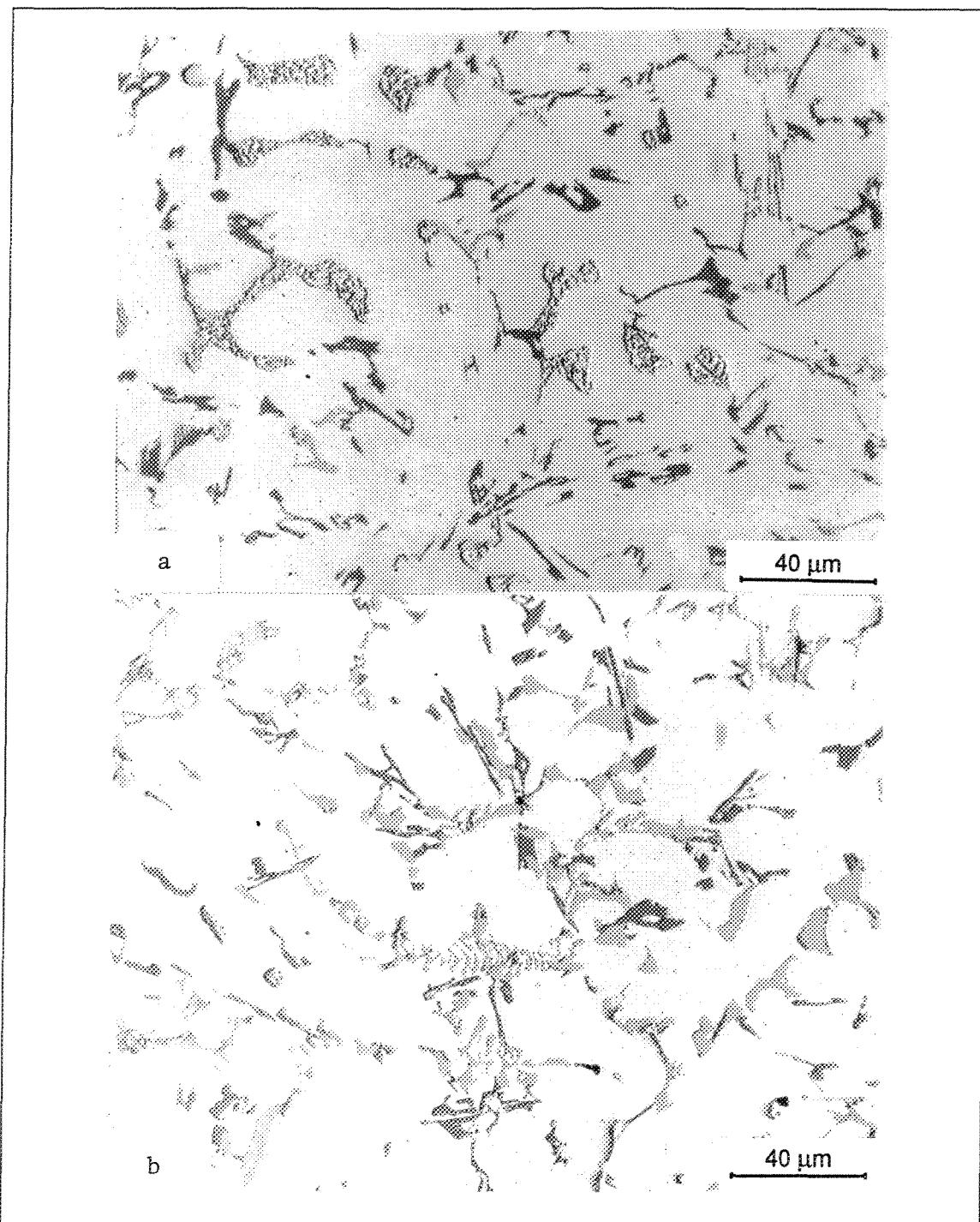


Figure 79 Microstructure de l'alliage A non traité avec $\approx 0,5\%$ poids Mg: (a) particules grossières de phases contenant du cuivre, (b) phase eutectique Al_2Cu .

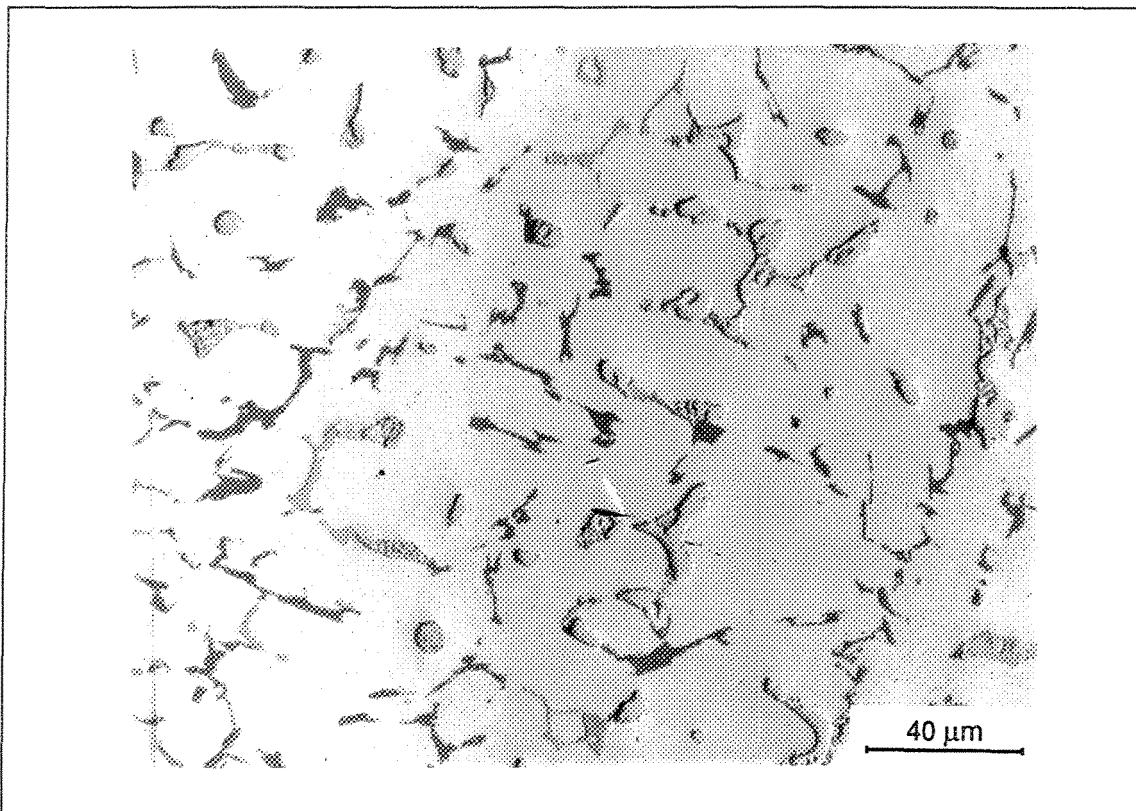


Figure 80 Microstructure de l'alliage B non traité avec $\approx 0,5\%$ poids Mg.

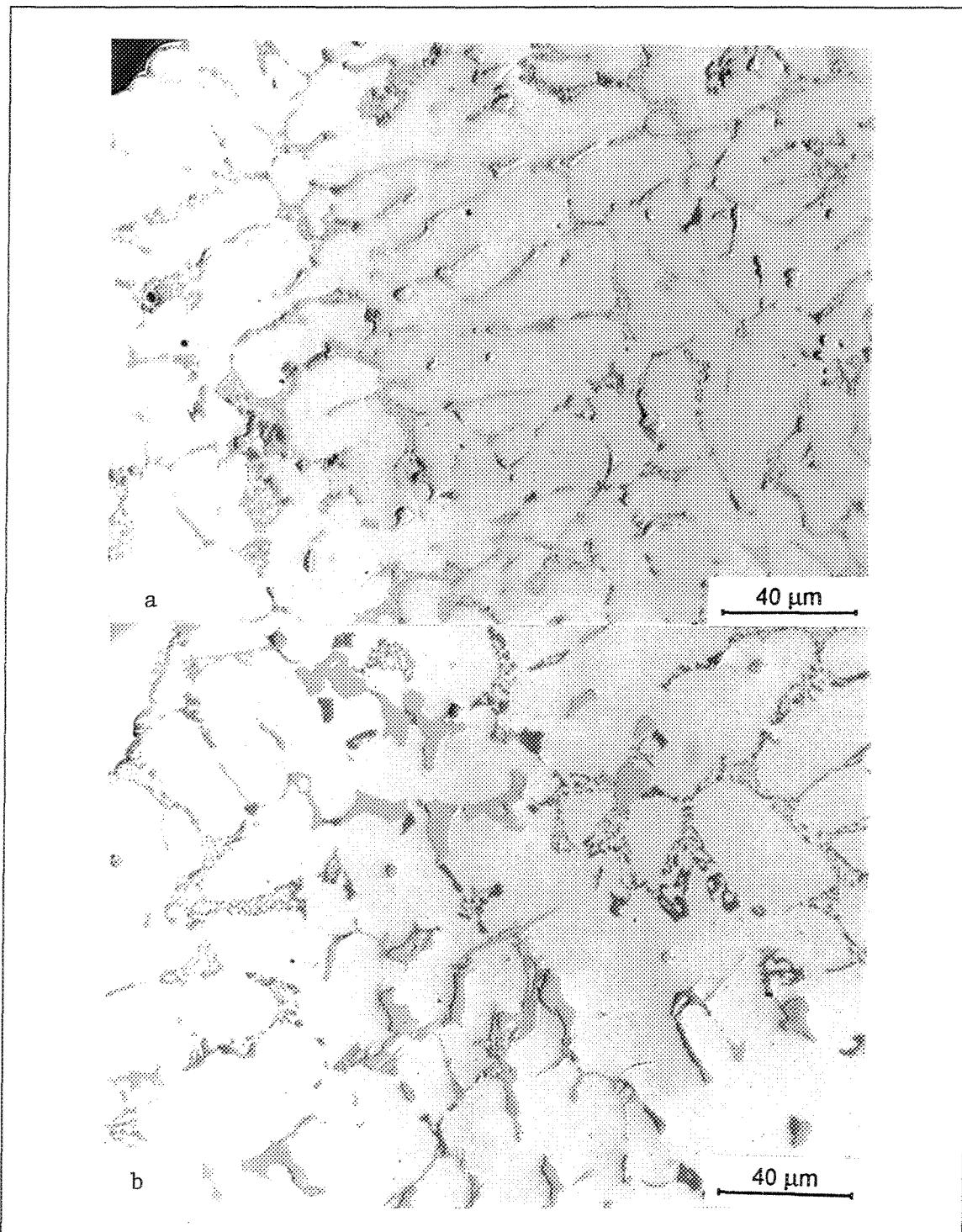


Figure 81 Microstructure de l'alliage A modifié contenant: (a) 0,1 % poids Mg et (b) 0,5 % poids Mg.

7.2.1.2 Traitement de mise en solution à palier unique

Le taux de dissolution de la phase Al_2Cu dans l'alliage B fut mesuré par Samuel et al.⁵⁷ (figure 82). Il est évident que la mise en solution pendant 8 hrs à 515 °C ne permet la dissolution que de 45 % de la phase Al_2Cu ayant précipité pendant la solidification. En prolongeant le traitement pendant 24 hrs (à la même température), il est possible de dissoudre 75 % de la phase existante avant le traitement. Au delà de 24 hrs, le processus de mise en solution est beaucoup plus lent.

La microstructure des éprouvettes de traction (alliage A contenant divers pourcentages poids de Mg et de Sr) traitées pendant 8 hrs à 510 °C et trempées à l'eau chaude (\approx 60 °C) est présentée sur les figures 83(a) à 83(c). Les principales observations qui ont été effectuées sont:

- i) La dissolution de la phase Al_2Cu est précédée par la fragmentation des particules en plusieurs petits segments (encerclés sur la figure).
- ii) La quantité non dissoute de phases contenant du cuivre est plus élevée dans les alliages contenant plus de magnésium.

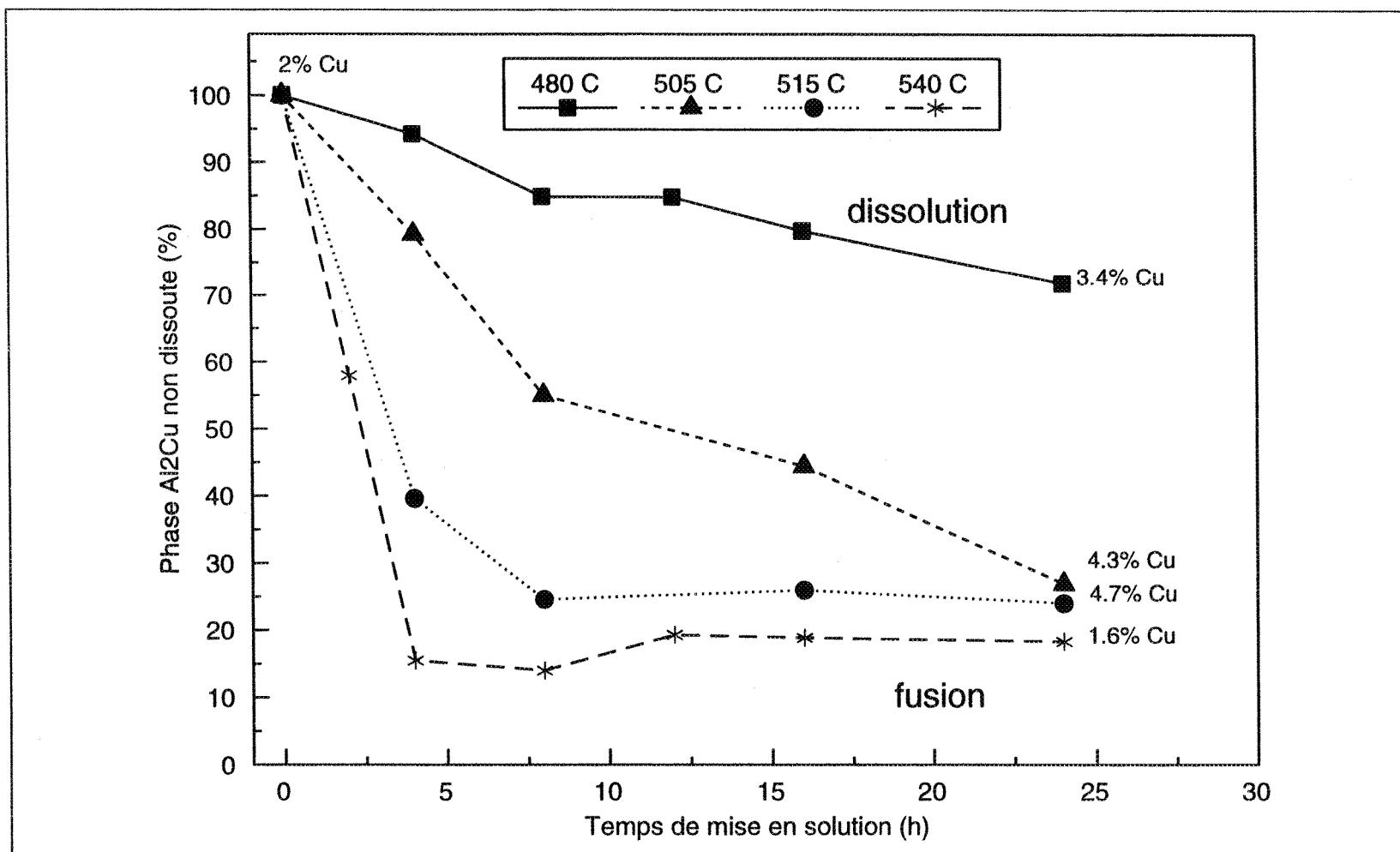


Figure 82 Dissolution de la phase Al_2Cu pour différents traitements de mise en solution dont les températures varient entre 480 et 540 °C.

