

**UNIVERSITÉ DU QUÉBEC**

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

**PAR  
NORMAND ROY**

**ÉTUDE PARAMÉTRIQUE DE L'ÉVOLUTION DE LA POROSITÉ  
DANS LE SYSTÈME Al-9%Si-3%Cu**

**DÉCEMBRE 1994**



### **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 porosité peut diminuer considérablement les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. Cette étude a pour objectif de mesurer l'importance de certains paramètres chimiques et thermiques agissant sur la porosité dans l'alliage Al-9%Si-3%Cu.

Une étude bibliographique permet de mieux comprendre les mécanismes de formation de la porosité. Elle passe aussi en revue les principaux facteurs influant sur la porosité.

La méthode utilisée pour construire la campagne d'expérience permettant de mesurer l'importance des effets des paramètres est celle du modèle factoriel à deux niveaux. Cette méthode permet de mesurer plusieurs paramètres et interactions avec le moins d'expérience possible.

Le moule servant à couler les alliages possède une paroi pivotante permettant ainsi de faire varier la vitesse de solidification verticale. Aussi, ce moule est inclinable de façon à diminuer le plus possible la turbulence lors du remplissage.

Pour chaque coulée, des échantillons pour l'analyse chimique et pour l'évaluation de la teneur en hydrogène furent produits. Une analyse thermique a également été effectuée avec des thermocouples positionnés dans le moule afin de caractériser les conditions de refroidissement subits dans les lingots.

Une mince plaque fut extraite de chaque lingot pour en faire une analyse radiographique. Des échantillons furent extraits de chaque lingot pour en observer la porosité à l'aide d'un microscope relié à un analyseur d'image.

Plusieurs paramètres d'observations de la porosité ont été étudiés, notamment les densités des pores et les valeurs moyennes et maximales de la longueur et de l'aire. On a pu constater que la distribution de la porosité en fonction de la longueur est d'abord exponentielle pour les petits pores et devient ensuite irrégulière pour les pores plus gros. Une procédure de mesure fut développée afin d'améliorer la précision des mesures.

Finalement, la méthode factorielle et une analyse de régression multiple furent utilisées en parallèle pour dégager les effets de chaque paramètre.

## REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier Monsieur Fawzy Hosny Samuel et Monsieur Patrick René Louchez pour l'appui et les judicieux conseils formulés durant toute la durée de ce travail.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers Monsieur J. Fred Major pour les aides technique et humanitaire qu'il m'a accordées.

Je remercie Monsieur John E. Gruzleski pour l'aide technique, Monsieur Greg Hayes pour l'analyse radiographique et Monsieur Jacques Boutin pour l'analyse de la teneur en hydrogène.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance toute particulière envers Monsieur Lin Zhang qui s'est associé à moi pour réaliser tout le travail expérimental.

Je remercie aussi le personnel des laboratoires, Monsieur Gilles Lemire et Monsieur Régis Boucher pour leur participation à la réalisation du montage et à la réussite des expériences.

Je remercie la Société d'Électrolyse et de Chimie Alcan limitée, le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada et la Fondation de l'Université du Québec à Chicoutimi qui ont rendu possible ce travail de recherche.

Je tiens finalement à remercier toutes les personnes qui ont contribué d'une façon ou d'une autre à ce travail de recherche ainsi que ma famille et mes amis.

## TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ .....	i
REMERCIEMENTS .....	ii
TABLE DES MATIÈRES .....	iii
LISTE DES FIGURES .....	vi
LISTE DES TABLEAUX .....	x
NOMENCLATURE .....	xii
<b>CHAPITRE 1 INTRODUCTION .....</b>	<b>1</b>
1.1 PROBLÉMATIQUE .....	2
1.2 OBJECTIF .....	4
1.3 MÉTHODOLOGIE .....	4
<b>CHAPITRE 2 ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>6</b>
2.1 LES MÉCANISMES DE FORMATION DE LA POROSITÉ .....	7
2.1.1 Phénomènes causant la porosité .....	7
2.1.2 Solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium .....	9
2.1.3 Germination .....	14
2.1.4 Condition de croissance .....	16
2.2 LES FACTEURS INFLUANT SUR LA POROSITÉ .....	19
2.2.1 Les conditions extérieures .....	19
2.2.2 Conditions de l'alliage .....	20
2.2.2.1 La composition chimique .....	20
2.2.2.2 L'affinage du grain .....	22
2.2.2.3 Le strontium .....	24
2.2.3 Conditions de refroidissement .....	28
2.2.3.1 Le temps de solidification .....	29
2.2.3.2 La vitesse de solidification .....	32
2.2.3.3 Le taux de refroidissement .....	33
2.2.3.4 Le gradient thermique .....	34

<b>CHAPITRE 3</b>	<b>MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE</b>	<b>35</b>
3.1	DESCRIPTION DES ALLIAGES	36
3.1.1	Alliage de base	36
3.1.2	Choix des éléments d'addition	36
3.1.3	Choix des alliages étudiés	37
3.1.4	Description de l'incorporation des éléments d'addition	41
3.1.5	Analyse chimique des alliages réalisés	42
3.1.6	Contrôle de la teneur en hydrogène	44
3.1.6.1	Le dégazage	44
3.1.6.2	Le gazage	44
3.1.6.3	La mesure de la teneur en hydrogène dans l'alliage liquide.	45
3.1.7	Analyse d'hydrogène dans l'alliage solide	48
3.2	DESCRIPTION DES INSTALLATIONS EXPÉRIMENTALES	49
3.2.1	Moule à vitesse de solidification variable	49
3.2.2	Description des deux moules utilisés	52
3.2.3	Les fours	57
3.2.4	Les thermocouples	58
3.3	DESCRIPTION DE LA COULÉE	62
3.3.1	Coulée typique	62
3.3.2	Coulée pour analyse thermique	68
3.4	DESCRIPTION DE LA MESURE DE LA POROSITÉ	70
3.4.1	Préparation des échantillons	70
3.4.2	Procédure de la mesure des pores	73
3.4.3	Ajustement des paramètres de mesure	75
<b>CHAPITRE 4</b>	<b>ANALYSE DES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX</b>	<b>81</b>
4.1	ÉVALUATION DES CARACTÉRISTIQUES DE SOLIDIFICATION	82
4.1.1	Description des courbes de température	82
4.1.2	Analyse des résultats de solidification	86
4.2	OBSERVATIONS MACROSCOPIQUES	88
4.2.1	Analyse radiographique	88
4.2.2	Analyse métallographique	92
4.3	ANALYSE DE LA POROSITÉ	96
4.3.1	Distribution de la taille des pores	96
4.3.2	La distribution exponentielle des petits pores	98
4.3.3	La distribution irrégulière des gros pores	102
4.3.4	Précision des mesures	106
4.3.5	Résultats de l'analyse d'image	109

<b>CHAPITRE 5</b>	<b>ÉTUDE STATISTIQUE DE LA POROSITÉ</b>	<b>110</b>
5.1	MÉTHODOLOGIE	111
5.2	ÉTUDE PAR LA MÉTHODE FACTORIELLE À DEUX NIVEAUX	112
5.2.1	Présentation de la méthode	112
5.2.2	Conception de la campagne d'expériences	115
5.2.3	Résultats de la méthode factorielle à deux niveaux	117
5.3	ÉTUDE PAR RÉGRESSION MULTIPLE	122
5.3.1	Description de la méthode	122
5.3.2	Présentation des résultats	125
5.4	DISCUSSION DES RÉSULTATS STATISTIQUES	130
5.4.1	Rôle de la teneur en hydrogène	130
5.4.2	Rôle des constituants de l'alliage	134
5.4.3	Effets des interactions entre constituants	136
5.4.4	Rôle des paramètres thermiques	138
	CONCLUSION	140
	BIBLIOGRAPHIE	146
	ANNEXE 1	152
	ANNEXE 2	165

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure 1</b>	Contrainte ultime en fonction de la teneur en hydrogène pour l'alliage Al-4,5%Cu . . . . .	3
<b>Figure 2</b>	Porosité surfacique en fonction de la teneur en hydrogène et du temps de solidification pour un alliage modifié et non-modifié . . .	8
<b>Figure 3</b>	Aire maximale des pores en fonction de la teneur en hydrogène et du temps de solidification . . . . .	8
<b>Figure 4</b>	Solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium pur, l'alliage 356 et l'alliage 319 en fonction de la température à la pression normale	10
<b>Figure 5</b>	Solubilité de l'hydrogène en fonction du titre en cuivre et de la température . . . . .	12
<b>Figure 6</b>	Solubilité de l'hydrogène en fonction du titre en silicium et de la température . . . . .	12
<b>Figure 7</b>	Solubilité de l'hydrogène en fonction du titre en magnésium et de la température . . . . .	13
<b>Figure 8</b>	Solubilité de l'hydrogène en fonction du titre en lithium et de la température . . . . .	13
<b>Figure 9</b>	Densité par rapport à l'eau de l'alliage A-S5U3G en fonction de la teneur en hydrogène mesurée avec l'appareil Télégas sous une pression de 8 kPa pour deux niveaux de propreté . . . . .	18
<b>Figure 10</b>	Distribution de la porosité (%) dans deux lingots de l'alliage Al-4,5%Cu dont l'un est affiné et l'autre pas . . . . .	22
<b>Figure 11</b>	Isoplèthes de l'aire maximale des pores (en milliers de $\mu\text{m}^2$ ) en fonction de la teneur en hydrogène et du titre en strontium dans un moule permanent . . . . .	26

<b>Figure 12</b>	Isoplèthes de la longueur maximale de pores (en $\mu\text{m}$ ) en fonction de la teneur en hydrogène et du titre en strontium dans un moule permanent . . . . .	27
<b>Figure 13</b>	Porosité surfacique en fonction du temps de solidification et de la teneur en hydrogène . . . . .	30
<b>Figure 14</b>	Longueur maximale en fonction du temps de solidification et de la teneur en hydrogène . . . . .	30
<b>Figure 15</b>	Aire maximale des pores en fonction du temps de solidification et de la teneur en hydrogène . . . . .	31
<b>Figure 16</b>	Isoplèthes de la densité des pores (en pores/cm <sup>2</sup> ) en fonction du temps de solidification et de la teneur en hydrogène . . . . .	31
<b>Figure 17</b>	Schéma de fonctionnement de l'analyseur AISCAN . . . . .	47
<b>Figure 18</b>	Lingot typique . . . . .	50
<b>Figure 19</b>	Vue en trois dimensions du moule froid . . . . .	53
<b>Figure 20</b>	Vue de profil du moule froid avec cotes . . . . .	54
<b>Figure 21</b>	Vue en trois dimensions du moule chaud . . . . .	55
<b>Figure 22</b>	Vue de profil du moule chaud avec cotes . . . . .	56
<b>Figure 23</b>	Thermocouple de type GG-K-36 . . . . .	59
<b>Figure 24</b>	Thermocouple assemblé . . . . .	61
<b>Figure 25</b>	Organigramme d'une procédure de coulée typique . . . . .	63
<b>Figure 26</b>	Début et fin du remplissage du moule chaud . . . . .	67
<b>Figure 27</b>	Découpage du lingot du moule froid . . . . .	71
<b>Figure 28</b>	Découpage du lingot du moule chaud . . . . .	72
<b>Figure 29</b>	Effet de la mise au point sur le nombre de pores . . . . .	75
<b>Figure 30</b>	Effet de la mise au point sur la longueur moyenne des pores . . . . .	76

<b>Figure 31</b>	Effet de la mise au point sur la porosité surfacique . . . . .	77
<b>Figure 32</b>	Effet de l'ajustement de l'éclairage sur le nombre de pores . . . .	78
<b>Figure 33</b>	Effet de l'ajustement de l'éclairage sur la longueur moyenne des pores . . . . .	78
<b>Figure 34</b>	Effet de l'ajustement de l'éclairage sur la porosité surfacique . .	79
<b>Figure 35</b>	Courbes thermiques globales des trois cas de solidification . . .	83
<b>Figure 36</b>	Courbes thermiques de l'échantillon p . . . . .	84
<b>Figure 37</b>	Courbes thermiques de l'échantillon m . . . . .	84
<b>Figure 38</b>	Courbes thermiques de l'échantillon g . . . . .	85
<b>Figure 39</b>	Courbes de refroidissement de l'échantillon p . . . . .	86
<b>Figure 40</b>	Courbes de refroidissement de l'échantillon m . . . . .	87
<b>Figure 41</b>	Courbes de refroidissement de l'échantillon g . . . . .	87
<b>Figure 42</b>	Effet de l'addition d'hydrogène . . . . .	93
<b>Figure 43</b>	Effet de l'affinage du grain . . . . .	94
<b>Figure 44</b>	Effet de l'addition de strontium . . . . .	95
<b>Figure 45</b>	Distribution de la densité des pores en fonction de leur longueur.	96
<b>Figure 46</b>	Distribution de la densité des pores en fonction de leur aire . . .	97
<b>Figure 47</b>	Probabilité théorique de la densité en fonction de la longueur des pores . . . . .	98
<b>Figure 48</b>	Partie exponentielle de la distribution expérimentale de la densité des pores . . . . .	99
<b>Figure 49</b>	Densité probable calculée en fonction de la longueur des pores.	100
<b>Figure 50</b>	Partie exponentielle de la distribution de la densité mesurée et calculée en fonction de la longueur des pores . . . . .	101