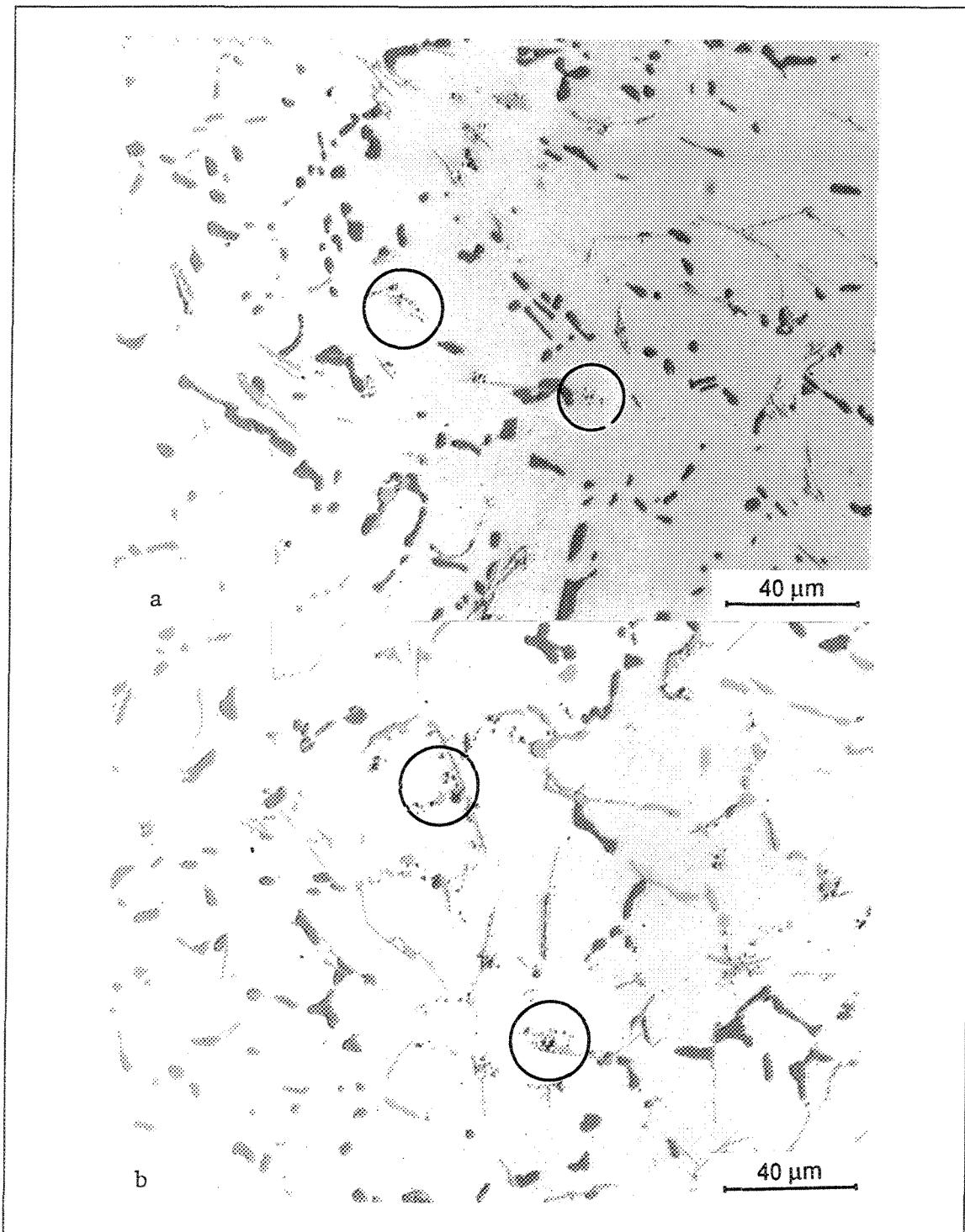


Figure 83 Microstructure de l'alliage A traité pendant 8 hrs à 510 °C: (a) alliage de base, (b) alliage de base contenant 0,5 % poids Mg.

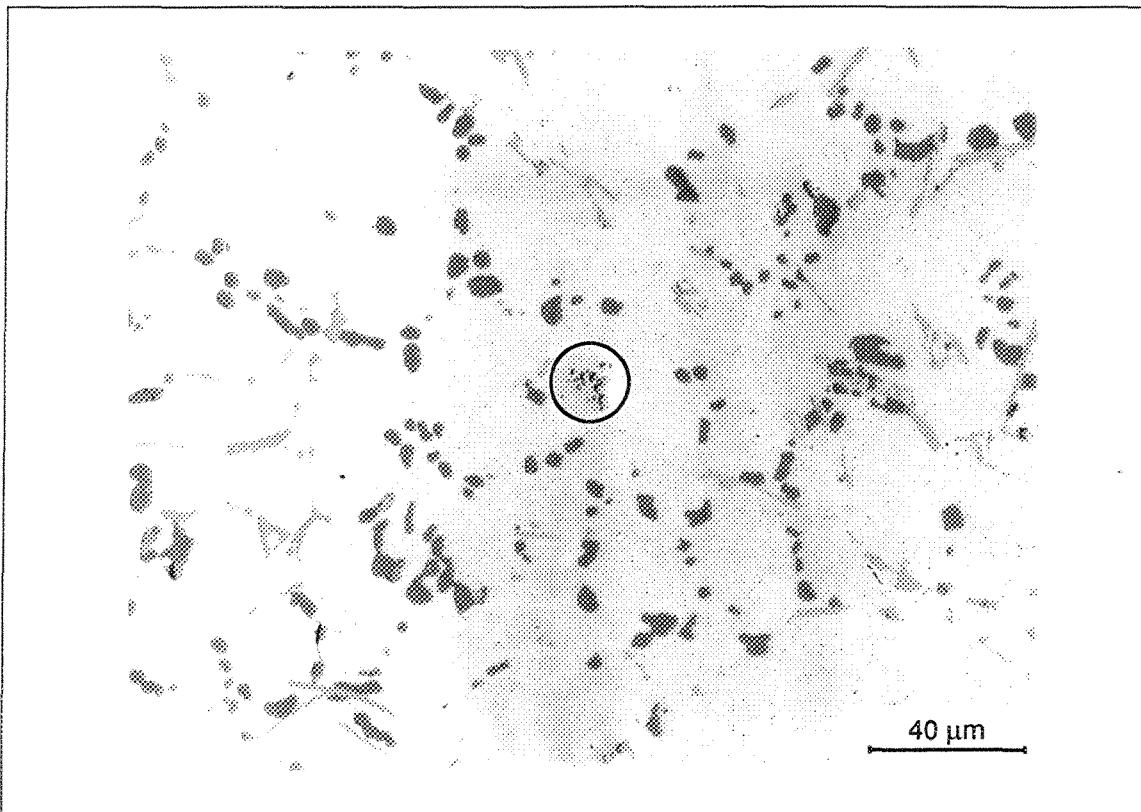


Figure 83 Microstructure de l'alliage A traité pendant 8 hrs à 510 °C: (c) alliage de base contenant 0,5 % poids Mg et 0,025 % poids Sr.

- iii) Le Sr ne joue aucun rôle particulier dans le processus de mise en solution des phases contenant du cuivre.
- iv) Les aiguilles β - Al_6FeSi résistent à la mise en solution même après ce traitement.

7.2.1.3 Mise en solution à deux paliers

Les éprouvettes de traction furent traitées pendant 12 hrs à 510 °C puis pendant 12 hrs à 510, 520, 525 ou 540 °C. Après le deuxième palier, la température fut abaissée à 480 °C avant la trempe pour permettre la solidification des phases ayant fondu pendant le traitement de mise en solution.

Les figures 84(a) et 84(b) montrent la microstructure obtenue après un traitement à deux paliers avec comme seconde température, 510 °C et 540 °C respectivement. Les flèches que l'on peut voir sur la figure 84(b) indiquent une phase Al_2Cu ayant possiblement fondu. On peut toutefois constater sur cette figure que la morphologie du silicium est devenue plus grossière et que la fraction volumique occupée par la matrice d'aluminium est plus élevée. L'impact de ces changements dans la microstructure est visible sur la figure 85 où l'on peut voir que l'allongement à la rupture est de $\approx 9\%$ (avec une résistance mécanique assez élevée).

Un traitement de mise en solution de 24 hrs à 510 °C sur l'alliage A contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg donne le type de microstructure que l'on retrouve sur la figure 86(a). En comparant avec la figure 84(a), il est évident qu'une proportion significative des phases contenant du cuivre (Al_2Cu ou Al_2CuMgSi) ne s'est pas dissoute dans la matrice. En d'autres termes, la dissolution de ces phases est extrêmement lente ce qui signifie que la température du deuxième palier doit être augmentée afin

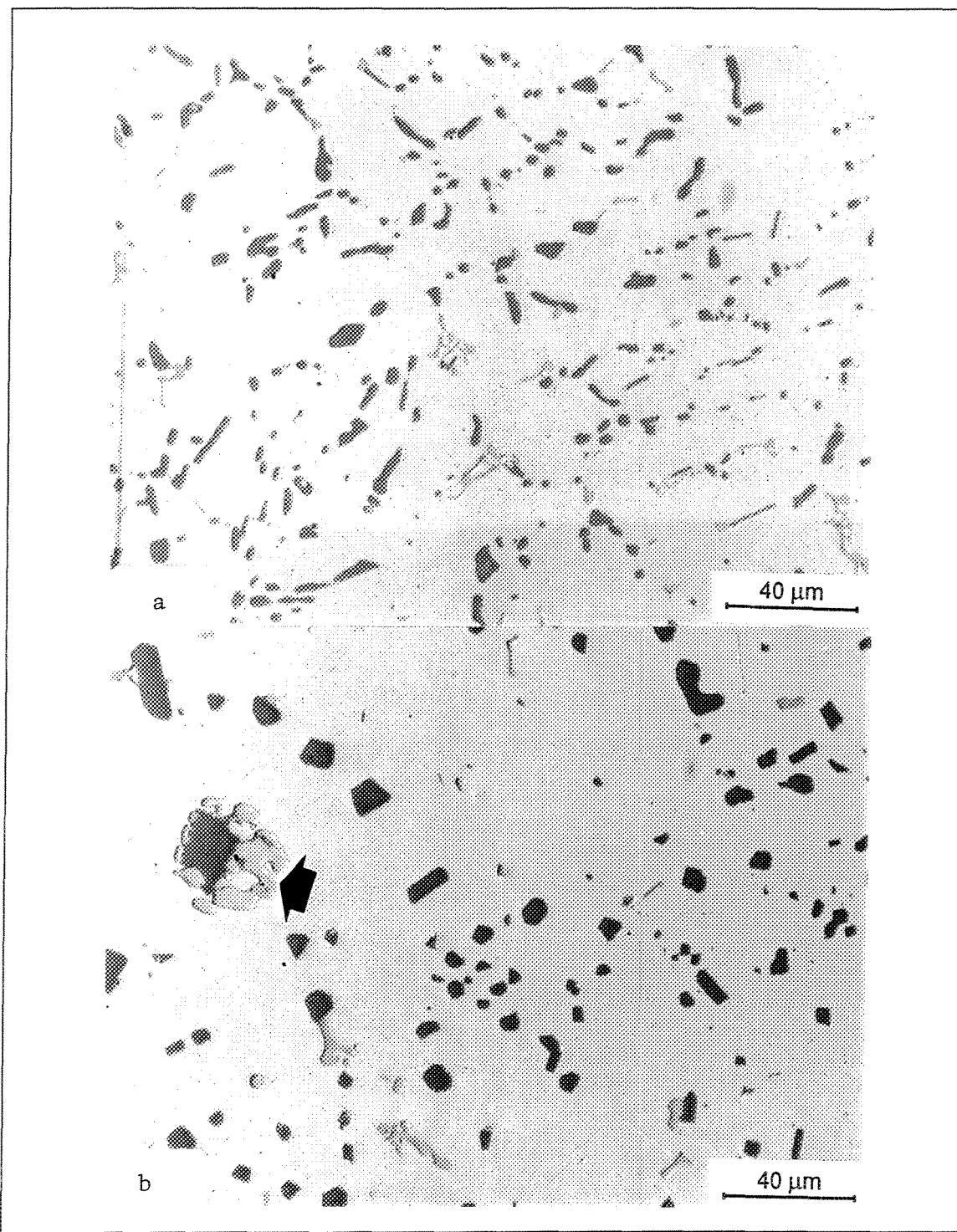


Figure 84 Microstructure de l'alliage B traité comme suit: (a) 24 hrs à 510 °C, (b) 12 hrs à 510 °C + 12 hrs à 540 °C.

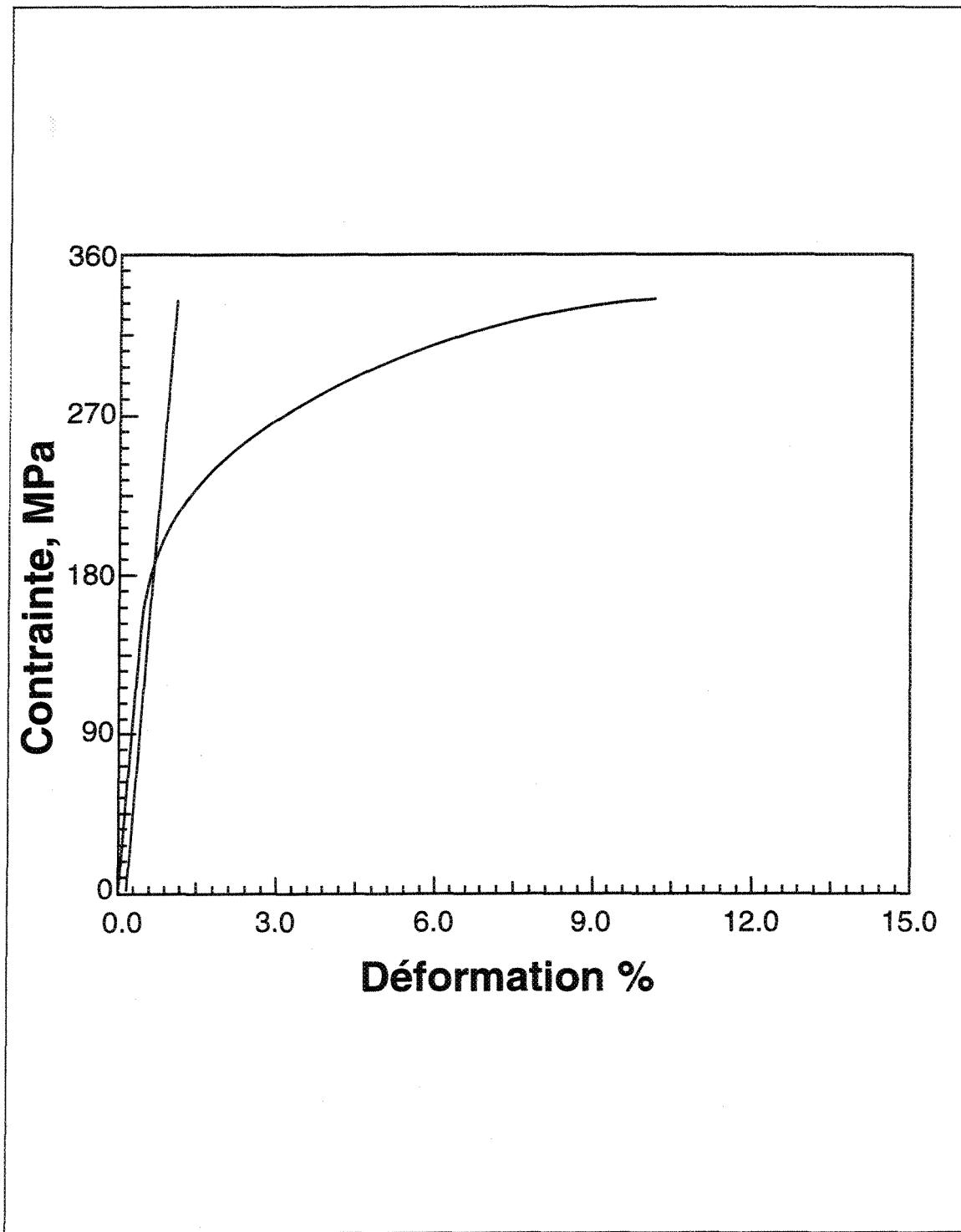


Figure 85 Courbe contrainte-déformation de l'alliage B traité pendant 12 hrs à 510 °C et pendant 12 hrs à 540 °C.