<b>Figure 51</b>	Distribution expérimentale de la densité des gros pores . . . . .	102
<b>Figure 52</b>	Probabilité mesurée et calculée pour la densité des pores en fonction de leur longueur . . . . .	103
<b>Figure 53</b>	Densité mesurée et densité probable calculée en fonction de la longueur des pores . . . . .	104
<b>Figure 54</b>	Distribution irrégulière des densités mesurée et calculée en fonction de la longueur des pores . . . . .	105
<b>Figure 55</b>	Distribution des résidus pour l'équation de régression de la transformée de la porosité surfacique . . . . .	128
<b>Figure 56</b>	Aire maximale de la partie irrégulière ( $\mu\text{m}^2$ ) en fonction du titre en magnésium et de la teneur en hydrogène . . . . .	131
<b>Figure 57</b>	Porosité surfacique (%) en fonction de l'affineur du grain et de la teneur en hydrogène . . . . .	132
<b>Figure 58</b>	Longueur ( $\mu\text{m}$ ) et aire ( $\mu\text{m}^2$ ) maximales en fonction de la vitesse de solidification et de l'affineur du grain . . . . .	133
<b>Figure 59</b>	Porosité surfacique (%) et aire maximale de la partie irrégulière ( $\mu\text{m}^2$ ) en fonction des titres en strontium et en magnésium . . . .	137
<b>Figure 60</b>	Porosité surfacique (%), longueur ( $\mu\text{m}$ ) et aire ( $\mu\text{m}^2$ ) maximales en fonction de $v_s$ et de $t_s$ . . . . .	139

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau 1</b>	Titre massique des éléments d'addition . . . . .	37
<b>Tableau 2</b>	Compositions chimiques ciblées des 24 alliages . . . . .	40
<b>Tableau 3</b>	Compositions chimiques réelles des alliages . . . . .	43
<b>Tableau 4</b>	Mesures de la teneur en hydrogène des 24 alliages . . . . .	49
<b>Tableau 5</b>	Conditions du moule en fonction des trois valeurs de refroidissement . . . . .	51
<b>Tableau 6</b>	Composition chimique de l'alliage d'aluminium ayant servi à l'analyse thermique . . . . .	58
<b>Tableau 7</b>	Procédure de polissage des échantillons . . . . .	73
<b>Tableau 8</b>	Valeurs des paramètres thermiques calculées pour les trois échantillons . . . . .	88
<b>Tableau 9</b>	Résultats de 8 mesures pour l'échantillon s2p . . . . .	106
<b>Tableau 10</b>	Paramètres statistiques des 8 mesures de l'échantillon s2p . .	107
<b>Tableau 11</b>	Paramètres statistiques pour une même image . . . . .	108
<b>Tableau 12</b>	Le modèle pour mesurer les effets de trois variables ( $x_1$ , $x_2$ et $x_3$ ) et de leurs interactions . . . . .	115
<b>Tableau 13</b>	Le modèle confondu à quatre variables . . . . .	116
<b>Tableau 14</b>	Les effets confondus des trois groupes d'expériences . . . . .	117
<b>Tableau 15</b>	Effets relatifs en pourcentage pour le groupe du fer . . . . .	118
<b>Tableau 16</b>	Effets relatifs en pourcentage pour le groupe de l'hydrogène .	119

<b>Tableau 17</b>	Effets relatifs en pourcentage pour le groupe du strontium . . .	120
<b>Tableau 18</b>	Interprétation des effets relatifs calculés avec la méthode factorielle . . . . .	121
<b>Tableau 19</b>	Variables indépendantes de la régression . . . . .	123
<b>Tableau 20</b>	Contributions marginales des variables des équations de régression . . . . .	127
<b>Tableau 21</b>	Interprétation des contributions marginales pour les variables dépendantes bien évaluées par la méthode de régression . . .	130

## NOMENCLATURE

$A, B$  : indice du métal

$C_A$  : facteur de correction qui dépend de la composition chimique

$C_{H_2}$  : facteur de correction qui dépend de la pression partielle d'hydrogène

$C_T$  : facteur de correction qui dépend de la température

$DAS$  : espace interdendritique

$d_{cla}$  : densité d'une classe

$d_{exp}, d_{irr}$  : densité des pores de la partie exponentielle, densité de la partie irrégulière

$e, e_{rel}$  : effet, effet relatif

$f_s$  : fraction solide

$f(l), F(l)$  : fonction de probabilité de  $l$ , fonction de répartition de  $l$

$G$  : gradient thermique maximal sur le front de solidification

$k$  : nombre de variables dans un modèle

$l$  : longueur

$lc$  : largeur de la classe

$l_{lim}, l_{max}$  : longueur limite, longueur maximale

$N$  : facteur de rang

$n$  : nombre d'expérience

$P_{Atm}$  : pression atmosphérique

- $P_g$  : pression d'équilibre des gaz dissous dans le métal  
 $P_{H_2}$  : pression partielle d'hydrogène dans l'atmosphère en kPa  
 $P_i$  : pression interne d'une bulle  
 $P_m$  : pression métallostatique  
 $P_r$  : baisse de pression due à la retassure  
 $P_s$  : pression due à la tension de surface à l'interface pore/liquide  
 $p_{sur}, p_{vol}$  : porosité surfacique, porosité volumique  
 $r$  : rayon d'une bulle  
 $R^2$  : facteur de régression multiple  
 $S$  : teneur en hydrogène en ml/100 g d'aluminium  
 $S_o$  : solubilité de l'hydrogène  
 $T$  : température en Kelvin  
 $t$  : contribution marginale  
 $t_s$  : temps de solidification  
 $t_{seuil}$  : valeur seuil de contribution marginale  
 $v_s$  : vitesse du front de solidification dans la direction du gradient thermique  
 $\alpha$  : niveau de signification  
 $\varepsilon$  : taux de refroidissement instantané  
 $\mu$  : moyenne  
 $\rho_e, \rho_t$  : densité expérimentale, densité théorique  
 $\sigma$  : écart-type  
 $\sigma_t$  : tension interfaciale

**CHAPITRE 1**  
**INTRODUCTION**

## CHAPITRE 1

### INTRODUCTION

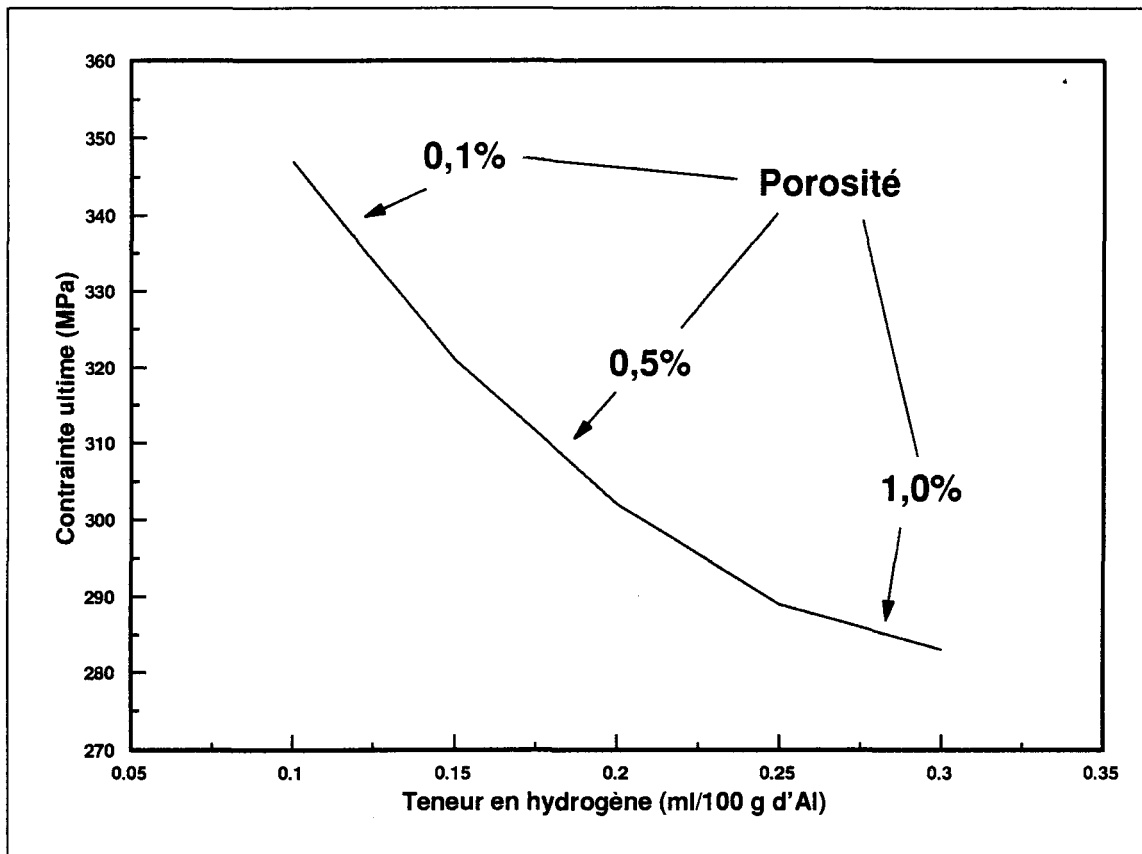
#### 1.1 PROBLÉMATIQUE

Dans les pièces d'aluminium coulées, on peut observer des cavités habituellement microscopiques, quelques fois macroscopiques. Ce phénomène est appelé la porosité. On peut quantifier la porosité  $p_{vol}$  en faisant le rapport du volume vide au volume total. En pratique, elle est définie (en pourcentage) par le rapport des densités [Ransley et Neufeld (1948)]:

$$p_{vol} = \left( \frac{\rho_t - \rho_e}{\rho_t} \right) \times 100 \quad (1)$$

où  $\rho_t$  et  $\rho_e$  sont les densités théorique (sans pore) et expérimentale du matériau.

L'apparition de la porosité, ou toute augmentation de cette dernière, est importante puisqu'elle peut affecter irrémédiablement les propriétés mécaniques de la pièce coulée. Harada et al ont montré que dans le système Al-7%Si-0,3%Mg, la microporosité est le facteur contribuant le plus à la diminution de la contrainte à la rupture, la limite élastique, la dureté, et la résistance à la fatigue. Talbot a aussi montré la détérioration due à la porosité pour l'alliage Al-4,5%Cu (figure 1).



**Figure 1** Contrainte ultime en fonction de la teneur en hydrogène pour l'alliage Al-4,5%Cu [Talbot (1975)].

La porosité est de plus un facteur très important (après la grosseur des grains) dans la diminution de l'allongement. La porosité est aussi néfaste pour le fini de surface car elle altère l'apparence et rend l'anodisation plus difficile. Par contre, un effet positif de la porosité est celui de réduire la tendance à la crique des alliages d'aluminium; la crique peut être considéré comme un défaut d'alimentation des parties chaudes par le liquide interdendritique. Il est donc important de connaître les facteurs agissant sur la quantité, la forme et la distribution de la porosité.

## 1.2 OBJECTIF

Le but de ce travail est de quantifier et de comprendre l'effet de la composition chimique et du refroidissement sur la distribution de la porosité pour des alliages d'aluminium composés à 9% de silicium et 3% de cuivre.

## 1.3 MÉTHODOLOGIE

Les étapes suivies pour atteindre l'objectif sont les suivantes:

- 1° Concevoir la campagne d'essai en choisissant les éléments chimiques qui influent sur la porosité et en déterminer les compositions chimiques mettant en évidence les interactions entre les éléments.
- 2° Élaborer un montage expérimental utilisant un moule permettant de faire varier la vitesse de refroidissement.
- 3° Effectuer les expériences de fonderie par coulage de tous les alliages sélectionnés selon la procédure retenue.
- 4° Extraire des lingots les échantillons pour les polir et les plaques pour les usiner et en faire l'analyse radiographique.
- 5° Répertorier en identifiant et comptant les principales caractéristiques de forme de la porosité des échantillons à l'aide d'un analyseur d'image.
- 6° Appliquer une modélisation statistique aux résultats de l'analyse d'image pour calculer les valeurs des paramètres de la porosité les plus significatifs.

- 7° Appliquer une analyse de corrélation sur les valeurs obtenues par modélisation statistique afin d'identifier le rôle du refroidissement, des éléments chimiques dominants ainsi que des interactions dans le processus de formation de la porosité.

## **CHAPITRE 2**

### **ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

## **CHAPITRE 2**

### **ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

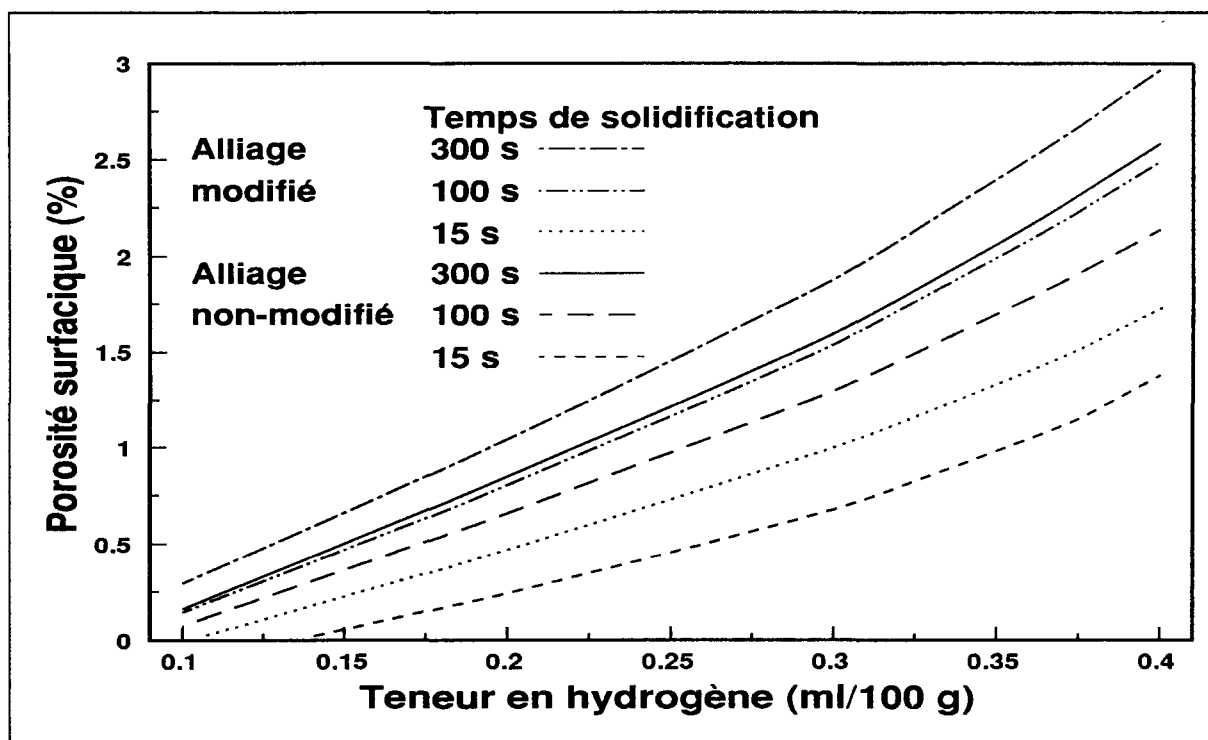
#### **2.1 LES MÉCANISMES DE FORMATION DE LA POROSITÉ**

##### **2.1.1 Phénomènes causant la porosité**

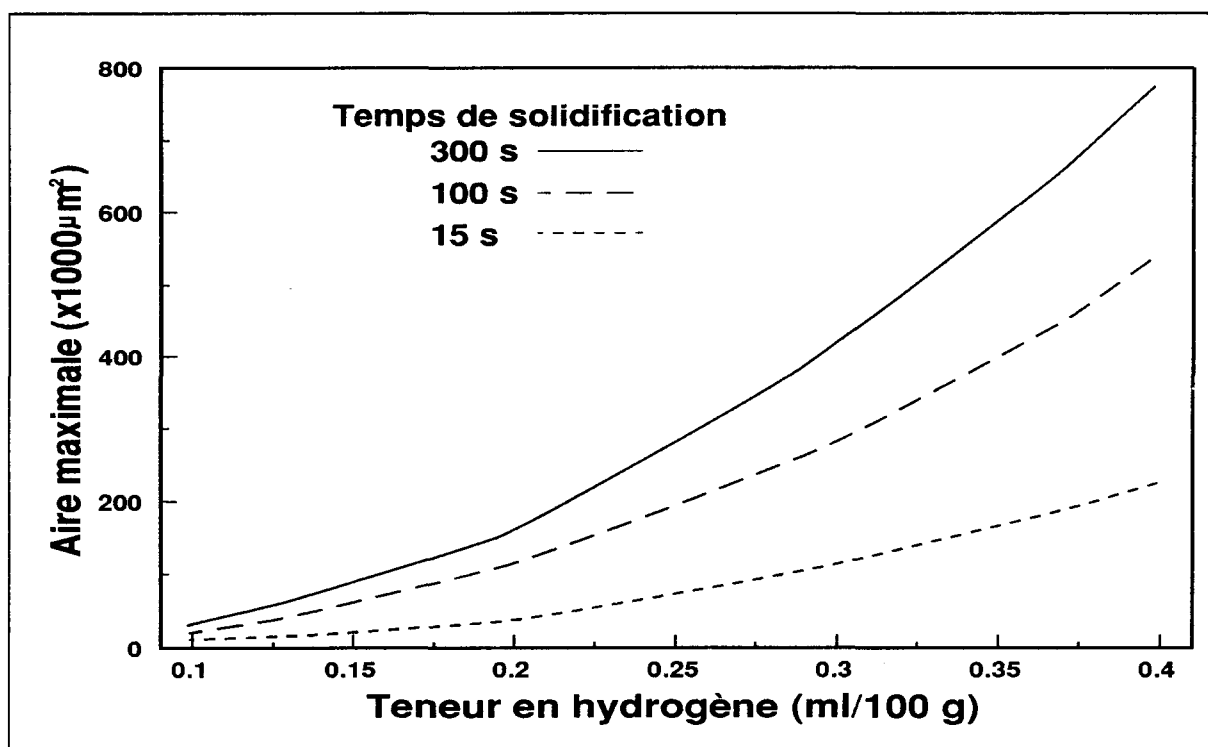
La porosité dans l'aluminium est due à l'existence et la combinaison de deux phénomènes: la dissolution de l'hydrogène (le seul gaz ayant une solubilité significative dans l'aluminium et ses alliages) et le retrait du métal durant la solidification (retassure).

Tynelius (1992) a montré que la teneur en hydrogène est le facteur le plus important pour la dimension et le nombre de pores dans l'alliage A356.2 . La porosité surfacique (figure 2), la longueur maximale et l'aire maximale des pores (figure 3) augmentent avec la teneur en hydrogène.

Elle a aussi remarqué que la porosité ne se forme pas sous un certain seuil de teneur en hydrogène. Ce seuil est unique pour chaque condition de coulée et composition chimique données.



**Figure 2** Porosité surfacique en fonction de la teneur en hydrogène et du temps de solidification pour un alliage modifié et non-modifié [Tynelius (1992)].



**Figure 3** Aire maximale des pores en fonction de la teneur en hydrogène et du temps de solidification [Tynelius (1992)].

### 2.1.2 Solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium

Introduit dans l'aluminium, l'hydrogène subit la réaction suivante:



On exprime la solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium en millilitre d'hydrogène par 100 grammes de métal. La quantité maximale pouvant être dissoute est fonction de trois paramètres: la température du métal, la pression partielle d'hydrogène extérieure et la composition du métal. Elle peut se calculer ainsi [Painchaud et Martin (1989)]:

$$\frac{S}{S_o} = C_{H_2} \times C_T \times C_A \quad (3)$$

où  $S$  : la teneur en hydrogène en ml/100 g d'aluminium

$S_o$  : la solubilité de l'hydrogène à 700 °C à la pression normale en ml/100 g d'aluminium

$C_{H_2}$  : facteur de correction qui dépend de la pression partielle d'hydrogène dans l'atmosphère

$C_T$  : facteur de correction qui dépend de la température

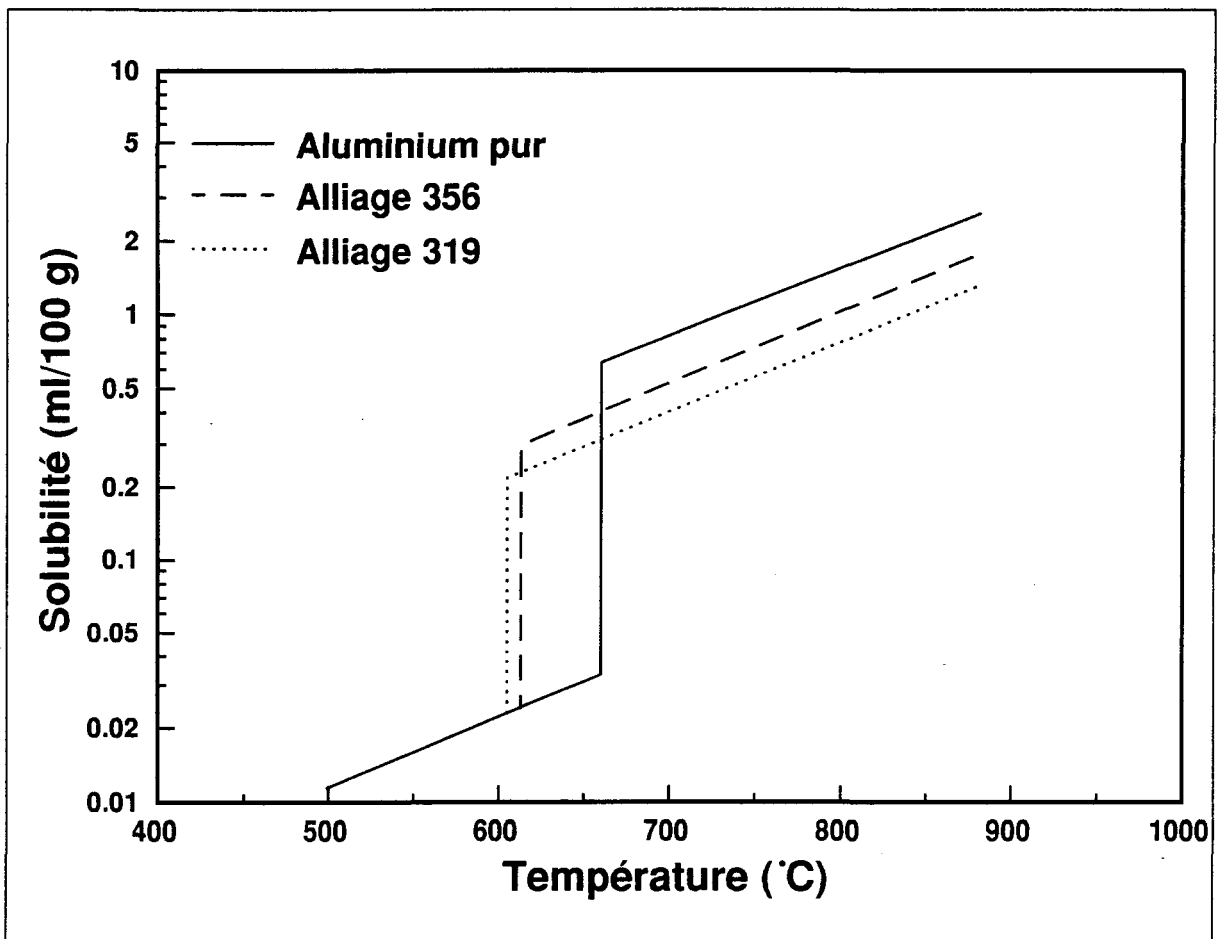
$C_A$  : facteur de correction qui dépend de la composition chimique

Le facteur de correction  $C_{H_2}$  est calculé selon la relation [Opie et Grant (1950)]:

$$C_{H_2} = \sqrt{\frac{P_{H_2}}{101,325 \text{ kPa}}} \quad (4)$$

où  $P_{H_2}$  : la pression partielle d'hydrogène dans l'atmosphère en kPa

La solubilité de l'hydrogène, faible à l'état solide croît très rapidement lors de la fusion et à l'état liquide (figure 4).



**Figure 4** Solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium pur, l'alliage 356 et l'alliage 319 en fonction de la température à la pression normale [Gruzleski et Closset (1990)].

Le facteur de correction  $C_T$  est calculé selon la relation [Opie et Grant (1950)]:

$$C_T = 10^{B - \frac{A}{T}} \quad (5)$$

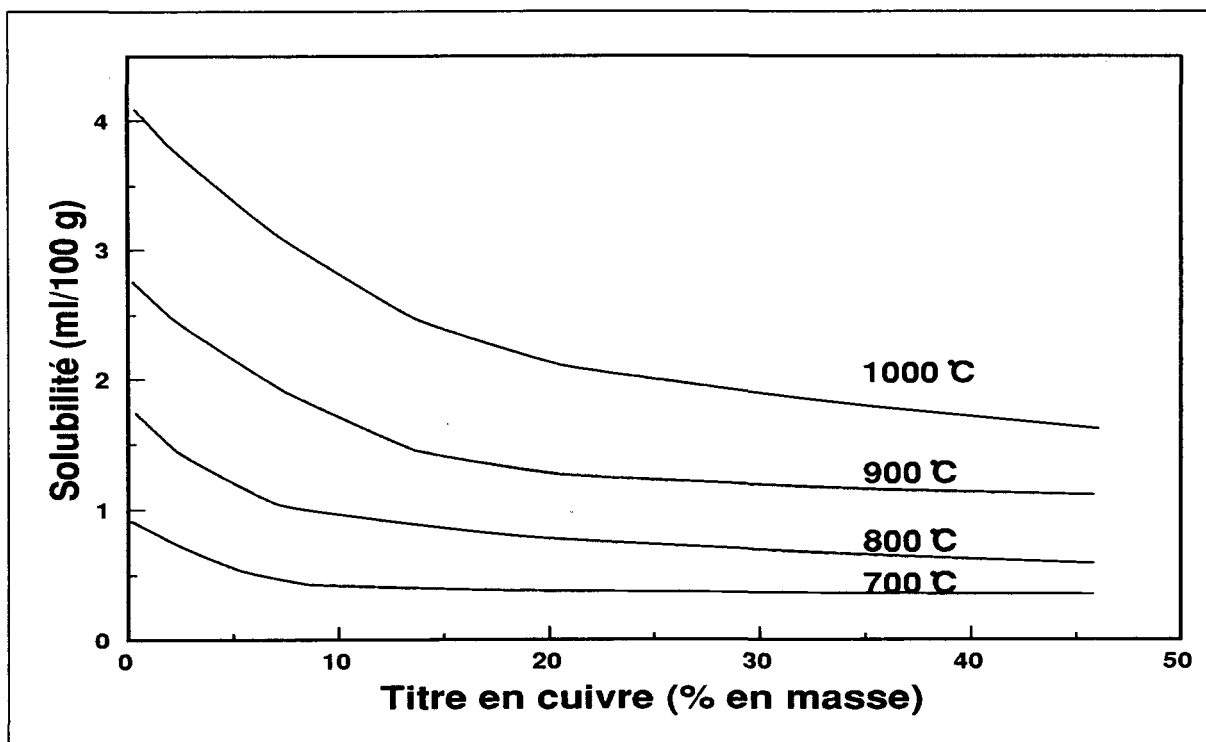
où  $T$  : la température en Kelvin

Les indices  $A$  et  $B$  sont propres au métal utilisé. La valeur de  $A$  est de l'ordre de 2500 à 3200 K; et  $B$  de 2.6 à 3. Ces deux indices peuvent varier pour deux échantillons de même composition mais dont la propreté inclusionnaire varie par exemple.