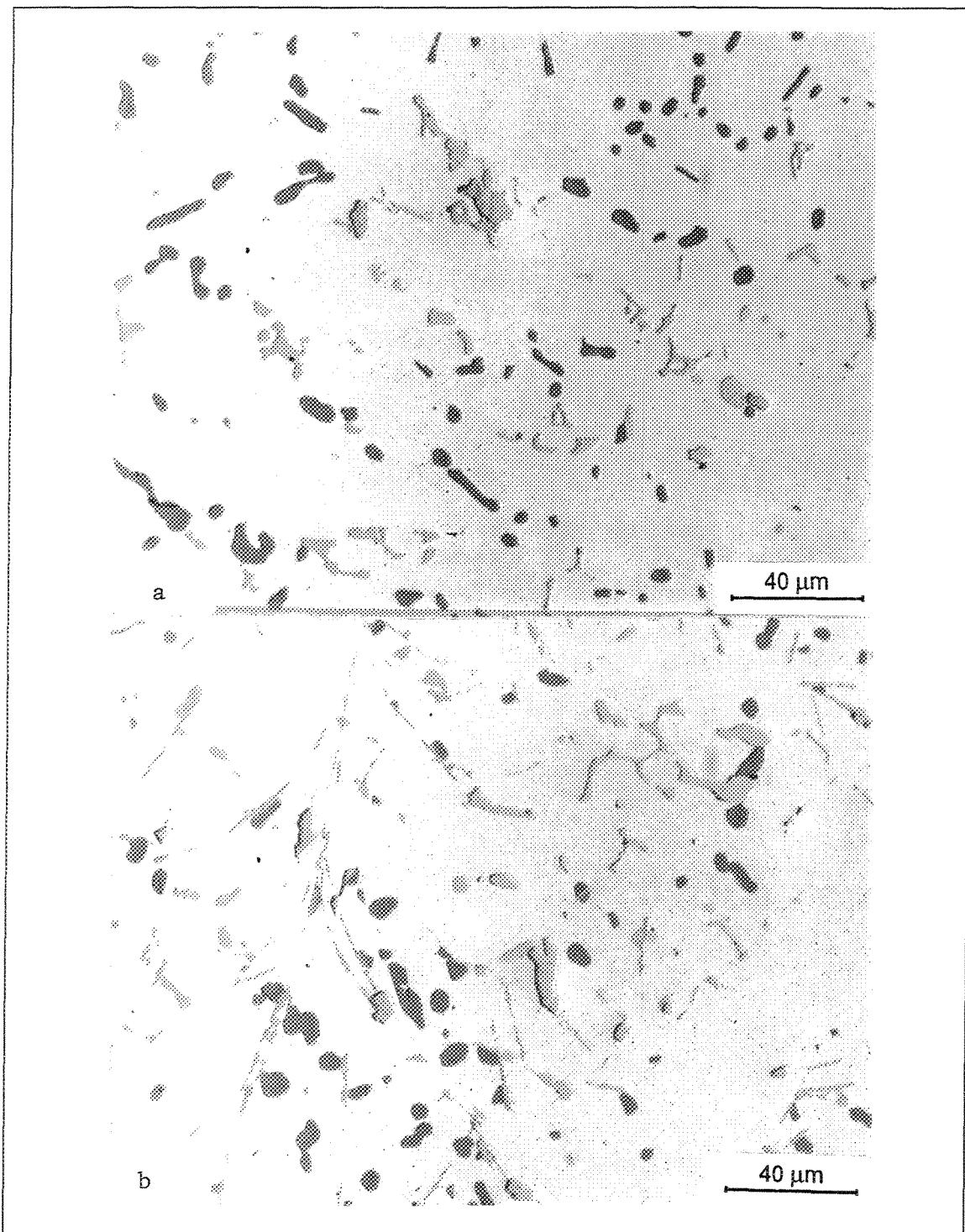


Figure 86 Microstructure de l'alliage A avec $\approx 0,5\%$ poids Mg traité pendant:
(a) 24 hrs à 510 °C, (b) 12 hrs à 510 °C et 12 hrs à 520 °C.

d'accélérer le processus de mise en solution. L'augmentation de la température du second palier jusqu'à 520 °C améliore ce processus, même si quelques particules cuboïdes demeurent présentes (figure 86(b)).

La fusion des phases de cuivre fut observée lors de l'élévation de la température du second palier jusqu'à 525 °C (voir les flèches sur la figure 87(a)). Ce traitement réduit le nombre de particules de phases de cuivre ayant échappé à la dissolution (voir la zone encerclée). En augmentant à nouveau la température du second palier jusqu'à 530 °C (figure 87(b)) ou 540 °C (figure 87(c)), on accélère simultanément la dissolution et la fusion des phases contenant du cuivre, ce qui mène à l'apparition de "taches noires" autour des particules de silicium (figure 87(c)). Ainsi, le traitement idéal pour l'alliage 319 contenant ≈ 0,5 % poids Mg est de 12 hrs à 510 °C pour dissoudre les phases de cuivre dont le point de fusion est bas, suivi par une autre période de 12 hrs à 520 ou 525 °C pour dissoudre les autres phases sans qu'il y ait de fusion locale. Ce traitement de mise en solution ne suffit toutefois pas pour dissoudre les particules des phases $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ ou $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$.

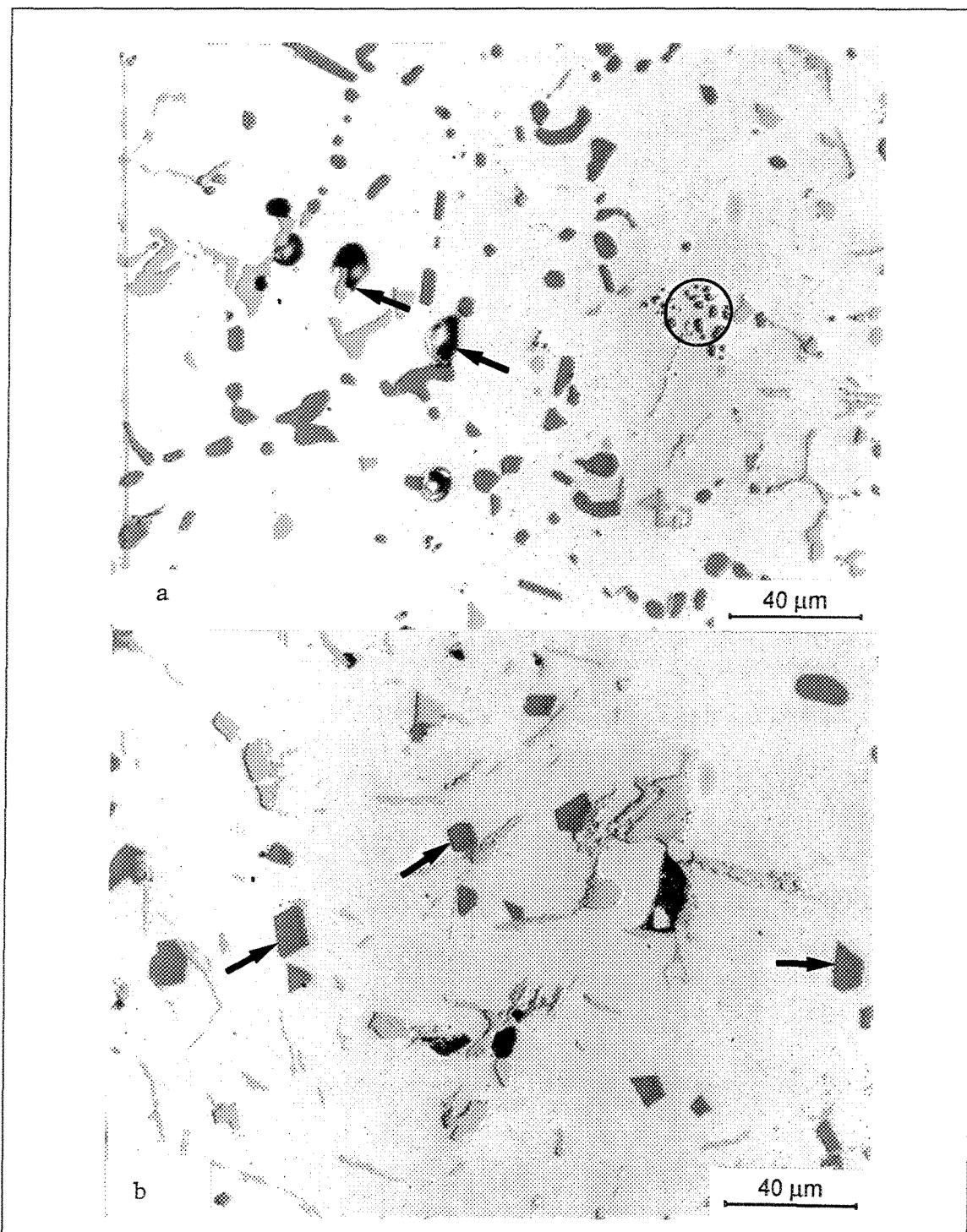


Figure 87 Microstructure de l'alliage A avec $\approx 0,5\%$ poids Mg: (a) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/525 °C, (b) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/530 °C.

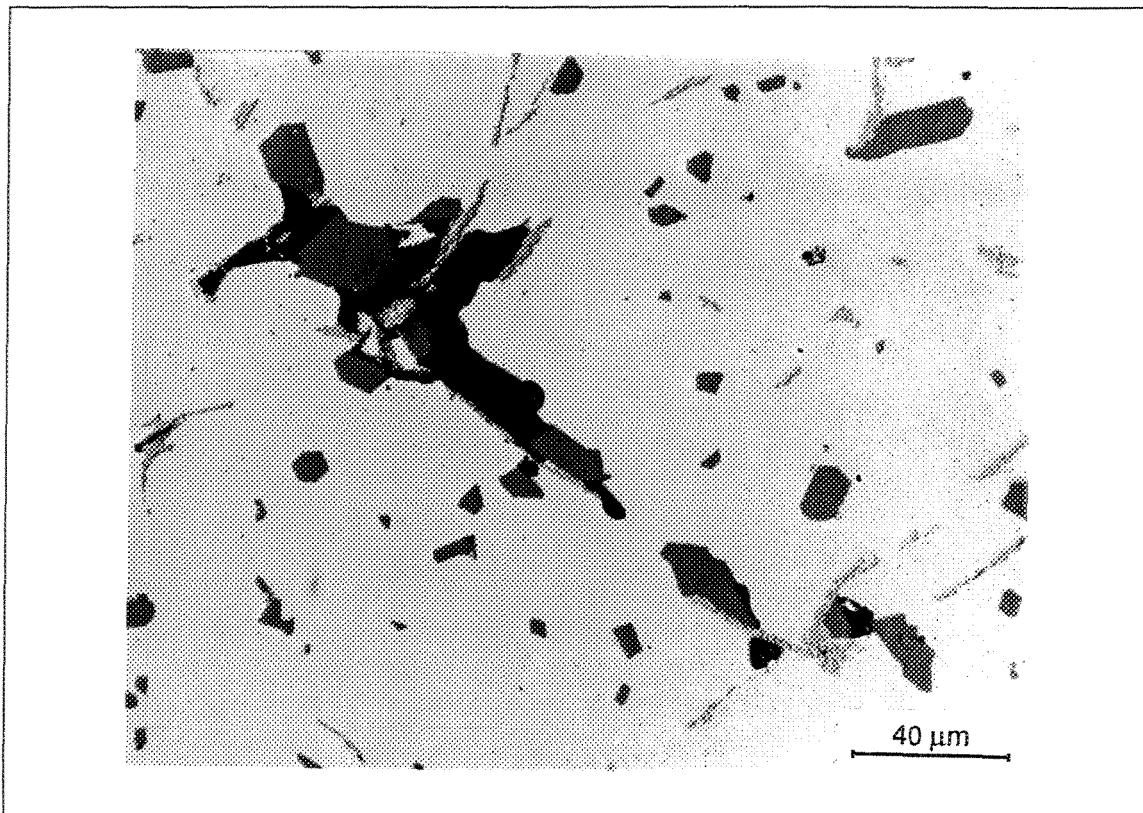


Figure 87 (c) Microstructure de l'alliage A avec $\approx 0,5\%$ poids Mg:
(c) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/540 °C.

7.2.1.4 Caractéristiques des particules de silicium

L'effet du titre en magnésium sur les caractéristiques des particules de silicium fut étudié à partir de certains échantillons prélevés sur des éprouvettes de traction en prenant soin d'éviter les zones de déformation plastique. Ces échantillons qui furent préalablement polis et enrobés, ont ensuite été étudiés au microscope optique à l'aide d'un système analyseur d'images (LECO 2001). La sphéricité, le facteur de forme, la surface des particules et la densité de particules sont les quatre propriétés caractéristiques qui furent l'objet d'analyses. Dans chaque cas, 30 champs furent observés sur l'ensemble de l'échantillon sous un grossissement de 500 X. Les éprouvettes qui furent sélectionnées ont été traitées pendant 12 hrs à 510 °C, suivi par 12 hrs à 510 °C (B), 520 °C (C), 525 °C (D), 530 °C (E) ou 540 °C (F) pour être ensuite trempées à l'eau chaude (60 °C). Les résultats de ces analyses sont présentées au tableau 15.

Voici les deux principales conclusions tirées à partir du tableau 15:

- i) La surface moyenne des particules de silicium est plus élevée dans l'alliage A (contenant 0,5 % poids Mg) que dans l'alliage B (contenant peu de magnésium). De plus, la densité de particules est plus faible dans l'alliage A.

- ii) La sphéricité des particules de silicium augmente proportionnellement à la température de mise en solution ce qui montre que le processus de sphéroïdization est continu. Toutefois, dans le cas de l'alliage A (avec 0,5 % poids Mg) ce processus s'arrête à un certain point (traitement D, 525 °C, voir figure 87(b)), après quoi la sphéricité diminue proportionnellement à la température de mise en solution. Les microstructures obtenues avec les traitements E (flèches, figure 87(b)) et F (figure 87(c)) montrent que les particules de silicium ont une forme polygonale qui est typique des particules de silicium primaires que l'on observe dans les alliages hyper-eutectiques²².

Dans l'alliage de base A (0,09 ou 0,5 % poids Mg) non traité (figure 78), les particules de silicium sont regroupées dans les régions interdendritiques puisque les phases intermétalliques contenant du magnésium sont absentes (comme par exemple $\text{Al}_9\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ et $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Si}_6\text{Cu}_2$). Par contre, avec l'addition du magnésium (jusqu'à $\approx 0,5$ % poids Mg), la quantité de phases intermétalliques augmente ce qui favorise la dispersion des particules de silicium (voir figure 79). Dans le premier cas, les particules de silicium passent par le processus normal (fragmentation - sphéroïdisation - grossissement) proportionnel au traitement de mise en solution (en température ou en temps). Dans le second cas, il semble que plusieurs de ces particules de silicium commencent la sphéroïdisation directement, ce qui explique l'observation des particules grossières dans cet alliage ayant subi les mêmes

Tableau 15(a) Variation des caractéristiques des particules de silicium dans l'alliage B (0,06 % poids Mg) en fonction du traitement de mise en solution.

Traitement de mise en solution	Caractéristiques de particules de silicium			
	Sphéricité (%)	Facteur de forme	Surface de particule (μm^2)	Densité (part./ mm^2)
A (non traité)	65,6	2,33	6,55	$13,0 \times 10_3$
B	76,7	2,00	8,00	$7,1 \times 10_3$
C	79,8	1,84	10,80	$5,6 \times 10_3$
D	80,3	1,80	13,30	$4,6 \times 10_3$
E	80,5	1,80	15,00	$4,5 \times 10_3$
F	82,2	1,65	16,90	$3,5 \times 10_3$

particules rondes pour la plupart

Tableau 15(b) Variation des caractéristiques des particules de silicium dans l'alliage A (0,5 % poids Mg) en fonction du traitement de mise en solution.