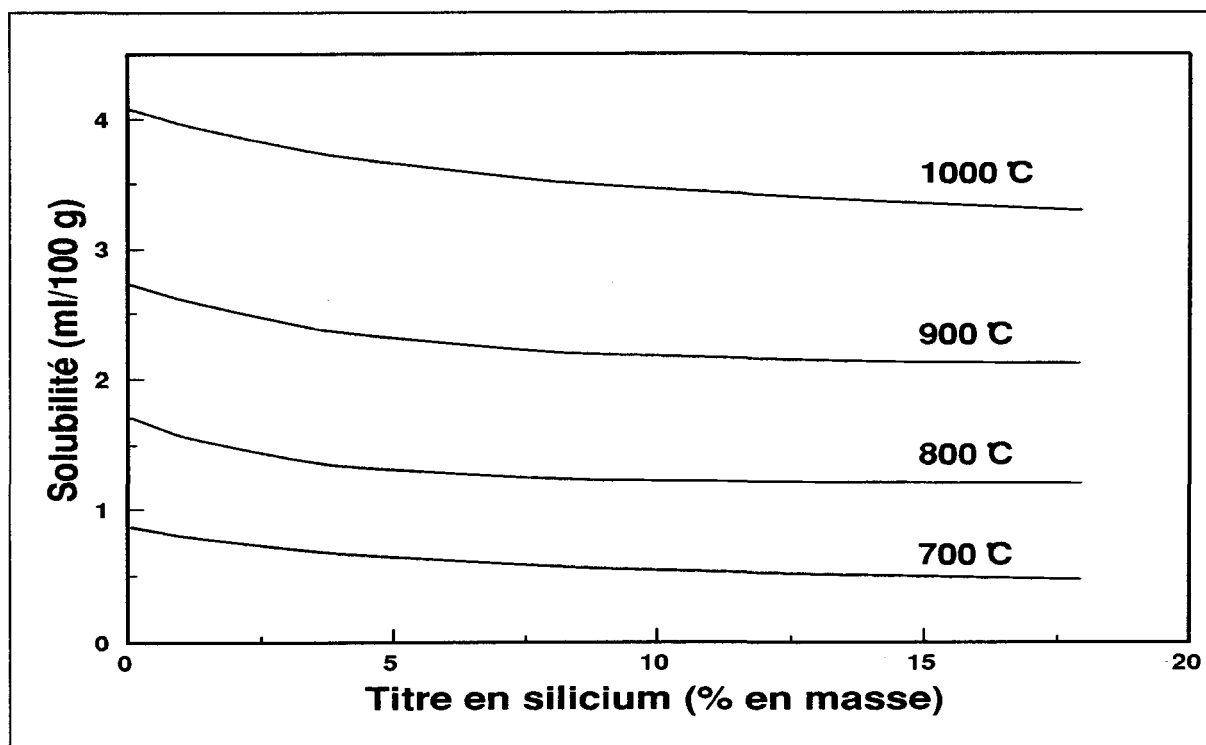
Le facteur de correction  $C_A$  a été calculé par Dautre et Dewing à partir de données de Hess (1974). Ils ont abouti à l'équation suivante:

$$\text{Log}_{10}(C_A) = 0,0170\text{Mg}\% - 0,0269\text{Cu}\% - 0,0119\text{Si}\% \quad (6)$$

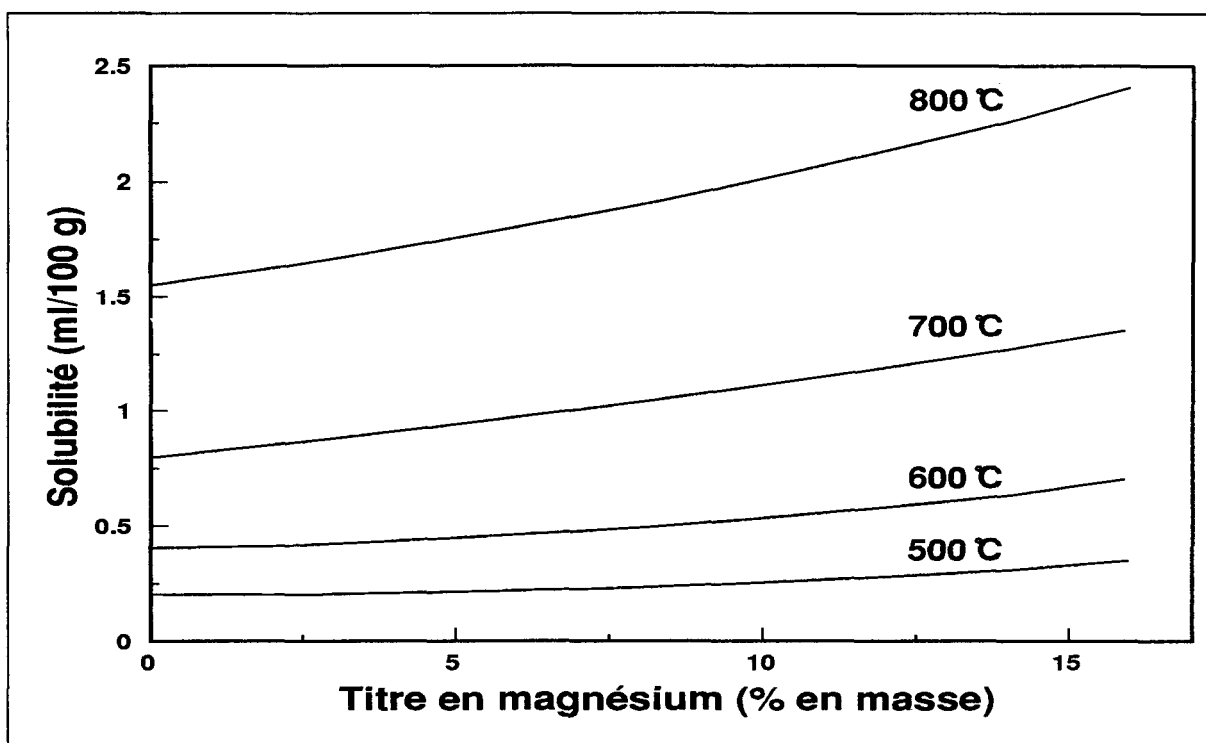
Les autres éléments d'alliage ne sont pas pris en compte car toujours présents à de très faibles titres dans les alliages de fonderie par rapport aux trois éléments principaux que sont le silicium, le cuivre et le magnésium. Des essais réalisés en laboratoire avec des métaux de base de haute pureté ont conduit aux résultats obtenus sur les figures 5, 6, 7 et 8. Il apparaît que les alliages Al-Cu et Al-Si diminuent la solubilité de l'hydrogène tandis que les alliages Al-Mg et Al-Li l'augmentent.



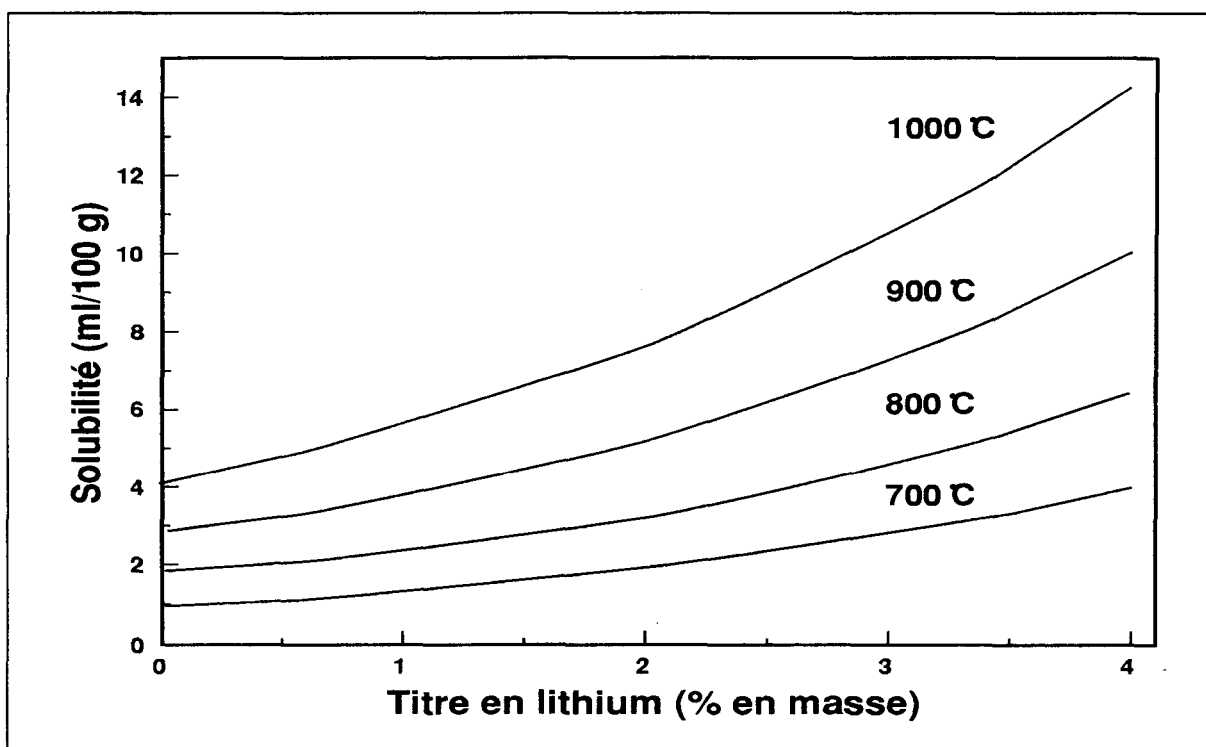
**Figure 5** Solubilité de l'hydrogène en fonction du titre en cuivre et de la température [Opie et Grant (1950)].



**Figure 6** Solubilité de l'hydrogène en fonction du titre en silicium et de la température [Opie et Grant (1950)].



**Figure 7** Solubilité de l'hydrogène en fonction du titre en magnésium et de la température [Lin et Hoch (1989)].



**Figure 8** Solubilité de l'hydrogène en fonction du titre en lithium et de la température [Lin et Hoch (1989)].

### 2.1.3 Germination

Le phénomène de formation de porosités, comme beaucoup de phénomènes métallurgiques, met en jeu des processus de germination et de croissance. La solubilité de l'hydrogène, le seul gaz en ayant une significative dans l'aluminium et ses alliages, décroît d'un facteur de 20 à 35 durant la solidification. Cette diminution brusque crée de l'hydrogène en excès dans la phase solide (alors sous forme de dendrites) qui a alors tendance à rejeter l'hydrogène en excès dans le liquide eutectique restant ce qui provoque ainsi la formation de bulles d'hydrogène et donc de pores.

Une partie au moins de l'hydrogène peut rester en sursaturation dans le métal solide. En effet, un alliage même bien dégazé contient encore 0,1 ml de  $H_2$  par 100 g d'alliage. Si celui-ci se dégageait en totalité pendant la solidification, il produirait une porosité de l'ordre de 1%, ce qui est très important et beaucoup plus élevé que ce que l'on observe dans les pièces de bonne qualité.

Il y a formation de pores dès que l'une des conditions ci-après est atteinte: 1) le liquide est saturé en hydrogène; 2) la rencontre d'un germe "inclusion" permettant la formation d'un pore avec une dépense d'énergie moindre; et 3) la formation d'une retassure accueillant l'hydrogène. Ces conditions sont rencontrées pour une vitesse de refroidissement permettant la diffusion de l'hydrogène dans l'aluminium à une pression près de la normale.

La formation de la porosité découle essentiellement d'une germination hétérogène, aux premiers stades de la solidification. Cette germination hétérogène est due aux inclusions, au contact avec le moule et à l'existence de bulles de gaz. La possibilité d'une germination homogène existe aussi, surtout aux derniers stades de la solidification, dans les régions interdendritiques de la zone pâteuse.

La retassure influe aussi de façon importante sur la formation des pores. En absence d'une quantité appréciable de gaz dissous, il y aura du liquide eutectique piégé et solidifiant à l'intérieur du métal solidifié. Puisque le liquide occupe plus de volume que le solide, cette contraction créera la retassure dans les régions interdendritiques. Argo et Gruzleski (1988) soulignent que la baisse de pression due à la microretassure est directement reliée à la nature de l'alimentation interdendritique durant la solidification de l'alliage. Si la coulabilité est bonne, le liquide remplira au fur et à mesure la région interdendritique solidifiante pour compenser la contraction du métal de sorte que la baisse de pression due à la microretassure sera beaucoup moindre et la possibilité de formation d'un pore minimisée. Cependant, si la coulabilité est mauvaise, on peut deviner que certaines régions du liquide eutectique se trouveront isolées de la masse liquide principale engendrant ainsi une forte baisse de pression due à la contraction du métal solidifiant, d'où la formation de pores dispersés. La coulabilité est inversement proportionnelle au temps de solidification. Michels et Engler (1989) ont aussi mis en évidence ce phénomène avec l'alliage Al-10%Si-Mg pour quatre niveaux de coulabilité.

#### 2.1.4 Condition de croissance

La condition de croissance d'un pore durant la solidification du métal peut être décrite par l'inéquation suivante:

$$P_g + P_r > P_{Atm} + P_m + P_s \quad (7)$$

où  $P_g$  : pression d'équilibre des gaz dissous dans le métal

$P_r$  : baisse de pression due à la retassure

$P_{Atm}$  : pression atmosphérique

$P_m$  : pression métallostatique

$P_s$  : pression due à la tension de surface à l'interface pore/liquide

Des cinq termes donnés à l'inéquation (7),  $P_{Atm}$  et  $P_m$  sont constants pour un moule donné. Les termes  $P_g$ ,  $P_r$  et  $P_s$  sont directement reliés à l'alliage utilisé et la solidification. La pression des gaz dissous  $P_g$  et la retassure  $P_r$  sont des facteurs majeurs dans la formation de la porosité. Il appert aussi de l'inéquation (7) que la tension de surface influe sur la formation des pores. Une diminution de  $P_s$  augmente la probabilité de formation des pores.

Lorsqu'une bulle se forme, la pression  $P_i$  qui règne dans la bulle a pour valeur [Charbonnier (1991)]:

$$P_i = P_{Atm} + P_m + P_s \quad (8)$$

où  $P_{Atm}$  : la pression atmosphérique

$P_m$  : la pression métallostatique

$P_s$  : la pression due à l'interface liquide-gaz

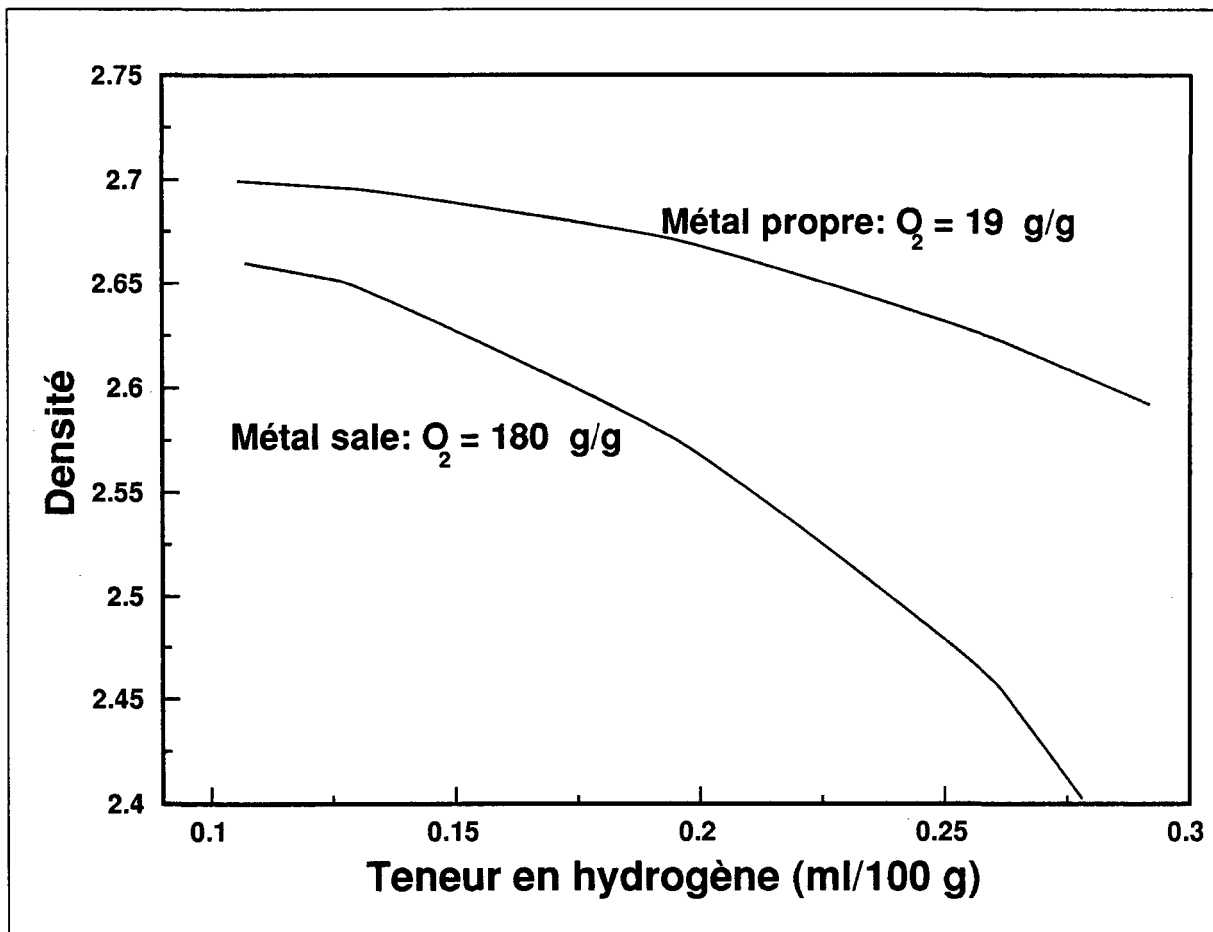
La pression  $P_s$  dépend du rayon  $r$  de la bulle et de la tension interfaciale  $\sigma_t$  (N/m) entre le métal et le gaz contenu dans la bulle. Sa valeur est:

$$P_s = \frac{2\sigma_t}{r} \quad (9)$$

Lorsque  $r$  tend vers zéro,  $P_s$  tend vers l'infini et il est par conséquent impossible qu'une bulle se forme spontanément dans le liquide sans faire intervenir un phénomène de germination.

Bien que la preuve absolue n'ait pas encore pu être faite, il est généralement admis que les inclusions d'oxydes présentes dans le bain peuvent jouer ce rôle de germes ce qui explique l'interaction observée entre propreté du métal et porosité de gazage.

Un premier élément de preuve a été apporté par des essais effectués au Centre de Recherche de Voreppe [Laslaz et Laty (1991)] et qui consistent à déterminer la relation entre la teneur en hydrogène et la densité de l'échantillon de contrôle de gazage solidifié sous une pression de 8 kPa (figure 9). Il apparaît nettement que, pour une même teneur en hydrogène mesurée avec l'appareil Télégas, il y a plus de défauts lorsque le métal contient des oxydes. C'est bien



**Figure 9** Densité par rapport à l'eau de l'alliage A-S5U3G en fonction de la teneur en hydrogène mesurée avec l'appareil Télégas sous une pression de 8 kPa pour deux niveaux de propreté [Laslaz et Laty (1991)].

également ce que l'on observe dans les pièces; un traitement de désoxydation de l'alliage s'accompagne généralement d'une diminution des défauts de gazage.

Cette interaction gaz-oxydes, bien qu'admise maintenant dans l'industrie de l'aluminium, n'a pu être étudiée rigoureusement car on ne dispose aujourd'hui d'aucune méthode permettant de mesurer de manière fiable la quantité et la taille des oxydes contenus dans un bain d'alliage d'aluminium [Lessiter (1993)].

## 2.2 LES FACTEURS INFLUANT SUR LA POROSITÉ

### 2.2.1 Les conditions extérieures

La contamination de l'aluminium liquide par l'hydrogène peut survenir de diverses façons. Il y a d'abord l'humidité présente dans l'atmosphère qui oxyde l'aluminium liquide en laissant des atomes d'hydrogène qui vont s'y dissoudre. On a remarqué par exemple que la contamination était moindre en hiver en raison de l'atmosphère sèche généralement associée à cette saison. On notera que si un four à combustion est utilisé pour chauffer le métal, beaucoup de vapeur d'eau sera produite ce qui accroîtra l'humidité de l'air.

Tous les additifs que l'on ajoute (les affineurs du grain, les flux et même d'autres morceaux d'aluminium) peuvent contenir de l'eau s'ils ont été mal entreposés.

D'autre part, un moule inutilisé depuis trop longtemps peut contenir un peu d'eau tout comme les instruments insuffisamment préchauffés en contact avec l'aluminium liquide. Finalement, la turbulence du liquide favorise les contacts avec l'atmosphère et donc l'apport d'hydrogène.

## 2.2.2 Conditions de l'alliage

### 2.2.2.1 La composition chimique

Seulement neuf éléments chimiques ont une solubilité solide dans l'aluminium plus grande qu'un pourcent en masse à la température eutectique [Hatch (1984)]. De ces neuf éléments, l'argent, le gallium et le germanium sont coûteux; et le lithium, dû à son utilisation difficile, n'est utilisé que pour des alliages spéciaux. Il reste donc cinq éléments: le zinc, le magnésium, le cuivre, le manganèse et le silicium, lesquels forment la base des principaux alliages commerciaux d'aluminium.

La plupart des alliages de fonderie sont des alliages Al-Si car ils sont capables de remplir complètement un moule et ne sont pas trop sensible à la retassure. Le silicium abaisse la température de fusion et augmente la fluidité (coulabilité) de l'aluminium [Michel (1994)].

L'addition d'un peu de magnésium (au moins de 0,07% à 0,4%) dans l'alliage Al-Si le rend traitable à chaud et augmente substantiellement sa force sans réduire sa résistance à la corrosion.

L'addition de manganèse augmente la force et contrôle la structure du grain. L'effet du manganèse est d'augmenter la température de recristallisation et d'aider la formation d'une structure fibreuse après travail à chaud. Dans les alliages Al-Si de fonderie, le manganèse est considéré comme une impureté et donc évité.

Le zinc n'apporte pas de qualité particulière à l'alliage Al-Si lorsqu'utilisé seul. En association avec du cuivre ou du magnésium, il améliore les résultats du traitement thermique.

Le fer est l'impureté la plus commune présente dans l'aluminium. La solubilité du fer à l'état solide est très faible (environ 0,04%), par conséquent, la plupart du fer présent dans l'aluminium au-delà de ce titre apparaît en seconde phase intermétallique en combinaison avec l'aluminium et souvent d'autres éléments ( $\text{FeAl}_3$ ,  $\text{FeMnAl}_6$ ,  $\alpha\text{AlFeSi}$ , etc.). Sa présence dans les alliages Al-Si est généralement indésirable car il forme des phases grossières de fer réduisant la ductilité, par contre la résistance à la rupture peut être améliorée.

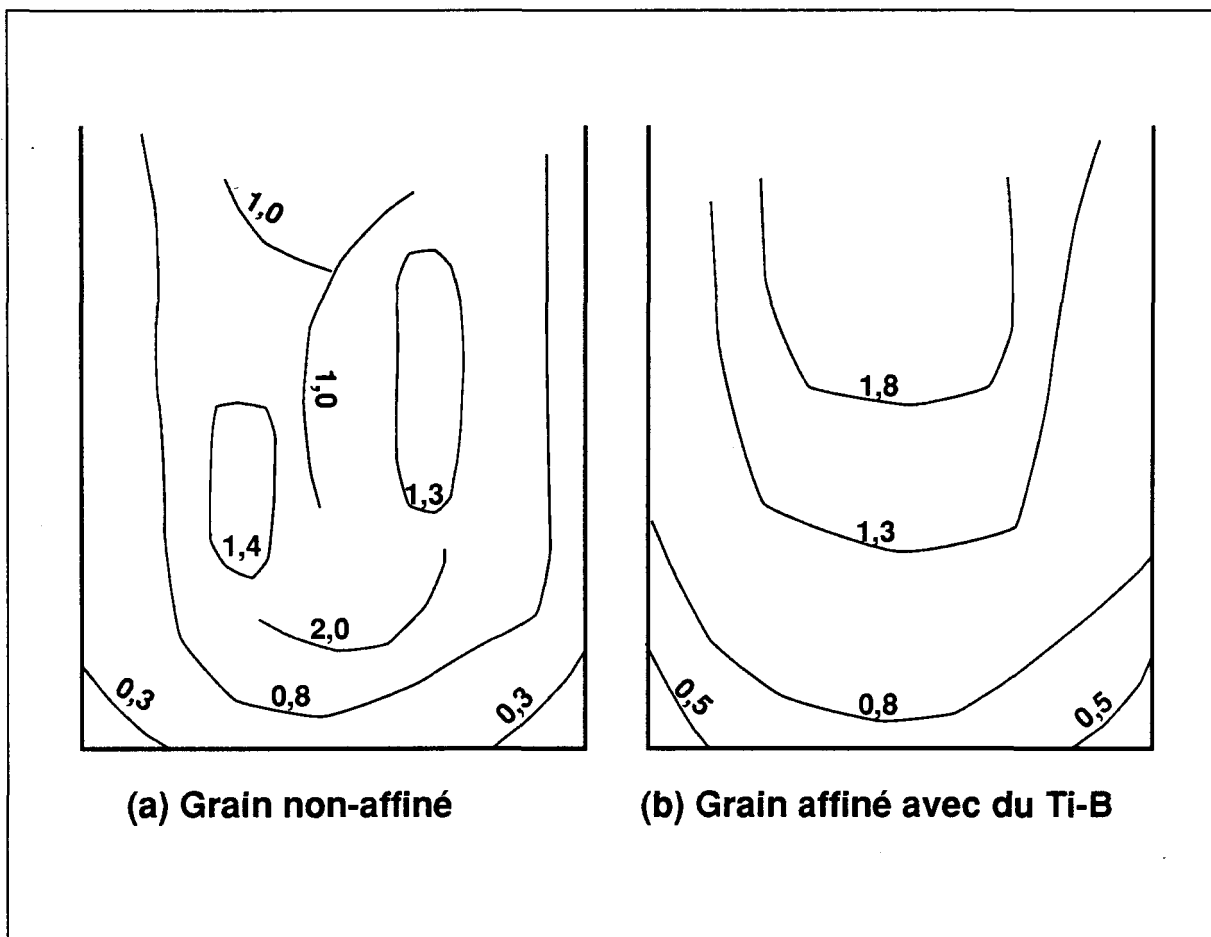
Quelques traces de phosphore empêchent la modification par addition de sodium pour l'alliage hypoeutectique Al-Si; par contre le phosphore modifie l'alliage hypereutectique Al-Si.