Traitement de mise en solution	Caractéristiques de particules de silicium			
	Sphéricité (%)	Facteur de forme	Surface de particule (μm^2)	Densité (part./mm ³)
A (non-traité)	65,2	2,10	6,6	$9,5 \times 10^3$
B	75,1	2,00	13,0	$4,5 \times 10^3$
C	80,0	1,76	13,3	$4,2 \times 10^3$
D	81,7	1,65	18,8	$3,1 \times 10^3$
E	78,5	1,67	21,0	$2,9 \times 10^3$
F	76,4 ⁺	1,72	18,2	$2,6 \times 10^3$

⁺ Mélange de particules polygonales et rondes

traitements thermiques.

7.2.2 Fractographie des éprouvettes de traction

7.2.2.1 Apparence extérieure des éprouvettes

La figure 88 illustre les différences d'apparence entre des éprouvettes de traction ayant subi différents traitements de mise en solution à deux paliers. On y retrouve deux titres en magnésium différents (0,06 et 0,5 % poids Mg) et la température du deuxième palier se situe entre 510 °C et 540 °C (A: non traité; B: 510 °C; C: 520 °C; D: 525 °C; E: 530 °C; F: 540 °C). Les échantillons contenant peu de magnésium (alliage B) qui sont photographiés sur la figure 88(a) ont un fini plus ou moins luisant. Ce fini ce dégrade légèrement avec l'augmentation de la température du second palier. L'alliage contenant 0,5 % poids Mg (figure 88(b)) a une forte tendance à noircir à des températures excédant 520 °C et on peut constater la distorsion qui ce produit à 540 °C (échantillon F). Il est donc recommandable d'éviter de dépasser 520 °C comme température de mise en solution.

7.2.2.2 Surfaces de rupture

Les principales caractéristiques de rupture découlant des éprouvettes cassées (alliage B, 0,06 % poids Mg) peuvent être déduites des figures 89(a) et 89(b) qui montrent respectivement les surfaces de rupture d'une éprouvette non-traitée et d'une éprouvette ayant subi un traitement de mise en solution à deux paliers (12 hrs/510 °C + 12 hrs/540 °C). Dans les deux cas, le mécanisme principal de rupture est la rupture ductile. L'amorce de la rupture est généralement placée au centre de l'éprouvette et la fissuration se propage vers la surface extérieure de celle-ci.

Le type de rupture des éprouvettes de traction contenant une quantité plus élevée de magnésium (alliage A) dépend principalement du traitement de mise en solution utilisé. Jusqu'à 520 °C, la surface des éprouvettes de traction (figure 90(b)) reste semblable à celle des éprouvettes non traitées i.e. brillante et sans défauts apparents (figure 90(a)). A une température de mise en solution plus élevée i.e. 530 °C, on peut voir sur la section rupturée un anneau de "taches noires" près de la surface des éprouvettes (figure 90(c)). Ces taches sont causées par la fusion ou la combustion de l'alliage. Ces taches se rapprochent du centre lorsque la température de mise en solution est élevée jusqu'à 540 °C, figure 90(d). Ce phénomène est relié à la concentration de magnésium (peu importe le type d'alliage i.e. A ou B) et cause la distortion complète des éprouvettes de traction.

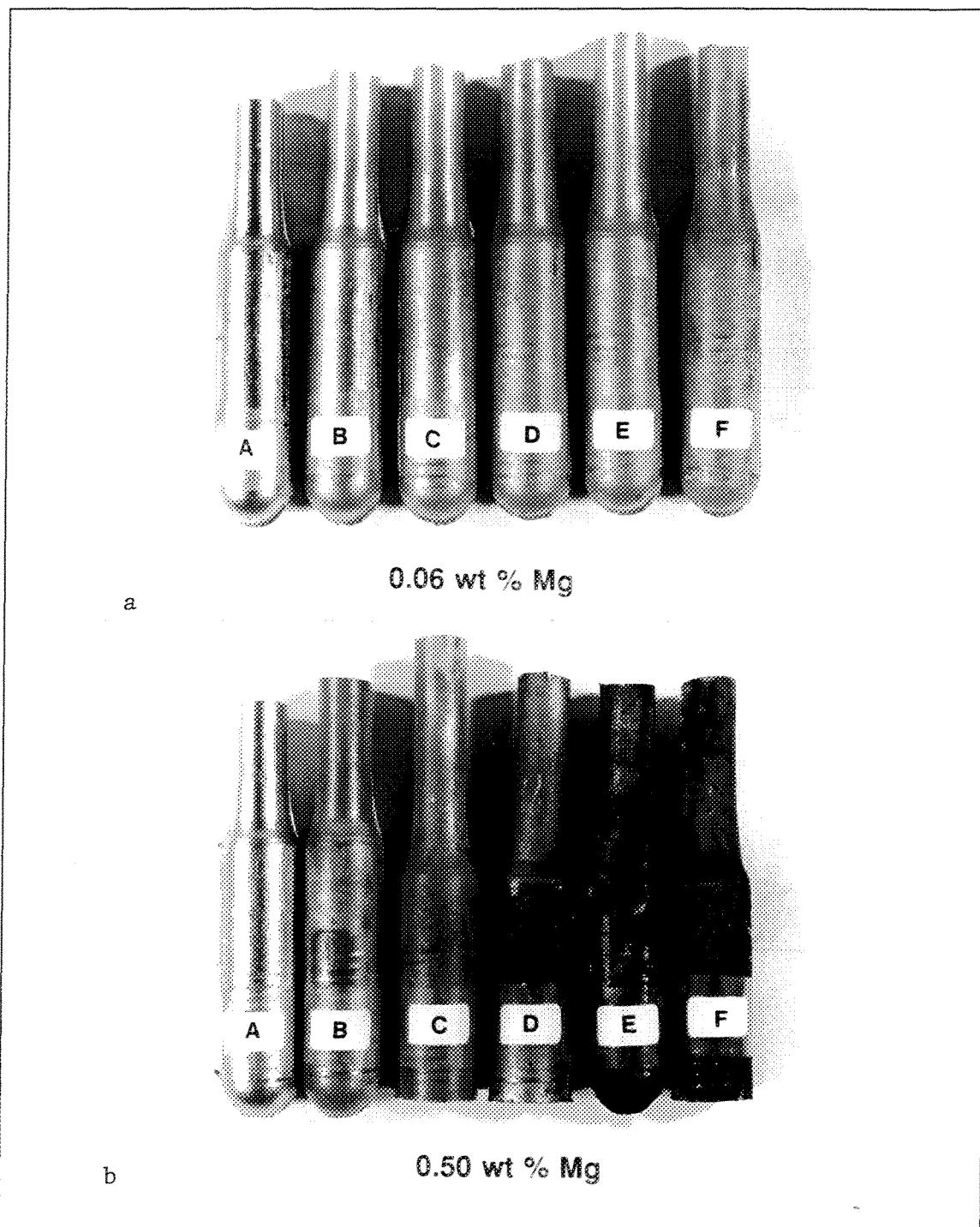


Figure 88 Apparence extérieure des éprouvettes ayant subi une mise en solution à deux paliers (12 hrs/510°C + 12 hrs à une seconde température).

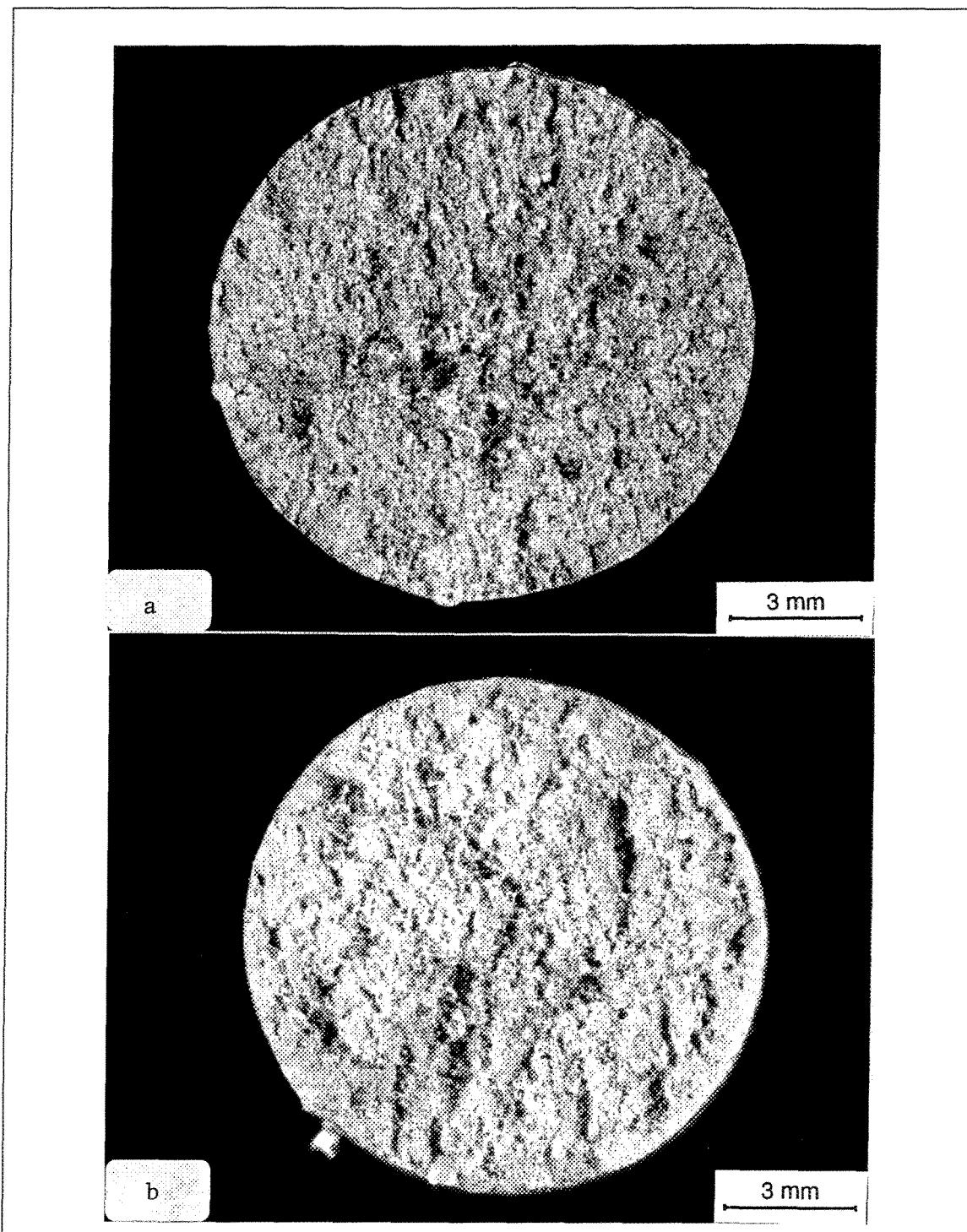


Figure 89 Surfaces rupturées de deux éprouvettes (alliage B): (a) non traitée, (b) 12 hrs à 510 °C + 12 hrs à 540 °C.

La présence de "taches sombres" dans certaines éprouvettes traitées à des températures variant entre 480 et 520 °C (traitement à palier unique ou double) n'est pas reliée à la fusion de l'alliage décrite précédemment. Leur existence contribue toutefois à la déterioration des propriétés mécaniques puisqu'elle favorise une rupture prématuée comme il a été possible de le constater dans le chapitre précédent. Ces taches sombres sont toujours observées près de la périphérie des éprouvettes agissant comme amorces de la fissuration. Leurs dimensions augmentent avec la température de mise en solution (figure 91(a) à 91(c), traitements à palier unique) ou avec le temps de traitement (figure 91(d), traitement à deux paliers, 12 hrs/510 °C + 12 hrs/520 °C).

La figure 92 montre la variation de la fraction surfacique occupée par les taches ainsi que le pourcentage d'éprouvettes contenant ces taches et ce, en fonction de la température de mise en solution à palier unique. L'apparition des taches est indépendante du titre en magnésium ou de l'origine du métal (fabricant). On remarque que les taches sombres ont une forme irrégulière et qu'elles n'ont pas de limites définies les séparant de la matrice environnante. Cette observation permet de les distinguer des inclusions non métalliques qui ont généralement une interface bien définie³. En bref, ces taches sombres apparaissent comme des marques sur la surface rupturée, la matrice demeurant toujours visible en dessous.

L'étude métallographique de ces taches sombres ne révèle aucun trait particulier sur toutes les sections étudiées (figure 93). Il est évident que l'épaisseur

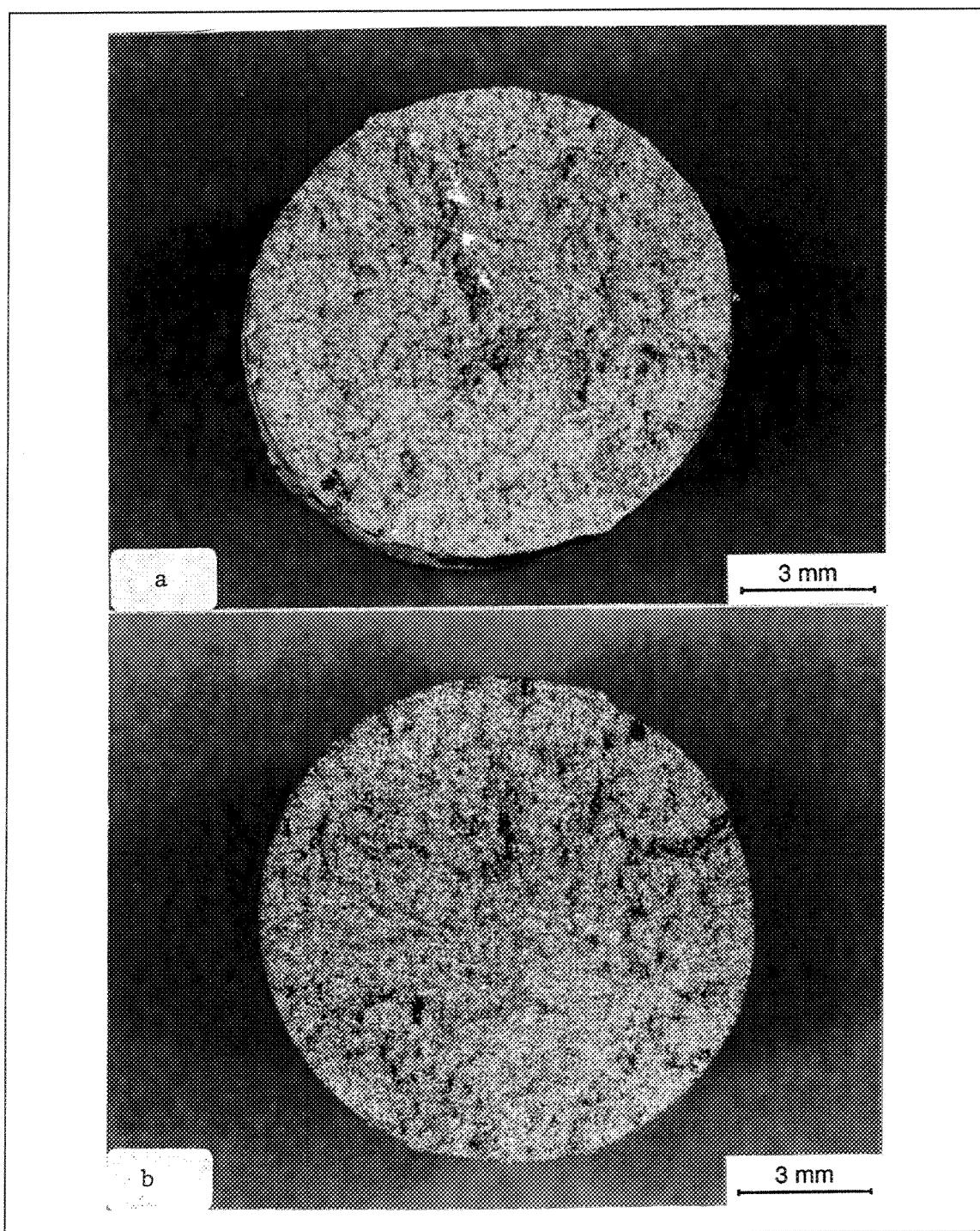


Figure 90 Surface rupturée d'une éprouvette d'alliage A avec $\approx 0,5\%$ poids Mg traitée comme suit: (a) non traitée, (b) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/525 °C.