Le titane est principalement utilisé dans les alliages de fonderie de l'aluminium comme affineur du grain. Lorsqu'utilisé seul, son effet décroît avec le temps passé dans le métal fondu. L'affinage du grain est accru si du bore est présent dans l'alliage.

Les éléments d'alliage ajoutés à l'aluminium exercent une influence sur la solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium; le silicium, le cuivre, le manganèse, le nickel l'abaissent, le fer et le chrome sont sans effet significatif, le magnésium, le titane, le zirconium et le lithium l'augmentent.

### 2.2.2.2 L'affinage du grain

L'affinage du grain attribue plusieurs bénéfices à la pièce coulée. Des grains fins procurent des propriétés mécaniques uniformes dans tout le matériel. Aussi, en affinant les grains, la distribution de la phase secondaire et de la porosité sont plus finement dispersées (figure 10) et la machinabilité est améliorée. Enfin, l'affinage du grain augmente la résistance à la contrainte et à la fatigue. L'affinage du grain s'obtient en ajoutant un alliage maître Al-Ti-B contenant de petits cristaux



**Figure 10** Distribution de la porosité (%) dans deux lingots de l'alliage Al-4,5%Cu dont l'un est affiné et l'autre pas [Entwistle et al (1979)].

intermétalliques de  $\text{TiAl}_3$  et  $\text{TiB}_2$  [Apelian et al (1984)]. Cibula et Ruddle (1950) ont montré que pour l'alliage 304 (Al-5%Cu) la porosité augmente un peu pour des grains plus gros. Ils ont obtenu des grains plus gros en surchauffant le métal avant de le couler puisque les grains grossissent en augmentant le temps de solidification. De plus, une augmentation de la température de coulée améliore la dissolution de l'hydrogène. La raison pour laquelle la grosseur des grains a une grande influence sur la dimension des pores est que la plupart des pores sont localisés au pourtour des grains. Pour deux échantillons ayant la même porosité, l'échantillon ayant de plus gros grains aura de plus longs pores.

Drossel et al (1981) ont travaillé entre autres alliages avec du Al-6%Si-2%Cu et un moule rectangulaire. Ils ont trouvé que l'affinage du grain par l'addition de 0,02% de Ti sous forme d'un alliage maître de Ti-B augmente la densité de l'ordre de 0,02 à 0,06  $\text{kg/dm}^3$  c'est-à-dire une diminution de la porosité de l'ordre de 0,7% à 2%.

Fang et Granger (1989) ont trouvé, en solidifiant unidirectionnellement du A356, que l'affinage du grain par l'addition de 0,02% de Ti avec du Al-5%Ti-0,2%B diminuait un peu la porosité surfacique. Tynelius (1992) affirme au sujet de l'alliage A356.2 (traduction):

La morphologie de l'interface solide-liquide et la microstructure résultante déterminent la morphologie de la microporosité. Les pores sont présents au pourtour des grains. L'affinage du grain diminue la longueur maximale des pores tandis que la porosité surfacique et la densité des pores augmentent; l'aire maximale des pores demeure inchangée. Cela signifie que les particules de  $\text{TiB}_2$  servant à l'affinage procurent des sites de nucléation aux pores, sans influencer la tension interfaciale. Si la tension interfaciale était affectée, l'aire des pores aurait dû augmenter.

### 2.2.2.3 Le strontium

Le strontium modifie les alliages d'aluminium. Un alliage non-modifié contient de larges flocons fragiles de silicium lesquels donnent une pauvre ductilité. L'alliage non-modifié n'aura typiquement guère plus que quelques pourcents d'élongation et la surface de rupture est d'allure cassante.

Avec une modification réussie par l'addition de strontium, les flocons de silicium changent de morphologie et prennent une fine structure fibreuse. Ces fibres sont reliées dans une structure semblable au corail ou aux herbes marines. Le mode de fracture dans la portion eutectique du métal modifié est ductile; l'élongation et la résistance à la contrainte augmentent substantiellement.

Les avis divergent quant à l'effet des éléments modificateurs sur la porosité. Cependant, l'addition de strontium au métal augmente et uniformise la microporosité. Un des facteurs influant sur l'alimentation à l'échelle microscopique est la nature du front de solidification eutectique.

Plusieurs expériences ont montré qu'un front de solidification eutectique modifié possède une interface solide/liquide plus lisse [Denton et Spittle (1985); Flood et Hunt (1981); Hanna et al (1984)]. Ainsi, le front de solidification eutectique d'un alliage Al-Si non-modifié est nettement plus irrégulier avec la possibilité de retrouver des cellules de nucléation eutectique devant l'interface du volume liquide. De ces observations, il apparaît que la solidification eutectique d'un alliage non-modifié favoriserait la prise au piège de masse liquide et donc la porosité.

Par contre, les alliages modifiés ont un temps de solidification plus long, ce qui favorise la porosité [Tenekedjiev et Gruzleski (1991)].

Argo et Gruzleski (1988) ont utilisé une éprouvette de Tatur pour évaluer l'allure de la porosité dans l'alliage A356.2 où le titre en strontium varie entre 0 et 0,036 % (l'éprouvette de Tatur [Tatur (1955)] fut conçue pour mettre en évidence la microretassure, la retassure et le retrait linéaire). La teneur en hydrogène fut gardée constante à 0,2 ml/100 g à l'aide de l'appareil Télégas. Ils ont trouvé qu'il n'y avait pas de différence significative pour la retassure totale entre les échantillons modifiés et ceux non-modifiés. Cependant, les échantillons modifiés avaient plus de microretassure et moins de retassure.

Fang et Granger (1989) ont trouvé, en solidifiant unidirectionnellement un alliage de A356, que l'addition de 0,060 % de strontium augmente sensiblement la porosité pour une teneur en hydrogène de 0,31 ml/100 g, tout comme le diamètre équivalent des pores et leur densité. Ils attribuent l'augmentation de la porosité à trois raisons possibles: 1) l'augmentation de la surfusion eutectique accroît le temps de solidification; 2) une réduction de la tension de surface; et 3) l'augmentation des inclusions causée par l'ajout de strontium.

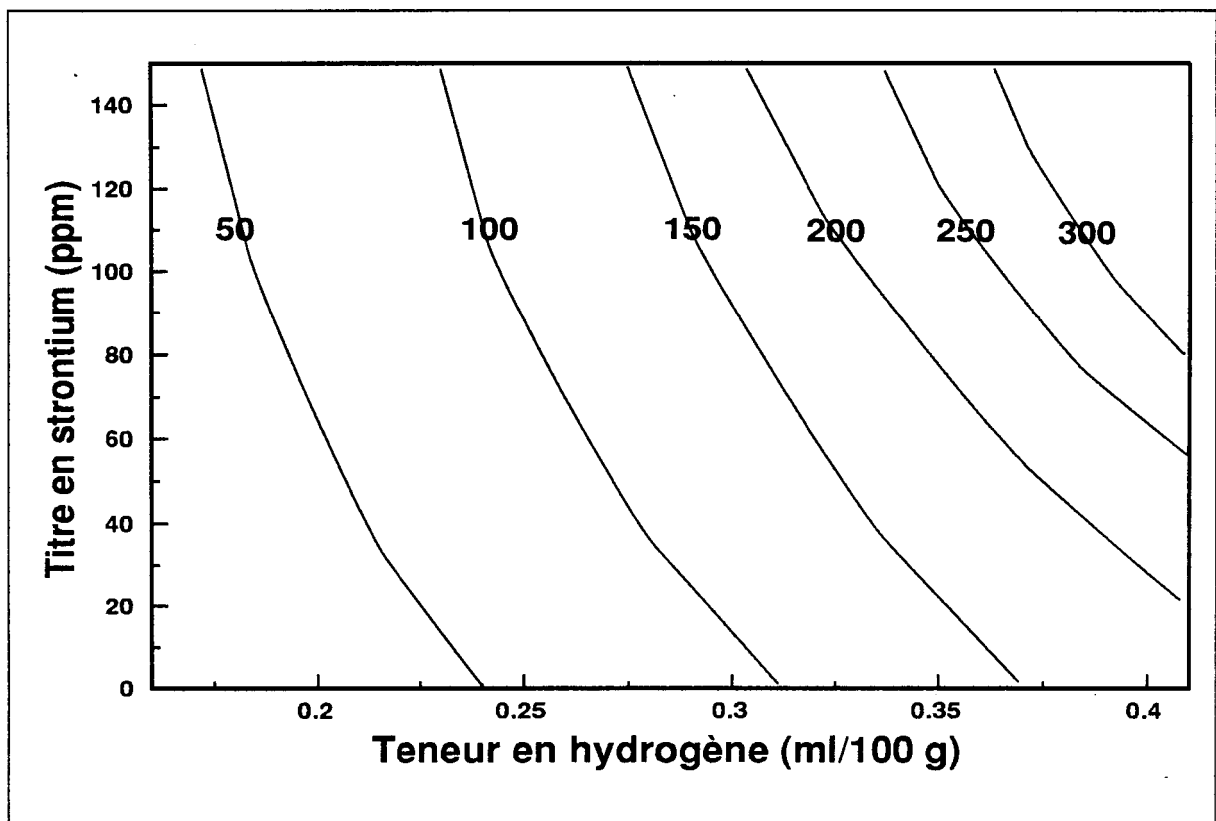
Dudyk et al (1990) ont noté l'apparition de porosité avec l'alliage Al-6%Si-2%Cu-Mg après modification avec du strontium. Dans le travail expérimental de Shahani (1985), l'addition de 0,025 % de strontium augmente la porosité.

Chen et Engler (1991) ont comparé les coulées entre des moules en sable et d'autres permanents pour différents diamètres. Ils ont trouvé que pour l'alliage

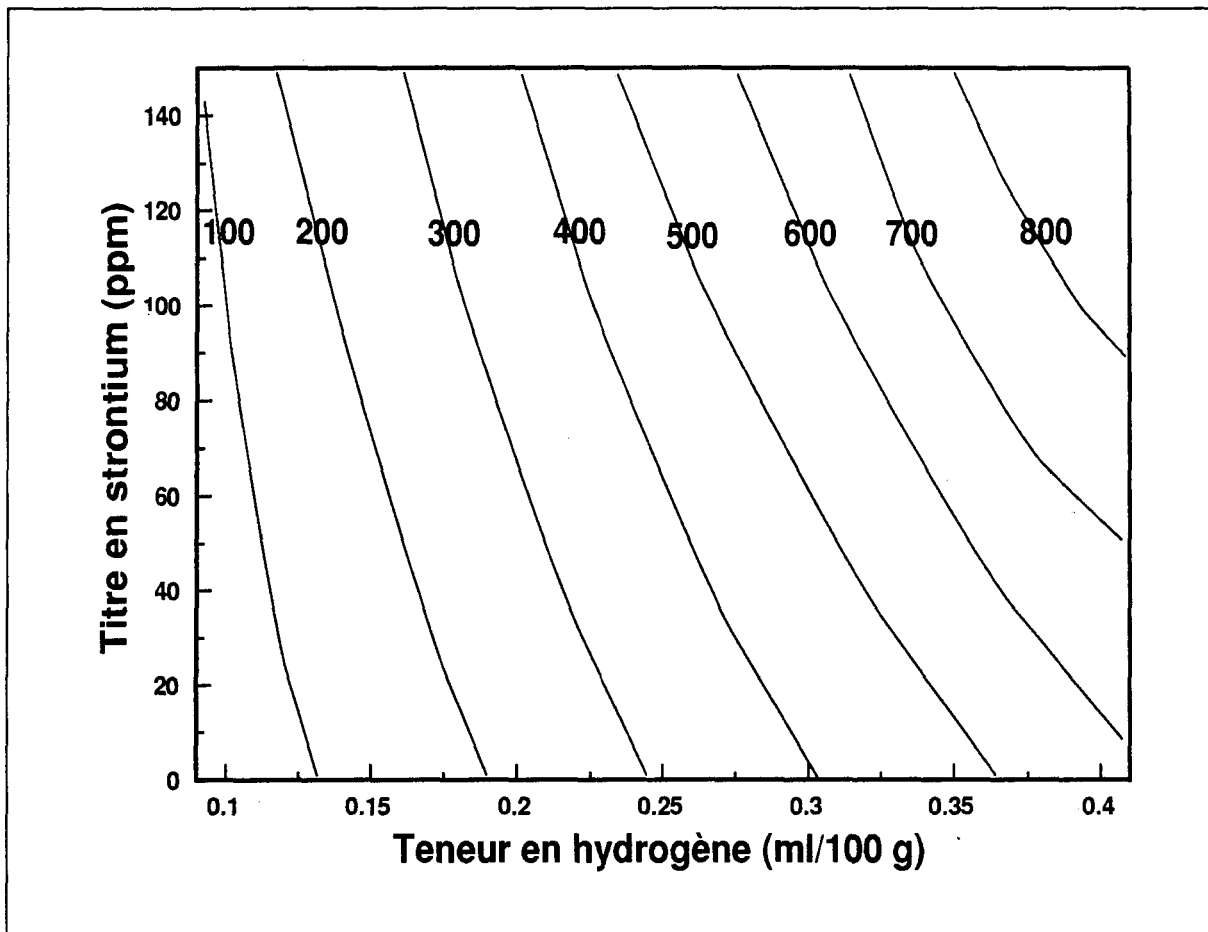
Al-7%Si-0,5%Mg, l'addition de 0,020 % de strontium augmente un peu la porosité surfacique. De plus, pour des teneurs en hydrogène égales, l'augmentation de la porosité est beaucoup plus grande avec les alliages à haut titre en silicium (Al-10%Si-0,5%Mg ou Al-12%Si) si 0,030 % de strontium sont ajoutées. Ceci indique que la morphologie du front de croissance a une grande importance sur la porosité.