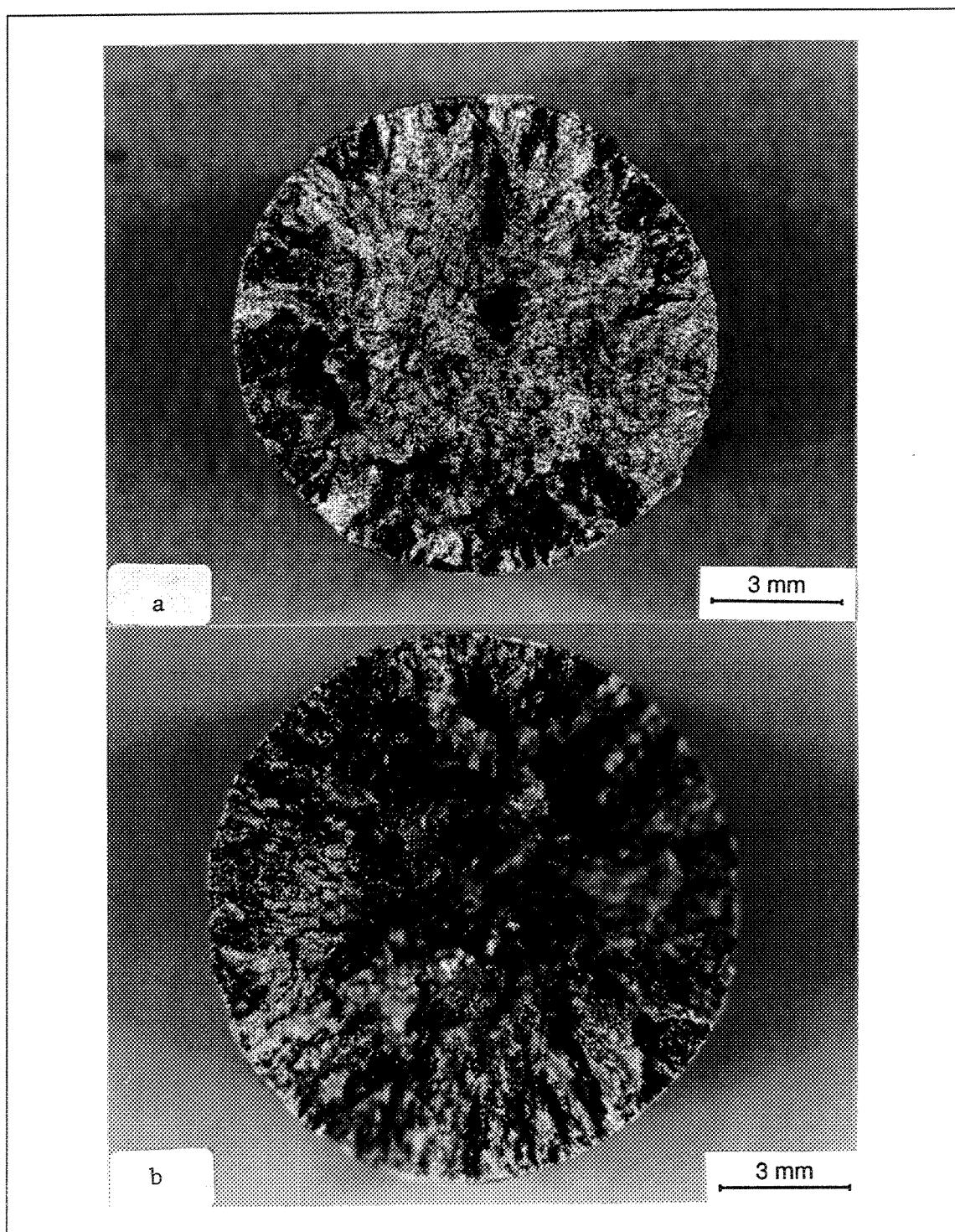


Figure 90 (c) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/530 °C, (d) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/540 °C.

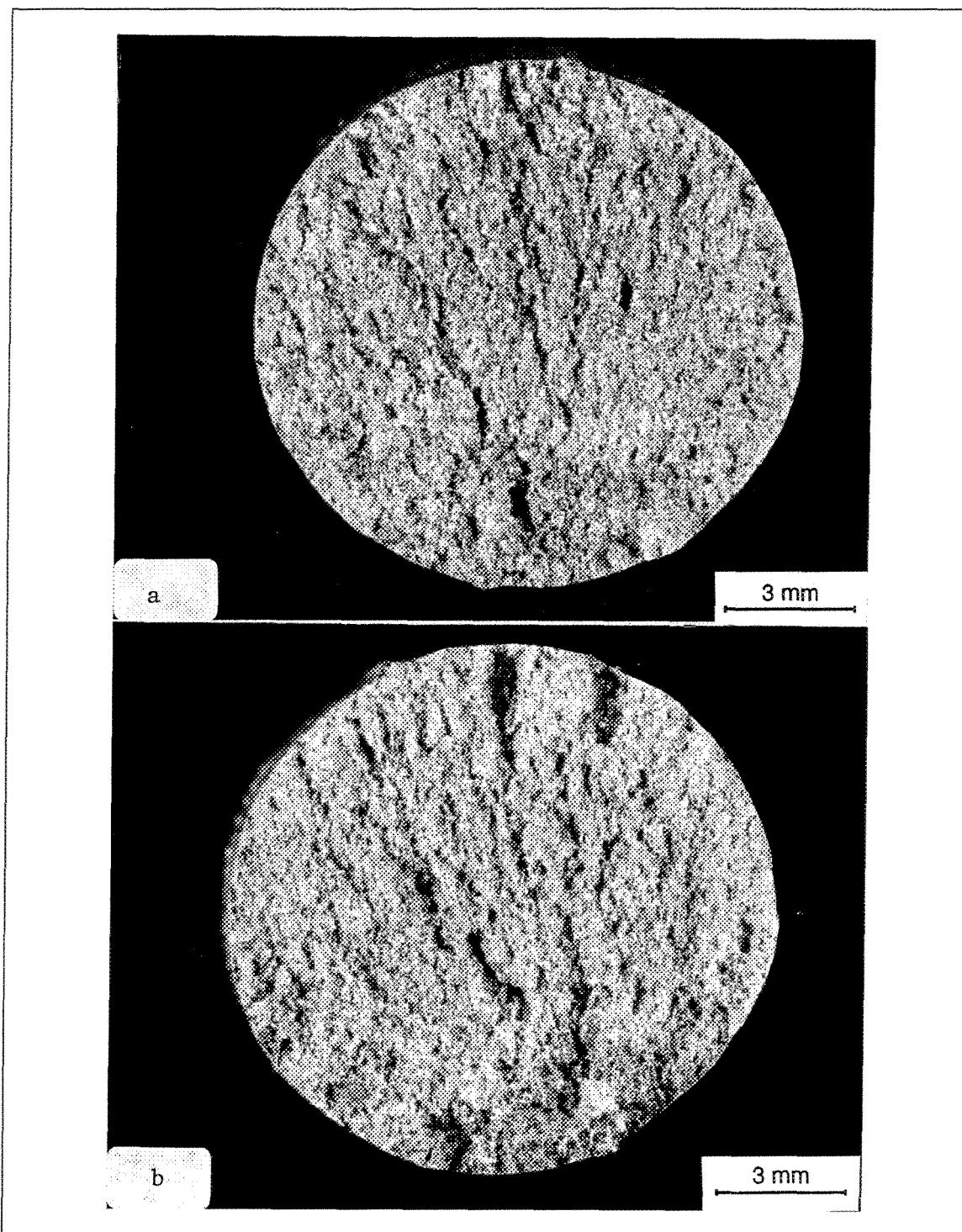


Figure 91 Taches sombres sur une surface rupturée (alliage A, $\approx 0,5\%$ poids Mg): (a) 12 hrs/480 °C, (b) 12 hrs/510 °C.

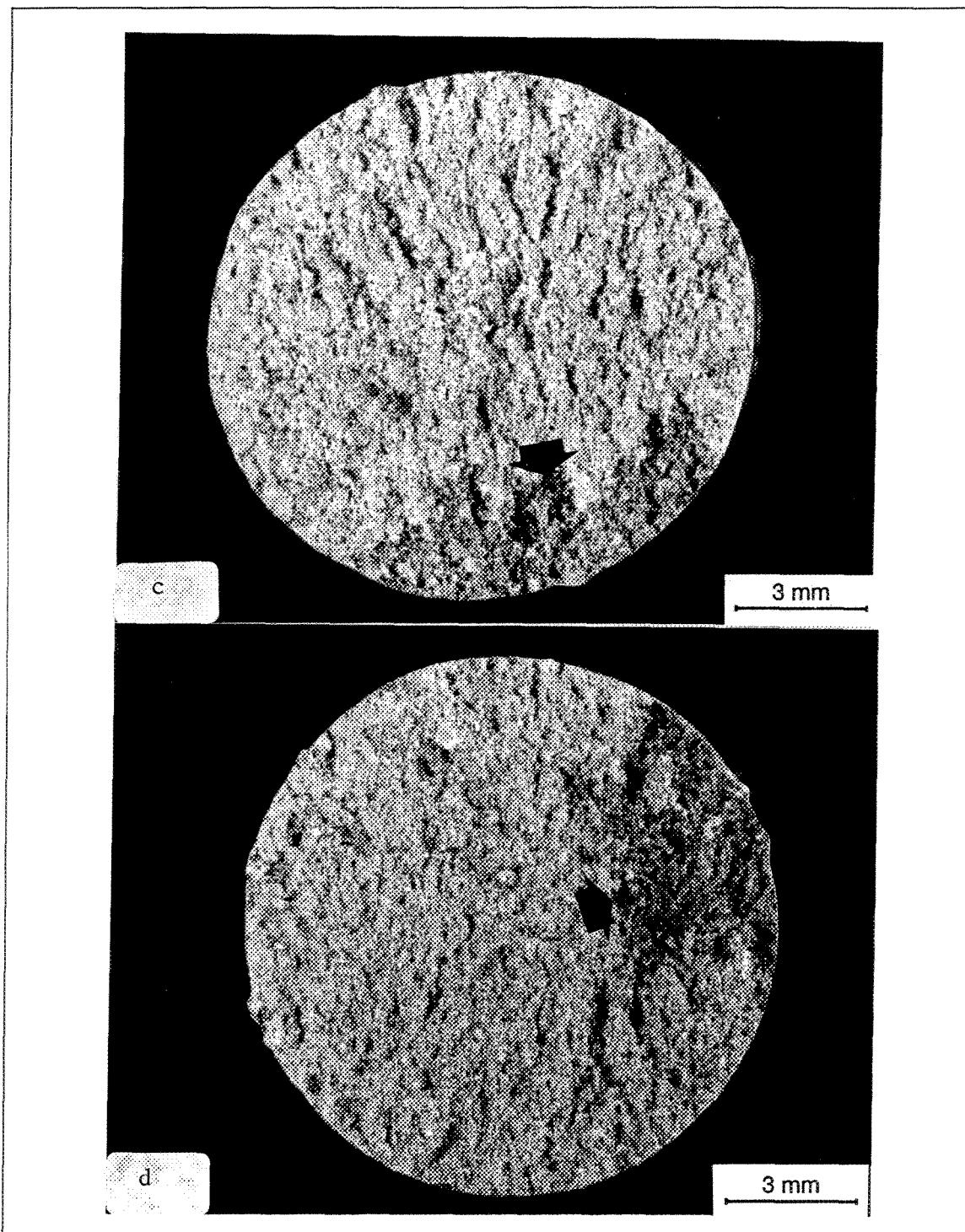


Figure 91 Taches sombres sur une surface rupturée (alliage A, $\approx 0,5\%$ poids Mg): (c) 12 hrs/520 °C, (d) 12 hrs/510 °C + 12 hrs/520 °C.

de ces taches ne dépasse pas quelques microns. La zone encerclée sur la figure 93(a) montre la porosité (due au gaz et au retrait) typiquement observée dans cet alliage (dégazé à l'argon pur pendant 45 minutes). Comme on peut le voir, la porosité est assez éloignée de la surface rupturée. Une micrographie à plus grande échelle présentée sur la figure 93(b), montre bien le rôle moteur joué par les phases intermétalliques dans la formation de la porosité.

La surface rupturée de certaines éprouvettes contenant 0,06 et 0,5 % poids Mg furent examinées à l'aide d'une microsonde électronique (ARL) opérant 15 kV, de façon à déterminer plus précisément la composition chimique de ces taches sombres. Les calculs ont été effectués à partir de quarante plages d'une surface de $360 \mu\text{m}^2$ sélectionnées sur l'ensemble de la tache sombre pour chaque échantillon.

Les résultats sont présentés sur le tableau 16 (il faut garder à l'esprit que les résultats de l'analyse ne représentent pas la composition chimique de l'alliage mais bien la composition chimique locale de l'ensemble de la surface balayée). De ces résultats, on peut constater que la matrice et la tache noire ont généralement des compositions chimiques plus ou moins similaires.

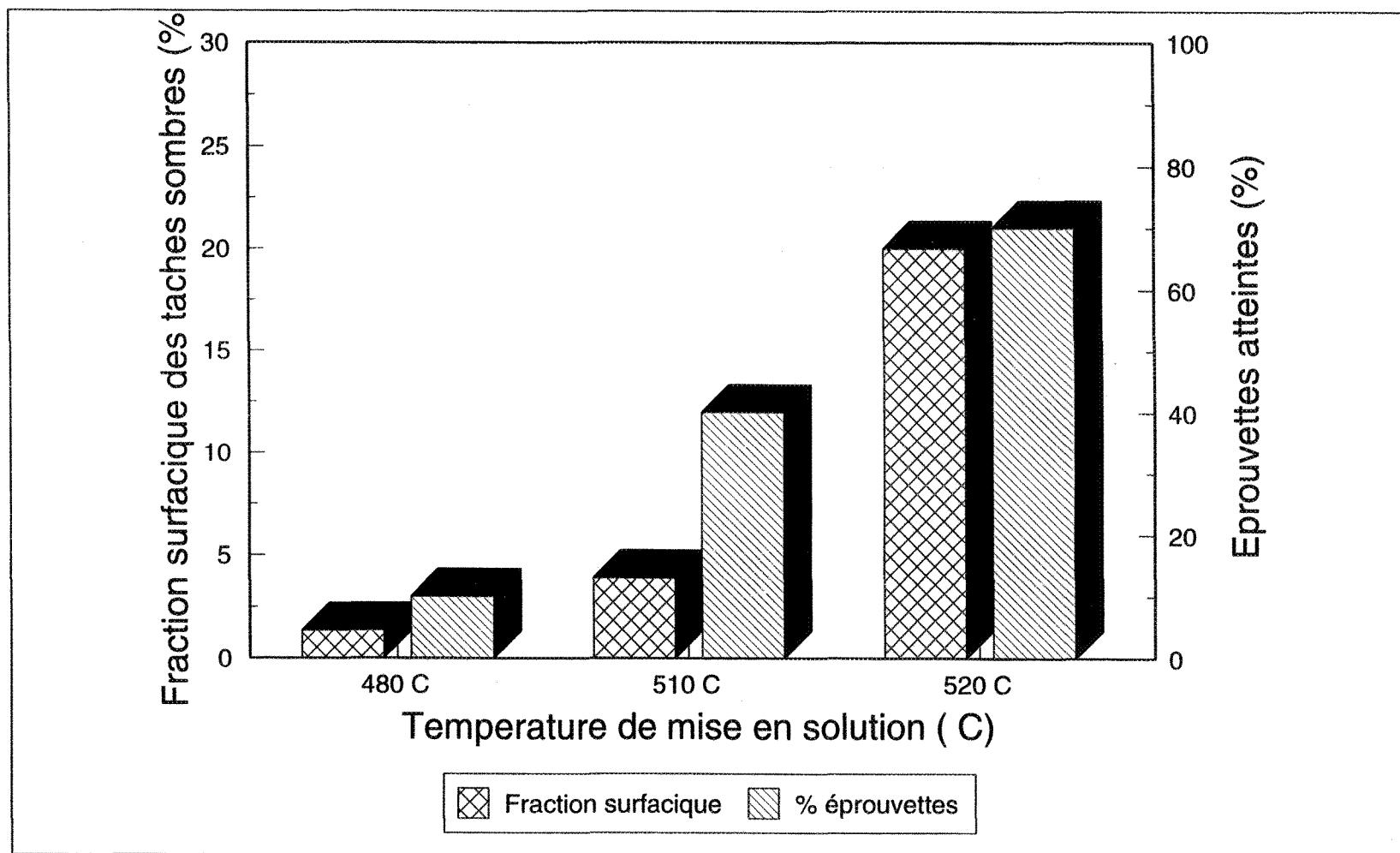


Figure 92 Fraction surfacique des taches sombres et pourcentage d'éprouvettes atteintes en fonction de la température de mise en solution (éprouvettes traitées pendant 12 hrs).

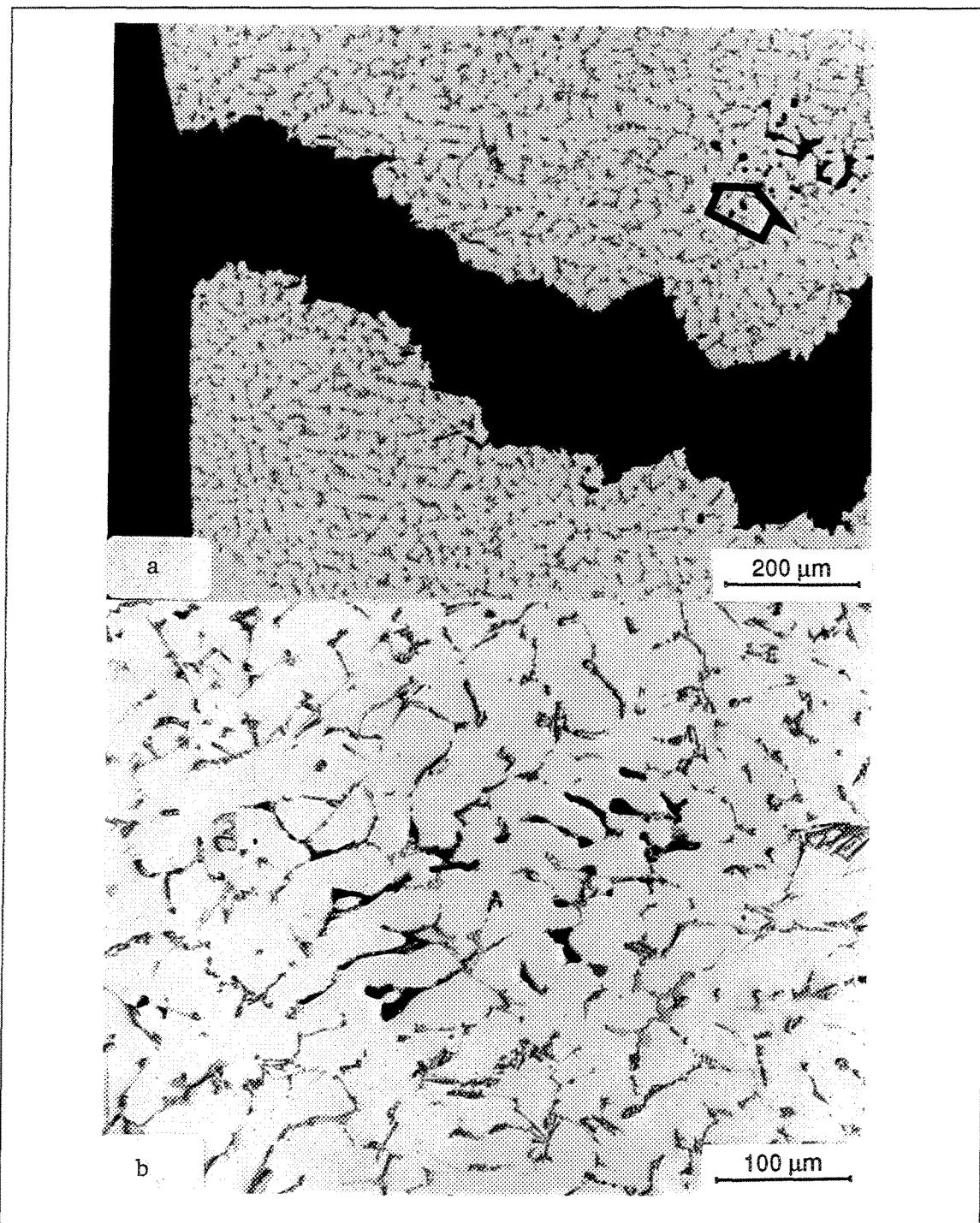


Figure 93 Photographie longitudinale de la zone occupée par la tache sombre montrant: (a) aucun signes de la tache sous la surface, (b) la zone encerclée en (a).

Tableau 16(a) Titres des éléments (%) mesurés sur la matrice et sur une tache sombre à la surface d'une section d'éprouvette rupturée (0,06 % poids Mg).

Surface examinée	Titre de l'élément (% poids)*					
	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Al
Matrice	12,20	5,80	0,16	2,00	0,40	79,40
Tache sombre	10,33	4,00	0,50	1,60	0,30	80,40

* Valeur moyenne de 40 lectures (surface de 60 x 60 µm)

Tableau 16(b) Titres des éléments (%) mesurés sur la matrice et sur une tache sombre à la surface d'une section d'éprouvette rupturée (0,5 % poids Mg)

Surface examinée	Titre de l'élément (% poids)*					
	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Al
Matrice	15,50	6,50	0,90	6,31	2,00	70,30
Tache sombre	10,30	4,90	1,70	4,70	1,60	75,00

* Valeur moyenne de 40 lectures (surface de 60 x 60 µm)

Il est possible que les taches sombres soient causées par l'évolution de l'hydrogène pendant le traitement de mise en solution lorsque les phases à faible point de fusion sont dans un état semi-solide. La coulée de l'ensemble des éprouvettes dure approximativement 90 minutes, pendant ce temps, le métal liquide absorbe l'hydrogène pour atteindre l'équilibre avec le milieu ambiant. La quantité d'hydrogène absorbée étant dépendante du degré d'humidité dans l'atmosphère, il est raisonnable de penser que les dernières éprouvettes d'un lot ont une concentration en hydrogène supérieure à 0,1 ml/100 g Al. Selon cette théorie, ces dernières éprouvettes seraient plus susceptibles de contenir des taches sombres.

Cette suggestion devra être étudiée plus en profondeur dans des travaux futurs.

7.2.2.3 Sections longitudinales

Les travaux de DasGupta et al.^{32,34} portant sur le mode de fracture de l'alliage A356 en fonction du niveau de modification montrent que les échantillons non modifiés se brisent de façon fragile. Cette rupture fragile serait attribuable à la structure en forme de bâtonnets du silicium eutectique. Gangulee et Gurland⁶⁹ ont montré que la rupture se produit en trois étapes dans les alliages Al-Si: (a) l'amorçage de la fissure sur les particules de silicium, (b) propagation de la fissure dans les zones interdendritiques, et (c) rupture de la matrice.

Crepeau et al.⁷⁰ ont observé que la région interdendritique est la première à lâcher. Les cellules dendritiques à la surface rupturée forment des ligaments qui s'alignent dans le sens du chargement pour finalement se déformer plastiquement jusqu'à ce que la striction fasse en sorte que la section devienne pratiquement ponctuelle (immédiatement avant la rupture). L'analyse de la microstructure effectuée par Pan et al.⁷¹ indique que la fissuration débute et se propage le long de l'eutectique de silicium que l'on retrouve dans l'alliage non modifié. Le mode de rupture est caractérisé par la coalescence des vides microscopiques et par la multitude de cupules que l'on retrouve sur la surface rupturée.

La figure 94 compare l'effet du type d'alliage (i.e. A ou B) sur le mode de rupture des échantillons non traités. Sur les échantillons brisés de type B (faible fraction volumique de phases de fer α et β) on remarque des dendrites allongées alignées selon la direction de l'axe de chargement (figure 94(a)). L'augmentation de la quantité de fer, de manganèse et de chrome (alliage A) mène à la formation d'un plus grand nombre de précipités intermétalliques ce qui diminue la ductilité de l'alliage.

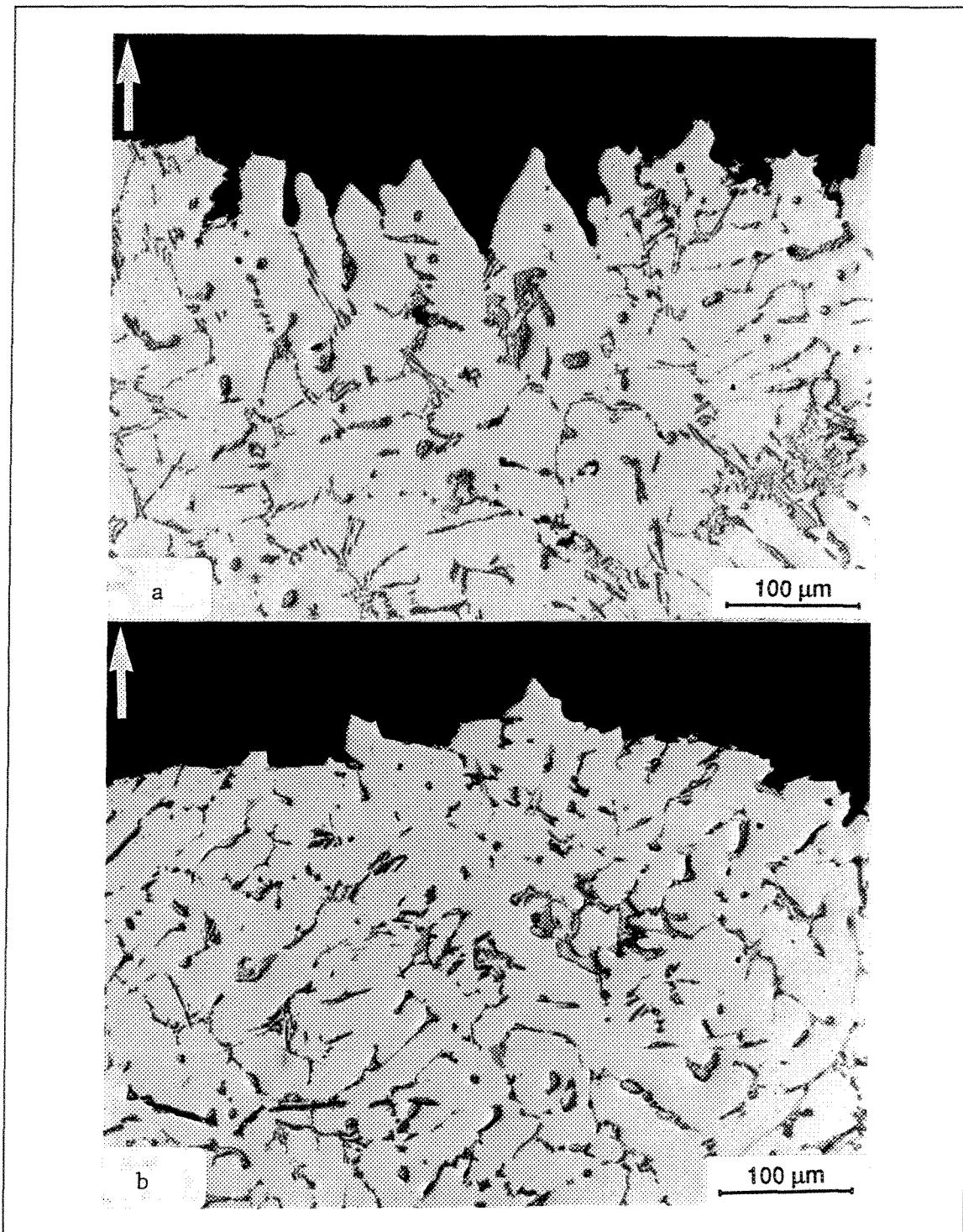


Figure 94 Sections longitudinales sur la surface rupturée de deux types d'alliages 319 non traités: (a) alliage B, (b) alliage A.

On peut constater sur la figure 94(b) que même si les dendrites se sont allongées pendant le chargement, elles sont relativement plus courtes que celles de la figure 94(a). La rupture des précipités de Si, de β -Al₅FeSi, de α -Al₁₅(Fe,Mn)₃Si₂ et de Al₂Cu se produit dans la particule elle-même et non pas à l'interface entre celle-ci et la matrice d'aluminium qui résiste à la propagation de la fissure. Ce phénomène fut décrit dans une publication de Backerud et al.²².

Les figures 95(a) et 95(b) permettent d'observer la microstructure de la zone située en dessous de la surface de rupture pour deux éprouvettes (alliage B, 0,06 % poids Mg) ayant subi un traitement de mise en solution à deux paliers (les traitements diffèrent au niveau de la température du second palier i.e. 510 et 540 °C respectivement). Les caractéristiques de la rupture sont plus ou moins identiques dans les deux cas puisque la fissure principale s'est propagée le long des dendrites sans qu'il y ait propagation en-dessous. L'augmentation de la température de mise en solution mène à la fragmentation et à la sphéroidisation des particules de silicium eutectique améliorant ainsi la ductilité de l'alliage.

L'augmentation du titre en magnésium jusqu'à 0,5 % poids Mg (pour l'alliage A) ne change pas le mécanisme de rupture des éprouvettes ayant subi un traitement de mise en solution dont la température n'exède pas 520 °C (traitement à palier unique ou double). Les figures 96(a) et 96(b) montrent la microstructure située sous la surface de rupture pour l'alliage A contenant 0,5 % poids Mg. La première figure vient d'une éprouvette traitée pendant 24 hrs à 510 °C et la deuxième figure vient

d'une éprouvette traitée pendant 12 hrs à 510 °C puis pendant 12 hrs à 520 °C.

Lorsque la température de mise en solution excède 520 °C, les échantillons qui contiennent 0,5 % poids Mg commencent à "brûler" et à se distordre. En effet, certains microconstituants se mettent à fondre causant ainsi des points de faiblesse menant à l'apparition de plusieurs petites fissures dans l'alliage. Ce phénomène est différent de celui qui cause les taches sombres sur la surface rupturée de certaines éprouvettes. La figure 97(a) montre l'expansion de la fissure principale dans la matrice par le biais des fissures secondaires causée par la fusion locale et par la distortion de l'éprouvette. L'effet est plus prononcé lorsque la température de mise en solution est portée à 540 °C, on peut voir clairement les zones fondues sur la figure 97(b).