Iwahori et al (1990) n'ont pas observé d'influence du strontium sur la limitation de la fraction solide pour empêcher la microretassure dans les régions sous-alimentées d'une pièce coulée.

Tynelius (1992) obtient que la porosité surfacique (figure 2), la longueur maximale (figure 11) et l'aire maximale des pores (figure 12) augmentent avec le



**Figure 11** Isoplèthes de l'aire maximale des pores (en milliers de  $\mu\text{m}^2$ ) en fonction de la teneur en hydrogène et du titre en strontium dans un moule permanent [Tynelius (1992)].



**Figure 12** Isoplèthes de la longueur maximale de pores (en  $\mu\text{m}$ ) en fonction de la teneur en hydrogène et du titre en strontium dans un moule permanent [Tynelius (1992)].

titre en strontium en gardant les autres paramètres constants. Ce qui laisse à penser que le strontium diminue la tension interfaciale aux films d'alumine et facilite la germination. La relation entre la densité des pores et le strontium est ambiguë: la densité augmente avec le titre en strontium pour le moule à base refroidie et diminue pour le moule à géométrie variable.

### 2.2.3 Conditions de refroidissement

Les fonctions prédisant la porosité sont habituellement composées de paramètres thermiques et de solidification comme la température  $T$ , la fraction solide  $f_s$ , le gradient thermique maximal sur le front de solidification  $G$ , la vitesse du front de solidification dans la direction du gradient thermique  $v_s$ , le taux de refroidissement instantané  $\epsilon$ , et le temps de solidification  $t_s$  [Viswanathan et al (1992)].

Le gradient thermique peut être considéré comme une mesure de l'épaisseur de la zone pâteuse, et la vitesse du front de solidification comme une mesure du taux de solidification soit une mesure du besoin en liquide pour alimenter la région interdendritique solidifiante. Les paramètres  $G$  et  $v_s$  peuvent être considérés comme des paramètres de transport. Le taux de refroidissement instantané mesure à la fois le taux de solidification et la finesse de la structure; un grand taux de refroidissement produit habituellement une structure fine. Le taux de refroidissement instantané est relié à  $G$  et  $v_s$  par l'équation (10) [Viswanathan et al (1987)]:

$$G \times v_s = -\epsilon \quad (10)$$

La température et la fraction solide sont des mesures de la capacité du liquide à aller alimenter la région interdendritique solidifiante. Le temps de solidification influe directement sur l'espace interdendritique pour un point donné.

### 2.2.3.1 Le temps de solidification

Le temps de solidification est défini pour un point donné comme étant le temps écoulé entre le moment où le métal commence à solidifier et celui où il termine. Il existe une relation indépendante de la forme du moule ou de la modification donnant le temps de solidification en fonction de l'espace interdendritique [Tynelius (1992)]:

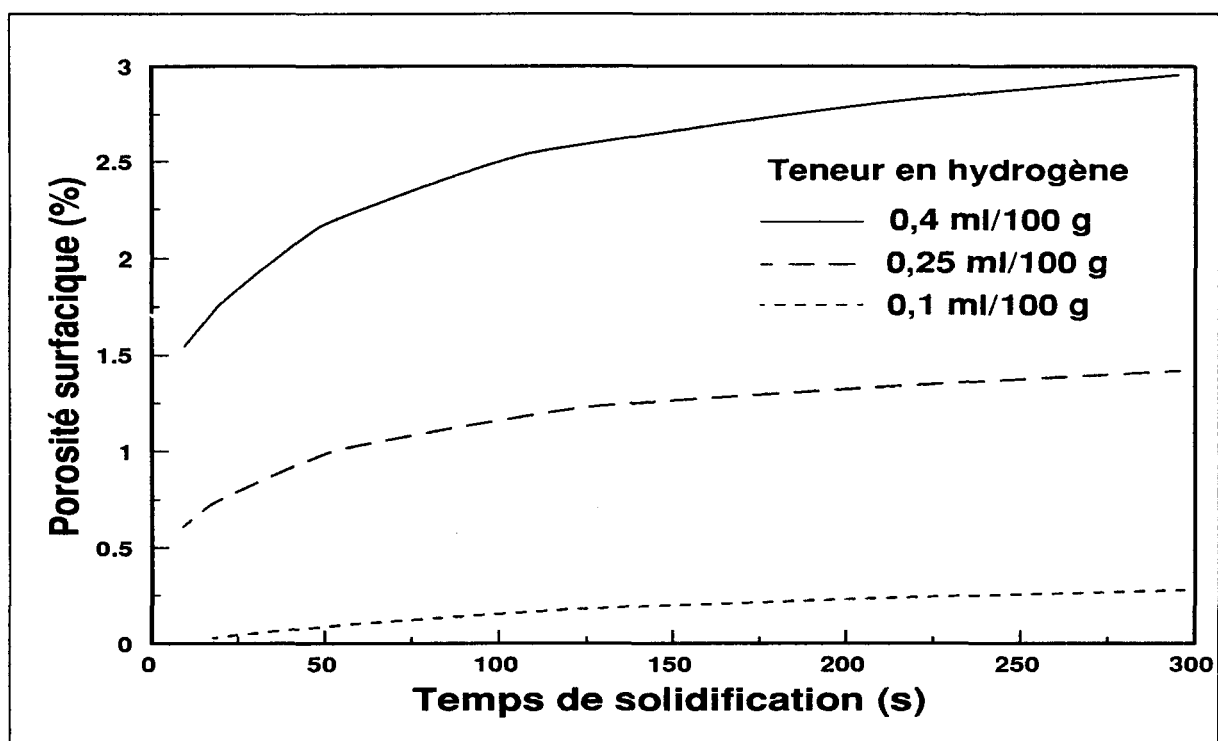
$$t_s = 0.00342 \times DAS^{2.69768} \quad (11)$$

où  $t_s$  : le temps de solidification en secondes

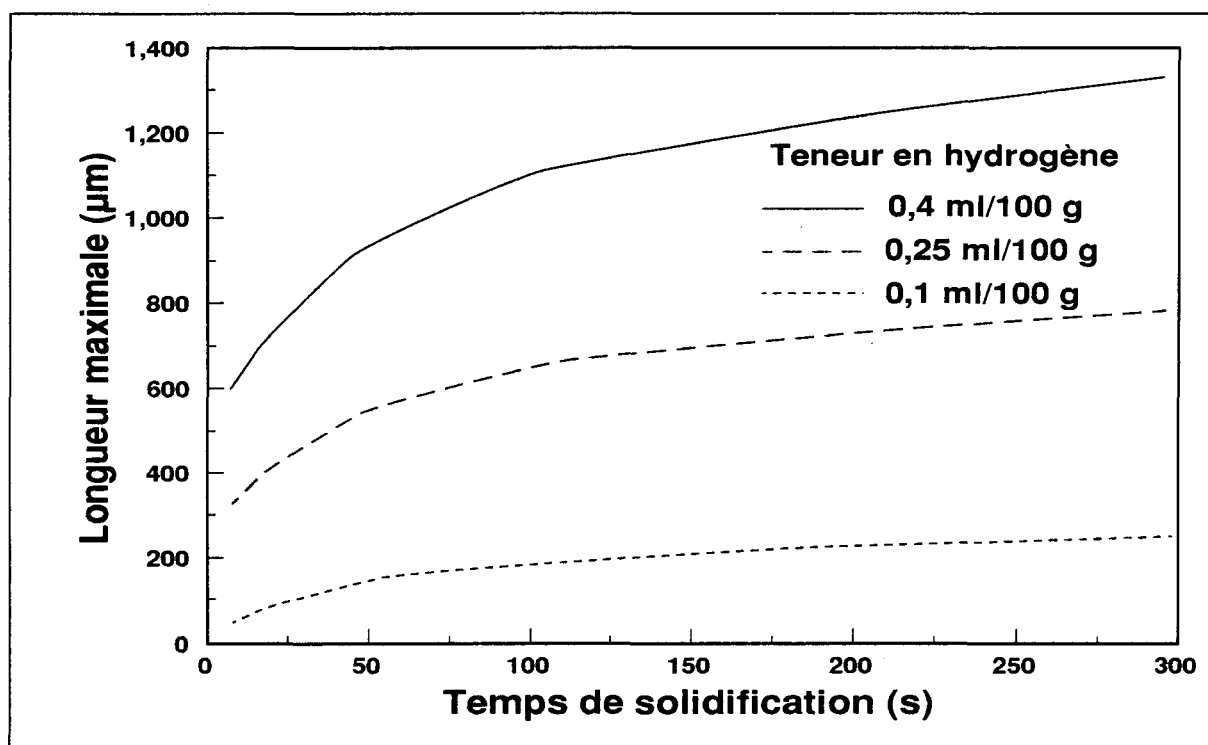
$DAS$  : l'espace interdendritique en micromètres (l'alliage utilisé est le A356.2)

Gruzleski et al (1978) ont trouvé pour des teneurs extrêmes en hydrogène de 0,1 et 0,8 ml/100 g que la porosité surfacique est uniformément distribuée dans tout l'échantillon. Par contre, pour des teneurs en hydrogène intermédiaires, le temps de solidification influe grandement sur la distribution de la porosité. Leurs résultats montrent que la porosité augmente avec l'hydrogène peu importe le temps de solidification.

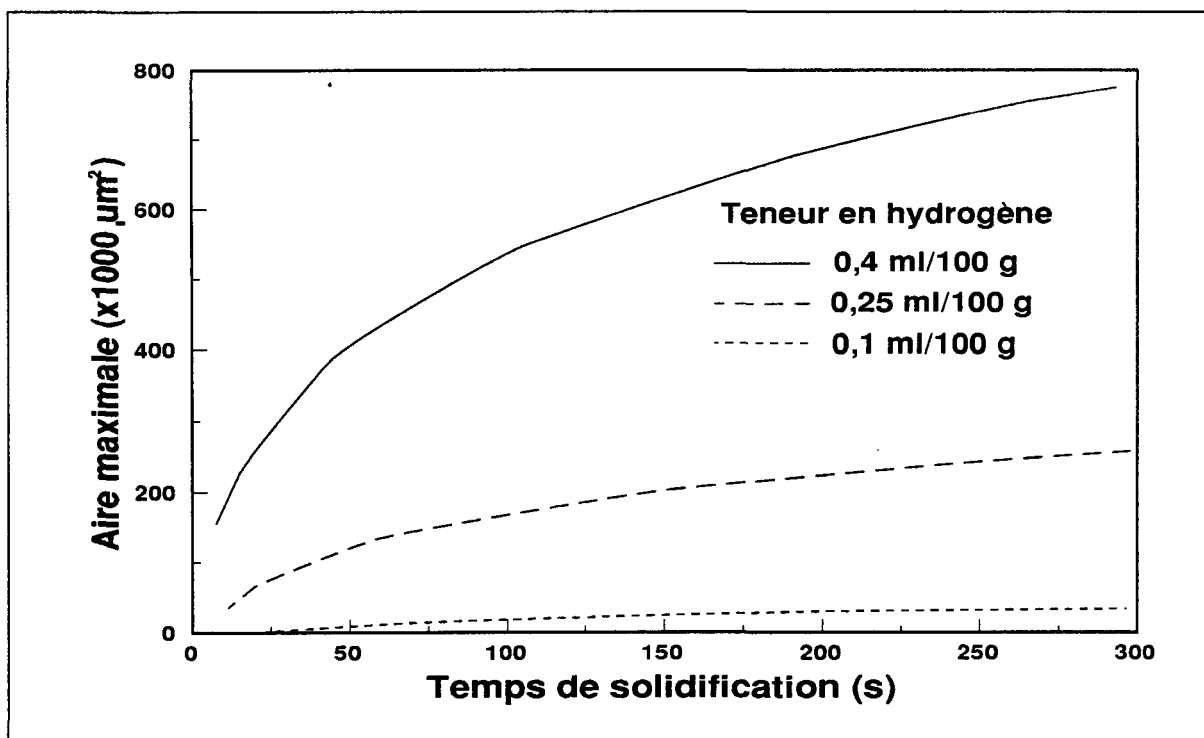
Tynelius (1992) a trouvé que la porosité surfacique (figure 13), la longueur maximale (figure 14) et l'aire maximale des pores (figure 15) augmentent avec le temps de solidification pour une même teneur en hydrogène. La densité des pores peut se décrire par une interaction entre le temps de solidification et la teneur en hydrogène (figure 16). Avec l'augmentation simultanée de la teneur en hydrogène et du temps de solidification, la densité diminue concurremment avec une augmentation de l'aire maximale des pores.