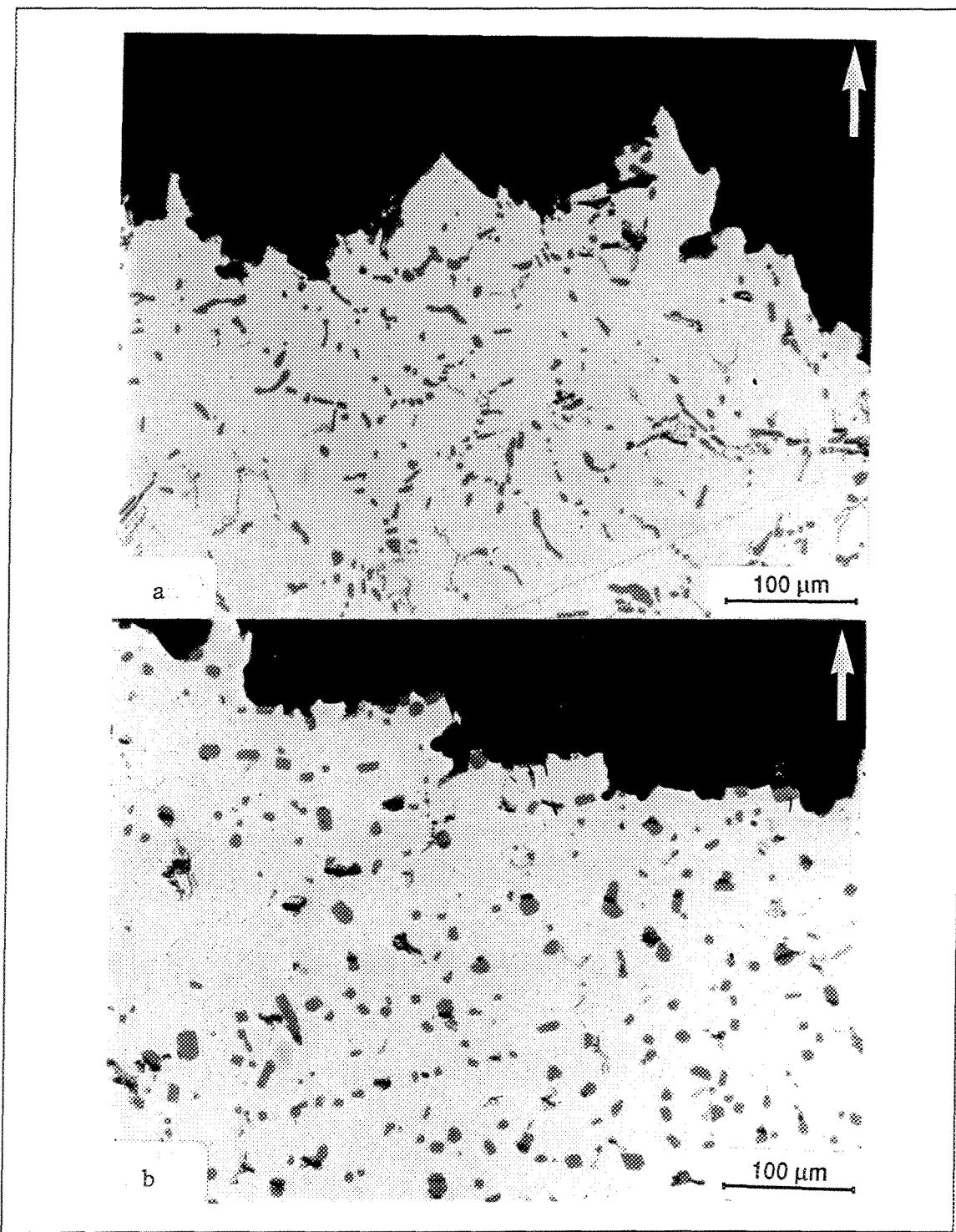


Figure 95 Sections longitudinales sous la surface de rupture (alliage B); (a) traité 24 hrs/510 °C et (b) traité 12 hrs/510 °C+12 hrs/520 °C.

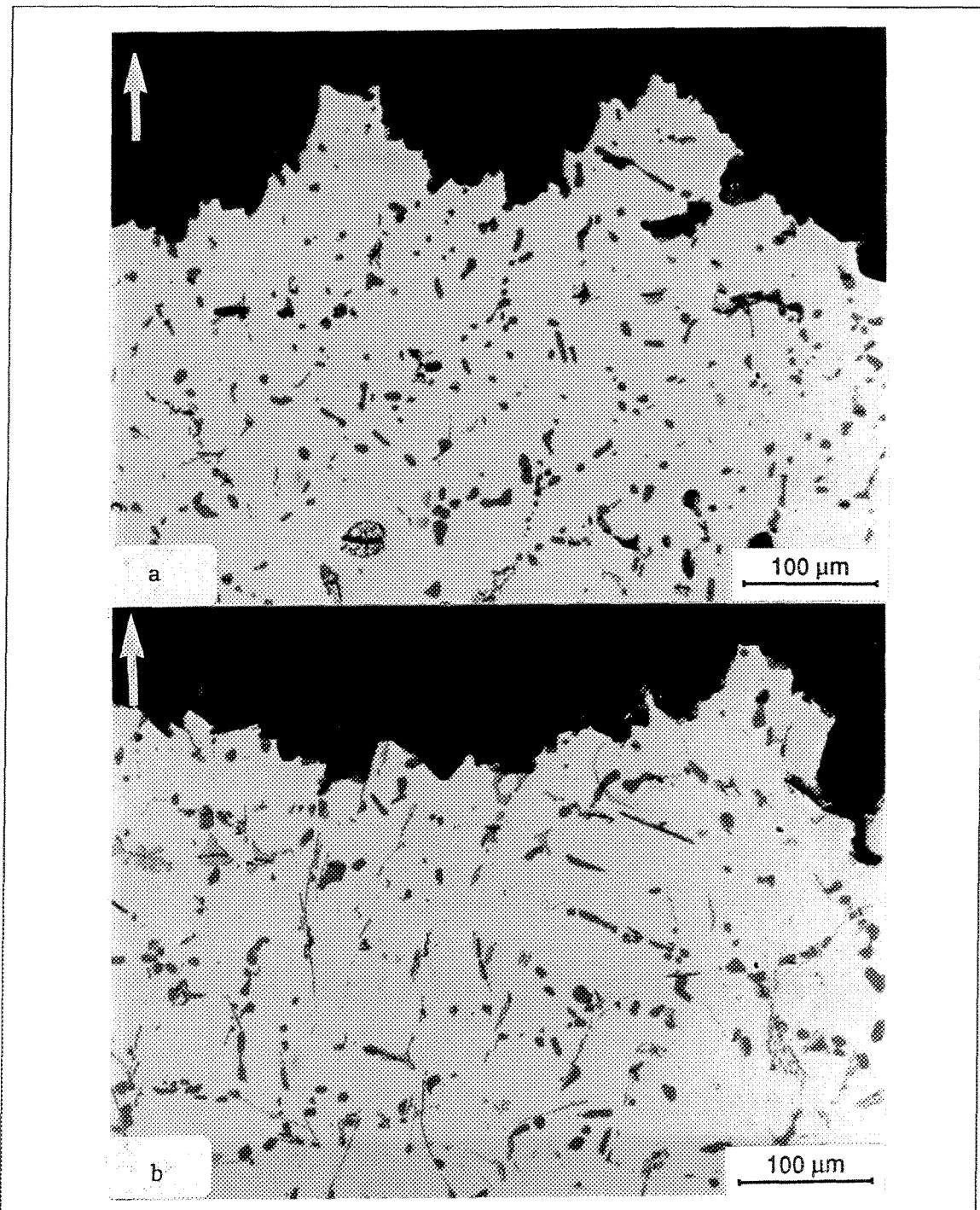


Figure 96 Sections longitudinales sous la surface de rupture (alliage A, $\approx 0,5$ % poids Mg); (a) traité 24 hrs/510 °C et (b) 12 hrs/510 °C+12 hrs/520 °C.

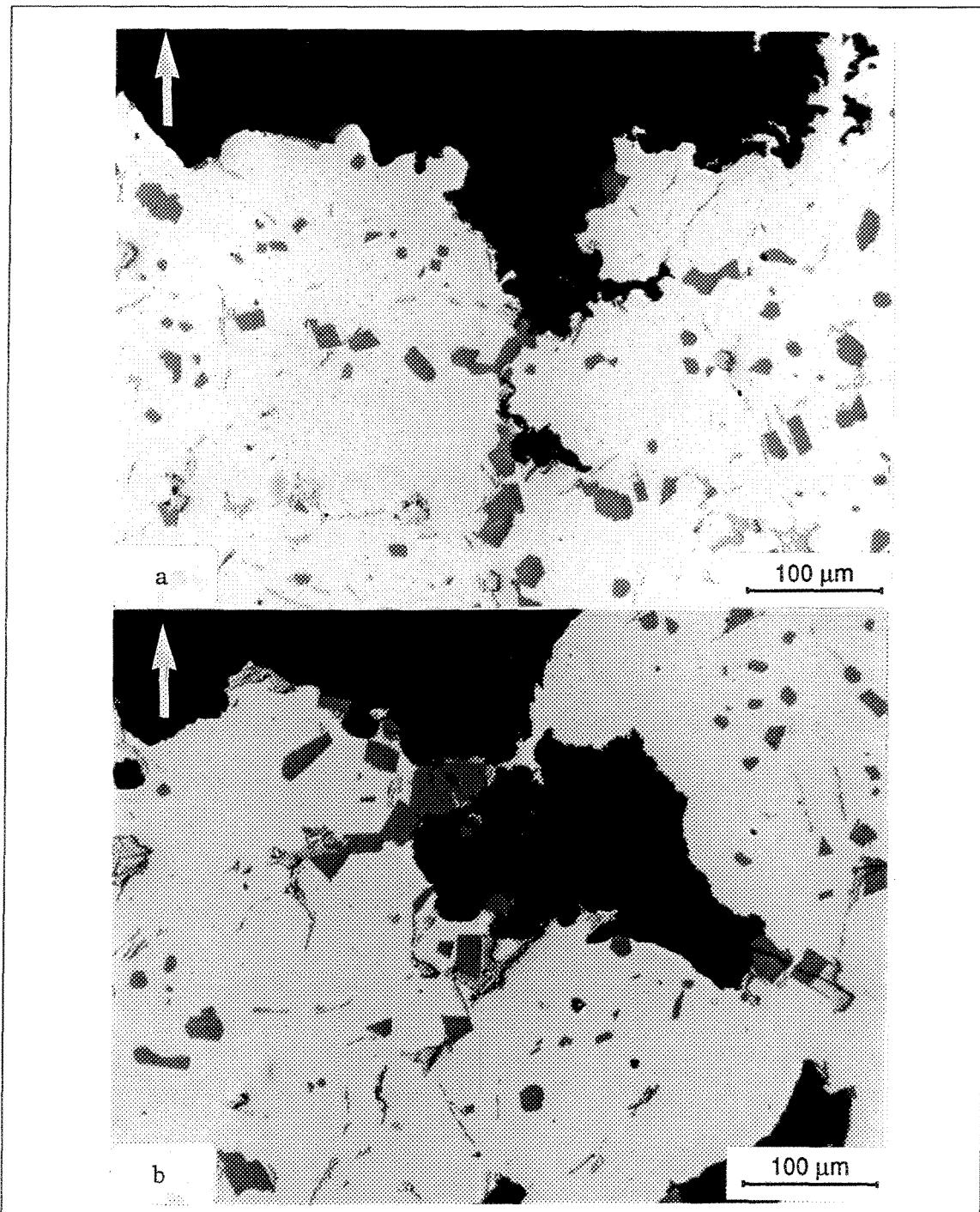


Figure 97 Phases de cuivre fondues, alliage A, 0,5 % poids Mg, traité comme suit: (a) 12 hrs/510 °C+12 hrs/530 °C, (b) 12 hrs/510 °C+12 hrs/540 °C.

CHAPITRE 8

CONCLUSIONS

CHAPITRE 8

CONCLUSIONS

A partir des résultats présentés dans les chapitres 4,5,6 et 7, il est possible de tirer les conclusions suivantes:

- 1) La formation des plaquettes ségrégées pendant le refroidissement du métal liquide exerce peu d'influence sur la fluidité de l'alliage 319.
- 2) Les inclusions que l'on retrouve dans les échantillons PoDFA peuvent être classées en deux catégories: les inclusions inhérentes à l'alliage (principalement Al_4C_3 , Al_2O_3 , MgO et les chlorures ioniques) et les inclusions introduites pendant l'essai PoDFA i.e. les scories et les oxydes.
- 3) L'addition du magnésium ne produit pratiquement pas de nouvelles inclusions à moins que l'on ait recours à l'agitation mécanique.

- 4) La quantité de métal filtré (lors de l'essai PoDFA) dépend non seulement de la concentration d'inclusions, mais aussi de la formation d'un amas de plaquettes ségrégées et d'inclusions qui ralentit l'écoulement du métal au travers du filtre.
- 5) L'addition du magnésium (jusqu'à 0,5 % poids Mg) permet: i) la transformation partielle de la phase β -Al₅FeSi en phase Al₈Mg₃FeSi₆, ii) la précipitation de la phase Mg₂Si, et iii) la précipitation de la phase Al₅Mg₈Cu₂Si₆ pendant les réactions eutectiques complexes qui se produisent à la fin de la solidification.
- 6) La température de fusion de cette dernière phase est de \approx 508 °C i.e. 10 °C en dessous de celle que l'on rapporte pour un alliage avec une faible quantité de Mg.
- 7) La modification au strontium raffine la structure des particules de silicium. Par contre, elle ne change pas les réactions mettant en cause le cuivre ou le magnésium.
- 8) Le magnésium (jusqu'à \approx 0,5 % poids Mg) contribue à l'augmentation de la résistance de l'alliage (de 75 %) i.e. limite élastique et limite ultime. La ductilité augmentant de \approx 15 %.

- 9) Le traitement de mise en solution à deux paliers, qui consiste à traiter l'alliage pendant 12 hrs à 510 °C (pour dissoudre les phases contenant du cuivre) et pendant 12 hrs à 540 °C (pour dissoudre les aiguilles β -Al₅FeSi et permettre l'évolution des particules de silicium de façon à augmenter la surface occupée par la matrice d'aluminium), est un traitement efficace pour les alliages contenant peu de magnésium et de phases intermétalliques.
- 10) L'addition du magnésium force l'abaissement de la seconde température de mise en solution jusqu'à 520 °C (pour éviter la fusion des phases de cuivres). Ce traitement devient donc insuffisant pour dissoudre la phase β -Al₅FeSi dans la matrice d'aluminium.
- 11) Pour la version à haute teneur en magnésium de l'alliage, il est préférable d'utiliser un traitement de mise en solution simple à 510 °C pendant 12-24 hrs. Ce traitement peut être suivi par un traitement de vieillissement artificiel de 2-5 hrs à 158 °C. Le survieillissement ne change pas tellement les propriétés mécaniques.

- 12) On remarque la présence de taches sombres sur la surface de rupture de certaines éprouvettes de traction ayant subi un traitement de mise en solution. Ce phénomène se produit indépendamment de la composition chimique ou du titre en magnésium. La proportion d'éprouvettes atteintes augmente lorsque la température de mise en solution augmente.
- 13) L'addition du magnésium (jusqu'à 0,5 % poids Mg) est responsable de l'augmentation significative de la fraction volumique occupée par les phases contenant du cuivre et de la ségrégation de ces phases en certains endroits. L'addition de ≈ 250 ppm de strontium au métal non traité permet d'améliorer la forme et la distribution des particules de silicium eutectique. Par contre, cette addition favorise la ségrégation des phases contenant du cuivre vers des zones contenant peu de silicium.
- 14) On rencontre deux types de défauts qui découlent du traitement de mise en solution de l'alliage 319:
- i) Des taches sombres caractérisées par leur forme irrégulière, par l'absence d'une limite distincte avec la matrice environnante et n'ayant aucune épaisseur notable ou composition chimique particulière. Leur présence est indépendante de la quantité de magnésium dans l'alliage

et pourrait être attribuable à l'évolution de l'hydrogène pendant la fusion partielle des phases contenant du cuivre. Les dimensions de ces taches et le pourcentage d'éprouvettes touchées par ce phénomène sont deux paramètres qui sont dépendant de la température de mise en solution.

- ii) Le métal "brûlé" (taches noires) est la conséquence de la fusion de certaines phases dans l'alliage contenant $\approx 0,5\%$ poids Mg lorsque la température de mise en solution excède 520 °C. Ces "brûlures" causent la distortion et la rupture prématurée des éprouvettes de traction qui sont atteintes.
- 15) La diminution de la quantité de phases intermétalliques augmente la zone de déformation sous la surface de rupture améliorant ainsi l'allongement à la rupture de l'alliage.

RECOMMANDATIONS

RECOMMANDATIONS

Premièrement, il serait préférable d'augmenter le pourcentage de magnésium admissible pour l'alliage 319 puisque les différentes propriétés de l'alliage ne sont pas modifiées par cette augmentation. Ce changement permettrait de réduire les émissions de chlore tout en promettant certaines économies pour l'industrie.

Deuxièmement, il pourrait être intéressant d'optimiser le vieillissement de l'alliage 319 à partir des connaissances acquises sur le processus de mise en solution.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- 1 SAMUEL, F. H., A. M. SAMUEL, H. LIU, "Effect of magnesium content on the ageing behaviour of water-chilled Al-Si-Cu-Mg-Fe-Mn(380) alloy castings", Journal of Materials Science, vol. 30 (1995), p. 0001-0010.
- 2 GRUZLESKI, J. E., B. M. CLOSSET, "The Treatment of Liquid Aluminium-Silicon Alloys", American Foundrymen's Society, Inc., Des Plaines, Illinois, 1990, 256 p.
- 3 SAMUEL, F. H., H. LIU, A. M. SAMUEL, "Effect of Melt Cleanliness on the Properties of an Al-10 Wt Pct Si-10 Vol Pct SiC(P) Composite", Metallurgical Transactions A, vol. 24A (1993), p. 1631-1645.
- 4 CHARBONNIER, J., "Gaz dans les alliages d'aluminium de fonderie", Techniques de l'Ingénieur, traité métallurgie, 1991, p. m218-1 à m218-15.
- 5 GROTEKE, D. E., "A Starting Point for a Foundry SPC Program: Uniform Metal Quality", SAE Congress Paper 850476, (1985).
- 6 DOUTRE, D., B. GARIÉPY, J. P. MARTIN, G. DUBÉ, "Aluminium Cleanliness Monitoring: Methods and Applications in Process Development and Quality Control", Light Metals (1985), p. 1179-1189.
- 7 FASOYINU, F. A., "The Effect of Magnesium Concentration on the Drossing Tendency, Inclusion Formation, Casting Fluidity, Hydrogen Pick-Up and Mechanical Properties of Die Cast Aluminium Alloy A380.0", AFS Transactions, vol. 102 (1994), p. 515-528.

- 8 DUPUIS, C., G. BÉLAND, J.-P. MARTIN, "Filtration efficiency of ceramic foam filters for production of high quality molten aluminium alloys", Proceedings of the International Symposium on Light Metals Processings and Applications, Québec, August 29 - September 1, 1993, p. 349-357.
- 9 MARTINS, L. C. B., G. K. SIGWORTH, "Inclusion Removal by Flotation and Stirring", 2nd International Conf. on Molten Aluminum Processing, Nov 6-7, 1989, American Foundrymen's Society, p. 16-1 à 16-28.
- 10 PORTEVIN, A., P. BASTIEN, "Fluidity of Ternary Alloys", Journal of the Institute of Metals, vol. 61 (1936), p. 45-58.
- 11 FLEMINGS, M. C., F. R. MOLLARD, H. F. TAYLOR, "Mold Variables Influence on Fluidity of Aluminum: Doubling Casting Ductility by Fluidity Control", AFS Transactions, vol. 69 (1961), p. 566-577.
- 12 LANG, G., "Gieseigenschaften und Oberflächenspannung von Aluminium und binären Aluminiumlegierungen", Part I, Aluminium, vol. 48, no. 10 (1972), p. 664-672
- 13 GROTEKE, D. E., "Influence of SNIF Treatment on Characteristics of Aluminium Foundry Alloys", AFS Transactions, vol. 93 (1986), p. 953-960.
- 14 FLOREEN, S., D. V. RAGONE, "The Fluidity of Some Aluminum Alloys", AFS Transactions, vol. 65 (1957), p. 391-393.
- 15 MOLLARD, F. R., M. C. FLEMINGS, E. F. NIYAMA, "Understanding Aluminum Fluidity: The Key to Advanced Cast Products", AFS Transactions, vol. 94 (1987), p. 647-652.
- 16 VENKATESWARAN, S., R. M. MALLYA, M. R. SESHA DRI, "Effect of Trace Elements on the Fluidity of Eutectic Al-Si Alloy Using the Vacuum Suction Technique", AFS Transactions, vol. 93 (1986), p. 701-707.
- 17 "Aluminum: Properties and Physical Metallurgy", J. E. HATCH (ed.), American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984, 424 p.
- 18 HORNBOGEN, E., "Aluminium", vol. 43 (1967), p. 115.

- 19 CIBULA, A., "The Mechanism of Grain Refinement of Sand Castings in Aluminum Alloys", Journal of the Institute of Metals, vol. 76 (1949-1950), p. 321.
- 20 APELIAN, D., G. K. SIGWORTH, K. R. WHALER, "Assessment of Grain Refinement and Modification of Al-Si Foundry Alloys by Thermal Analysis", AFS Transactions, vol. 91 (1984), p. 297-307.
- 21 BACKERUD, S. L., G. K. SIGWORTH, "Recent Developments in Thermal Analysis of Aluminum Casting Alloys", AFS Transactions, vol. 97 (1989), p. 459-464.
- 22 BACKERUD, S. L., G. CHAI, J. TAMMINEN, "Solidification Characteristics of Aluminum Alloys", vol. 2, AFS/Skanaluminium, Plains, II, 1990, p. 85-110.
- 23 DORLOT, J. M., J.-P. BAILON, J. MASOUNAVE, "Des Matériaux", Éditions de l'École Polytechnique de Montréal (1986), p. 148-149.
- 24 APELIAN, D., S. SHIVKUMAR, G. K. SIGWORTH, "Fundamental Aspects of Heat Treatment of Cast Al-Si-Mg Alloys", AFS Transactions, vol. 97 (1989), p. 727-742.
- 25 CLOSSET, B. M., R. A. L. DREW, J. E. GRUZLESKI, "Eutectic Silicon Shape Control by In Situ Measurement of Resistivity", AFS Transactions, vol. 93 (1986), p. 9-16.
- 26 RHINES, F. N., M. ABALLE, "Growth of Silicon Particles in an Aluminum Matrix", Metallurgical Transactions A, vol. 17A (1986), p. 2139-2152.
- 27 MARSH, L. E., G. REINEMANN, "Premium Quality Aluminum Castings Theory, Practice and Assurances", AFS Transactions, vol. 95 (1987), p. 413-422.
- 28 TSUKUDA, M., S. KOIKE, M. HARADA, "Heat Treatment of Al-7% Si-0.3% Mg Alloy", Journal of Japan Institute of Light Metals, vol. 28(1) (1978), p. 8-14.
- 29 GAUTHIER, J., P. R. LOUCHEZ, F. H. SAMUEL, "Heat treatment of 319.2 aluminium automotive alloy: Part 1, Solution heat treatment", Cast Metals, vol. 8(2) (1995), p. 91-106.

- 30 GAUTHIER, J., P. R. LOUCHEZ, F. H. SAMUEL, "Heat treatment of 319.2 aluminium automotive alloy: Part 2, Ageing Behaviour", Cast Metals, vol. 8(2) (1995), p. 107-114.
- 31 SOKOLOWSKI, J. H., X-C. SUN, G. BYCZYNSKI, D. O. NORTHWOOD, D. E. PENROD, R. THOMAS, A. ESSELTINE, "The removal of copper-phase segregation and the subsequent improvement in mechanical properties of cast 319 aluminum alloys by a two-stage solution heat treatment", Journal of Materials Processing Technology, 53 (1995), p. 385-392.
- 32 DASGUPTA, R., C. C. BROWN, S. MAREK, "Effect of Increased Magnesium Content on the Mechanical Properties of Sand-Cast 319 Aluminum Alloy", AFS Transactions, vol. 97 (1989), p. 245-254.
- 33 DASGUPTA, R., C. C. BROWN, S. MAREK, "Optimization of Properties in Strontium Modified 319 Alloy Castings", Proceedings of 2nd International Conference on Molten Aluminum Processing, Orlando, Florida, November 6-7 (1989), p. 3-1 - 3-32.
- 34 DASGUPTA, R., C. C. BROWN, S. MAREK, "Influence of increasing magnesium levels on microstructures and mechanical properties of strontium-modified 319 aluminum alloy", Proceedings of the International Conf. on "Advanced Aluminum and Magnesium Alloys", Orlando (1990), p.485-492.
- 35 GAUTHIER, J., "Effet du traitement thermique sur les propriétés mécaniques, la microstructure et la fractographie pour l'alliage Al-Si-Cu-Mg.", Mémoire de maîtrise, Département des Sciences Appliquées, Université du Québec à Chicoutimi, Chicoutimi, Québec, Canada (1994).
- 36 SIMMONS, W., "The Filtering of Molten Metal to Improve Productivity, Yield, Quality and Properties", Indian Foundry Journal, 1986, p. 21-28.
- 37 SIMENSEN, C. J., G. BERG, "A survey of inclusions in aluminium", Aluminium, vol. 56 (1980), p. 335-340.
- 38 APELIAN, D., 1988 Electric Furnace Conference Proceedings, Pittsburgh, Dec. 6-9, 1988.
- 39 APELIAN, D., R. MUTHARASAN, S. ALI, "Removal of Inclusions from Steel Melts by Filtration", Journal of Materials Science, vol. 20 (1985), p. 3501-3514.

- 40 CUMMING, H. C., F. B. STULEN, W. C. SCHULTE, Transactions of ASM, vol. 49, p.482-512.
- 41 ECKERT, C. E., R. E. MILLER, D. APELIAN, R. MUTHARASAN, "Molten Aluminum Filtration: Fundamental Models", Light Metals (1984), p.1281-1304.
- 42 SIMENSEN, C. J., U. HARTVEDT, "Analysis of Oxides in Aluminium by Means of Melt Filtration", Z. Metallkunde, vol. 76 (1985), p. 409-414.
- 43 MULAZIMOGLU, M. H., TENEKEDJIEV, B. M. CLOSSET, J. E. GRUZLESKI, "Studies on the Minor Reactions and Phases in Strontium-treated Aluminium-Silicon Casting Alloys", Cast Metals, vol. 6(1) (1993), p. 16-28.
- 44 GORBRECHT, J., "Ségrégation par Gravité du Fer, de Manganèse et du Chrome dans les alliages Aluminium-Silicium de Fonderie", Fonderie, 367, mai 1977, p. 171-173.
- 45 SHABESTARI, S. G., J. E. GRUZLESKI, "The Kinetics of Formation and Growth of Complex Intermetallic Compounds in Aluminum-Silicon Alloys", Proceedings of the International Symposium on Light Metals Processings and Applications, Québec, August 29 - September 1, 1993, p. 241-252.
- 46 BEUMLER, H., A. HAMMERSTAD, B. WIETING, R. DASGUPTA, "Analysis of Modified 319 Aluminum Alloy", AFS Transactions, vol. 96 (1988), p.1-12.
- 47 COUTURE, A., "Iron in Aluminum Casting Alloys: A Literature Survey", AFS International Cast Metals Journal, 1981, p. 9-17.
- 48 VORREN, O., J. E. EVENSEN, T. B. PEDERSEN, "Microstructure and Mechanical Properties of Al-Si(Mg) Castings Alloys", AFS Transactions, vol. 92 (1984), p. 459-466.
- 49 KOMIYAMA, Y., K. UCHIDA, M. GUNSHI, "Effect of Fe, Mn, Zn and Ti on mechanical properties and micro-structures of Al-Si-Cu-Mg casting alloy", Journal of Japan Institute of Light Metals, vol. 26 (1976), p. 311-319.

- 50 TAGAMI, M., K. HASHIURA, "Influence of Fe contents on fracture toughness of Al-7.5%Si-3%Cu-0,3%Mg alloy castings", Journal of Japan Institute of Light Metals, vol. 31 (1981), p. 479-483.
- 51 SAMUEL, F. H., A. M. SAMUEL, H. W. DOTY, "Factors Controlling the Type and Morphology of Copper-Containing Phases in 319 Aluminum Alloy", AFS Transactions, vol. 104 (1996), accepté.
- 52 SAMUEL, A. M., F. H. SAMUEL, "A Metallographic Study of Porosity and Fracture Behavior in Relation to the Tensile Properties in 319.2 End Chill Castings", Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 26A (1995), p. 2359-2372.
- 53 SHIVKUMAR, S., S. RICCI JR, D. APELIAN, "Influence of Solution Heat Parameters and Simplified Supersaturation Treatments on Tensile Properties of A356 Alloy", AFS Transactions, vol. 98 (1990), p. 913-922.
- 54 "Aluminium, vol 1", K. R. VAN HORNE (ed.), ASM, Metals Park, OH, 1976.
- 55 BRUNER, R. W., "Metallurgy of Die Casting Alloys", SDCE Inc., Detroit, MI, 1976, p. 75.
- 56 GAUTHIER, J., F. H. SAMUEL, "Tensile Properties and Fracture Behavior of Solution Heat Treated 319.2 Aluminum Automotive Alloy", AFS Transactions, vol. 103 (1995), sous presse.
- 57 SAMUEL, A. M., J. GAUTHIER, F. H. SAMUEL, "Microstructural Aspects of the Dissolution of Al_2Cu Phase in Al-Si Alloys During Solution Heat Treatment", Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 27A (1976), sous presse.
- 58 "Special Report on the Mechanical Properties of Permanent Mold Aluminum Alloy Test Casting", Aluminium Association (1990).
- 59 GOWRI, S., F. H. SAMUEL, "Effect of Alloying Elements on the Solidification Characteristics and Microstructure of Al-Si-Cu-Mg-Fe 380 Alloy", Metallurgical Transactions A, vol 25A (1994), p. 437-447.
- 60 DUNN, R. P., W. Y. DICKERT, "Magnesium Effect on the Strength of A380.0 and 383.0 Aluminum Die Casting Alloys", Die Casting Engineering, vol. 19 (1975), p. 12-20.

- 61 SINGH, R. J., R. I. GANGULY, B. K. DHINDAW, "Application of Statistical Design of Experiments for Quantitatively Studying the Strengthening Characteristic of Cast Al-Si-Cu-Mg Alloys", British Foundryman, vol. 77 (1984), p. 436-440.
- 62 ROY, N., A. M. SAMUEL, F. H. SAMUEL, "Porosity Formation in Al-9 wt Pct Si-3 wt Pct Cu Alloy Systems: Metallographic Observations", Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 27A (1996), sous presse.
- 63 SAMUEL, A. M., F. H. SAMUEL, "Effect of Melt Treatment, Solidification Conditions and Porosity Level on the Tensile Properties of 319.2 End Chill Aluminium Castings", Journal of Materials Science, vol. 30 (1995), p. 4823-4833.
- 64 NARAYANAN, L. A., F. H. SAMUEL, J. E. GRUZLESKI, "Crystallization Behavior of Iron-containing Intermetallic Compounds in 319 Aluminum Alloy", Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 25A (1994), p. 1761-1773.
- 65 NARAYANAN, L. A., F. H. SAMUEL, J. E. GRUZLESKI, "Dissolution of Iron Intermetallics in Al-Si Alloys through Nonequilibrium Heat Treatment", Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 26A (1995), p. 2161-2174.
- 66 JACOB, S., "Modification de l'AS7G06 par le Sodium, l'Antimoine et le Strontium", Fonderie-Fondeur d'aujourd'hui, no. 363 (1977), p. 13-25.
- 67 CLOSSET, B. M., J. E. GRUZLESKI, "Utilisation du strontium métallique dans la modification des alliages Al-Si-Mg", Fonderie-Fondeur d'aujourd'hui, vol. 11 (1982), p. 41-47.
- 68 ARBENZ, H., "Lunkerneigung von Aluminnum Guslegierungen", Giesserei, vol. 49 (1962), p. 105-110.
- 69 GANGULEE, A., J. GURLAND, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, vol. 239 (1967), p. 239.
- 70 CREPEAU, P. N., S. D. ANTOLOVICH, J. A. WORDEN, "Structure-Property Relationships in Aluminum Alloy 339-T5: Tensile Behavior at Room and Elevated Temperature", AFS Transactions, vol. 98 (1990), p. 813-822.

- 71 PAN, E. N., H. S. CHIOU, G. J. LIAO, "Effects of Modification and Solidification Conditions on the Feeding Behavior of A356 Al Alloy", AFS Transactions, vol. 94 (1991), p. 605-621.