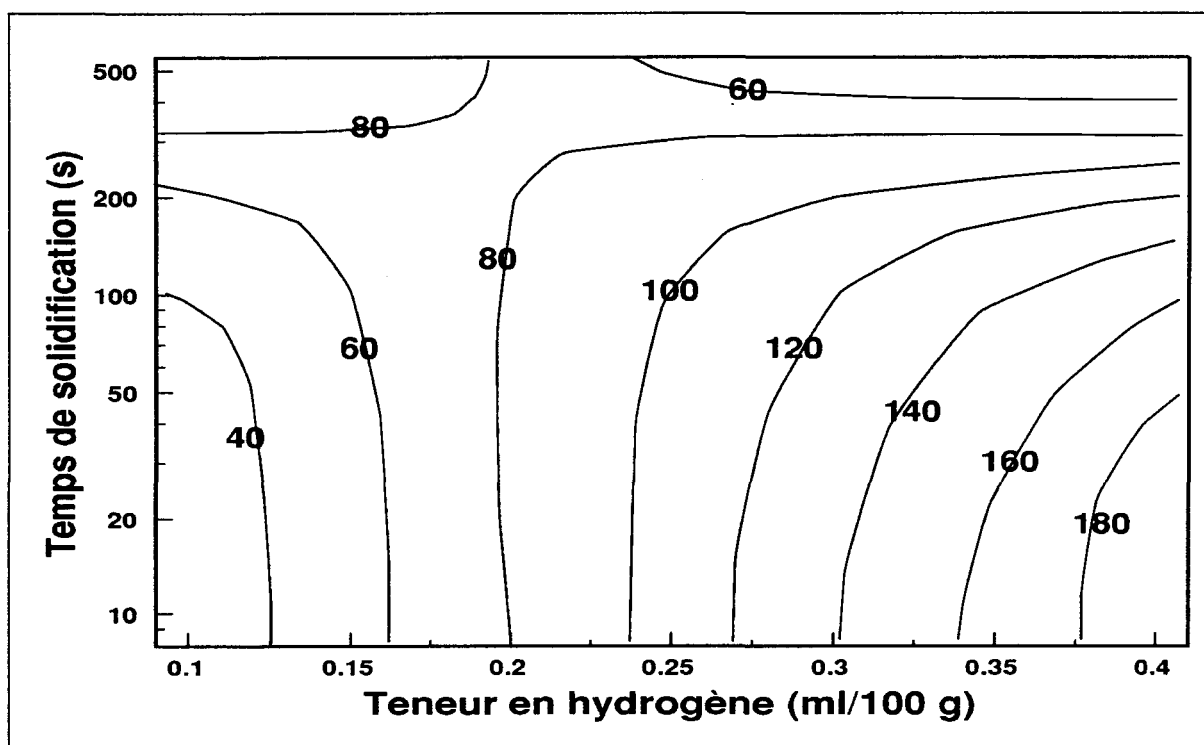
**Figure 13** Porosité surfacique en fonction du temps de solidification et de la teneur en hydrogène [Tynelius (1992)].



**Figure 14** Longueur maximale en fonction du temps de solidification et de la teneur en hydrogène [Tynelius (1992)].



**Figure 15** Aire maximale des pores en fonction du temps de solidification et de la teneur en hydrogène [Tynelius (1992)].



**Figure 16** Isoplèthes de la densité des pores (en pores/cm<sup>2</sup>) en fonction du temps de solidification et de la teneur en hydrogène [Tynelius (1992)].

### 2.2.3.2 La vitesse de solidification

La vitesse de solidification est calculée comme étant la distance entre deux points du métal parallèle à la direction d'avancement du front de solidification divisée par le temps qu'a pris le front de solidification à passer du premier point au deuxième.

Shinada et al (1983) ont fait varier la vitesse de solidification de 10 à 90 cm/h en gardant constant le gradient thermique ( $16^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ ) pour différents alliages Al-Si en observant la teneur en hydrogène et le titre en silicium en fonction de la position verticale dans un lingot refroidi unidirectionnellement. Ils rapportent qu'avec l'alliage Al-8%Si, la teneur en hydrogène est constante pour toutes les positions verticales et toutes les vitesses de solidification.

Tynelius (1992) affirme, pour l'alliage A356.2, que le pourcentage d'aire, la longueur maximale, l'aire maximale et la densité des pores augmentent avec la vitesse de solidification peu importe les temps de solidification utilisés. Ceci peut être l'effet de deux phénomènes non-exclusifs: 1) une réduction de la pression du métal quand la perméabilité de la zone pâteuse décroît et 2) une expansion des pores dans les poches de liquides isolées de la masse liquide principale.

### 2.2.3.3 Le taux de refroidissement

Le taux de refroidissement est défini comme étant la différence entre les températures d'un même point prise à deux instants divisée par le temps écoulé entre ces deux instants. En pratique, on peut le caractériser pour un refroidissement en en faisant la moyenne au liquidus et au solidus [Zou et al (1990)]. Tout comme le temps de solidification, le taux de refroidissement agit sur l'espace interdendritique [Flemmings (1991)] (pour l'alliage Al-4,5%Cu):

$$\varepsilon = \left( \frac{45}{DAS} \right)^{2,56} \quad (12)$$

Pan et al (1990) ont déterminé avec l'alliage A356 l'équation du pourcentage de porosité en fonction du taux de refroidissement (en °C/s) comme suit:

$$p_{vol} = 0,0018 - 1,283 \times \log(\varepsilon) \quad (13)$$

Une augmentation du taux de refroidissement réduit l'espace interdendritique, ce qui augmente la résistance au transfert de métal liquide par les canaux résultants mais en accroît le nombre. La réduction de porosité obtenue avec l'augmentation du taux de refroidissement peut être attribuée à une zone pâteuse plus étroite.

Chiou et Tsai (1990) ont abouti à la même conclusion à l'aide d'un modèle mathématique. Fang et al (1988) ont observé avec l'alliage Al-4,7%Mg affiné que la porosité décroît toujours pour une augmentation du taux de refroidissement.

#### 2.2.3.4 Le gradient thermique

Le gradient thermique  $G$  est défini comme étant la différence de température entre deux points à un instant donné divisée par la distance qui les sépare.

Pan et al (1990) ont déterminé avec l'alliage A356 l'équation du pourcentage de porosité en fonction du gradient thermique ( $^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ ) comme suit:

$$p_{vol} = 1,308 - 0,663 \times \log(G) \quad (14)$$

On peut noter que la porosité diminue lorsque le gradient thermique augmente. Un grand gradient thermique amincie la zone pâteuse, et une température plus élevée avant le liquidus abaisse la viscosité; tout deux contribuent à augmenter la coulabilité et diminuer la porosité.

## **CHAPITRE 3**

### **MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE**

## **CHAPITRE 3**

### **MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE**

#### **3.1 DESCRIPTION DES ALLIAGES**

##### **3.1.1 Alliage de base**

L'alliage de base de toutes les coulées a un titre de 9% en silicium et 3% en cuivre. Il fut fabriqué en ajoutant des morceaux de silicium pur à l'alliage 319 de haute pureté (Al-6%Si-3%Cu-0,15%Fe). L'alliage obtenu fut ensuite coulé en plusieurs petits lingots d'environ 1,3 kg.

##### **3.1.2 Choix des éléments d'addition**

Pour ce travail, la composition chimique fut déterminée en étroite collaboration avec le Centre de Recherche d'Alcan à Kingston, Canada.

Considérant le rôle des composants sur la formation de la porosité, indiqué au chapitre 2, ces éléments choisis sont: le zinc (Zn), le fer (Fe), le magnésium (Mg), le manganèse (Mn), le titane (Ti), le strontium (Sr), le phosphore (P) et l'affinage du grain (af).

En prenant pour référence les titres existants dans l'industrie, on a choisi trois titres pour chaque élément d'addition; faible, moyen et fort. Les valeurs des titres massiques sont indiquées au tableau 1.

**Tableau 1** Titre massique des éléments d'addition.

Éléments	Titres massiques		
	Faible	Moyen	Fort
Zinc (%)	0	1,5	3
Fer (%)	0,10	0,55	1,0
Magnésium (%)	0	0,35	0,70
Manganèse (%)	0	0,3	0,6
Titane (%)	0	0,13	0,25
Strontium (%)	0	0,015	0,030
Phosphore (%)	0	0,030	0,060
Affineur du Grain (% en masse du titane)	0	0,01	0,02

En ce qui concerne l'hydrogène, trois teneurs ont aussi été choisies; faible (0,10 ml/100 g), moyenne (0,25 ml/100 g) et forte (0,40 ml/100 g).

### 3.1.3 Choix des alliages étudiés

Compte tenu du choix indiqué à la section précédente, on veut étudier le rôle de neuf éléments. Puisqu'il y a trois titres pour chaque élément, il y aurait donc un total possible de  $3^9 = 19\ 683$  alliages à étudier. D'autre part, on indiquera dans la suite que deux coulées seront effectuées pour chaque alliage afin d'examiner le rôle

du refroidissement. Cela correspond donc à  $2 \times 3^9$  coulées. Il n'est évidemment pas matériellement possible de réaliser l'ensemble de toutes ces expériences.

Afin de réduire le nombre de cas à étudier, trois éléments indépendants dominant la formation des pores ont d'abord été sélectionnés. Ces trois éléments sont l'hydrogène, le fer et le strontium. Ensuite, on a évalué les interactions de ces éléments dominants avec les autres éléments considérées comme les plus sensibles. On a retenu H-P, H-Mg et H-af pour l'hydrogène; Fe-Mn et Fe-P pour le fer; et enfin Sr-Mg et Sr-Ti pour le strontium. On remarquera que ces interactions permettent de former trois groupes d'intérêt pour les alliages: le groupe de l'hydrogène {H, P, Mg, af}, le groupe du fer {Fe, Mn, P} et le groupe du strontium {Sr, Mg, Ti}. Les interactions Mn-P et Mg-Ti, qui sont également considérées comme sensibles, se retrouvent dans les groupes du fer et du strontium respectivement. Le zinc qui n'apparaît pas dans les interactions essentielles est ajouté aux groupes du fer et du strontium afin d'obtenir quatre groupes de tailles égales

De façon à identifier l'importance d'une interaction donnée, il est suffisant de ne considérer que le faible et le fort titre des éléments. Lorsqu'un élément n'appartient pas à un groupe d'étude, on pourra le maintenir à son titre moyen. Ainsi, chaque groupe ne donne lieu qu'à deux variations de titre pour chacun de ses quatre éléments d'intérêt. On a donc  $2^4 = 16$  alliages à étudier par groupes. Il est cependant encore possible de réduire de moitié le nombre expérience en confondant le quatrième élément avec l'interaction triple des trois autres. L'explication détaillée

de cette réduction grâce à la méthode factorielle à deux niveaux sera présentée au chapitre 5 (section 5.2.2). Pour une description détaillée de la méthode, voir la référence Box et al.

L'étude se concentre donc sur trois groupes de huit alliages soit 24 alliages (chacun devant être coulé deux fois). La composition chimique ciblée pour ces alliages est donnée au tableau 2.

**Tableau 2** Compositions chimiques ciblées des 24 alliages.

Numéro alliage	Zn %	Fe %	Mg %	Mn %	Ti %	Sr %	P %	af %Ti	H ml/ 100g
f1	0	0,1	0,35	0	0,13	0,015	0	0,01	0,25
f2	0	0,1		0,6			0,06		
f3	0	1,0		0			0,06		
f4	0	1,0		0,6			0		
f5	3	0,1		0			0,06		
f6	3	0,1		0,6			0		
f7	3	1,0		0			0		
f8	3	1,0		0,6			0,06		
h1	1,5	0,55	0	0,3	0,13	0,015	0	0	0,1
h2			0				0	0,02	0,4
h3			0				0,06	0	0,4
h4			0				0,06	0,02	0,1
h5			0,7				0	0	0,4
h6			0,7				0	0,02	0,1
h7			0,7				0,06	0	0,1
h8			0,7				0,06	0,02	0,4
s1	0	0,55	0	0,3	0	0	0,03	0,01	0,25
s2	0		0		0,25	0,030			
s3	0		0,7		0	0,030			
s4	0		0,7		0,25	0			
s5	3		0		0	0,030			
s6	3		0		0,25	0			
s7	3		0,7		0	0			
s8	3		0,7		0,25	0,030			

### 3.1.4 Description de l'incorporation des éléments d'addition

À partir de l'alliage de base décrit à la section 3.1.1, les divers alliages ont été obtenus par l'ajout d'éléments d'addition à l'alliage liquide.

Le zinc a été ajouté par addition de zinc pur; il fond sans problème. Le fer a été ajouté par addition d'un alliage Al-25,4%Fe. Cet alliage est très long à dissoudre. En conséquence, deux heures après l'introduction dans l'alliage de base liquide, les agglomérats ont été écrasés à l'aide d'un pilon afin d'accélérer la dissolution.

Le magnésium a été ajouté par addition de magnésium pur. Il s'oxyde très facilement et doit donc être plongé dans le métal liquide en le brassant sinon le magnésium liquide moins dense que l'aluminium flottera à la surface sans se mélanger complètement à l'aluminium et s'oxydera beaucoup.

Le manganèse a été ajouté par addition de manganèse pur en flocon. Il ne fond pas toujours totalement car certains flocons sont parfois encore présents lors du grattage du creuset à la fin des coulées. Le titane a été ajouté par addition d'un alliage Al-10,3%Ti; il fond sans problème.

Le strontium a été ajouté par addition d'un alliage Al-10%Sr. Le strontium fausse la lecture de l'analyseur AISCAN et est donc ajouté seulement cinq minutes avant de couler l'alliage. Pour modifier, le strontium est mieux que le sodium car son effet est permanent tandis que le sodium se volatilise et s'oxyde rapidement [Dimayuga et al (1988)]. Le strontium pourrait être utilisé à l'état pur pour modifier mais il est alors réactif avec l'air et la vapeur d'eau, et pour cette raison, le strontium

métallique pur n'est pas la meilleure façon de l'ajouter aux alliages [Gruzleski et Closset (1990)]. Un alliage maître inférieur à 45% de strontium n'a pas ces problèmes, par contre, à un tel titre, sa température de fusion est de 1025°C, l'alliage Al-10%Sr est donc utilisé car sa température de fusion est d'environ 830°C.

Le phosphore a été ajouté par addition d'un alliage Cu-8%P. Cet alliage est très difficile à dissoudre. En conséquence, le double de la quantité de phosphore calculée fut ajouté.

L'affinage du grain est réalisé par addition d'un alliage Al-5%Ti-1%B. Cet alliage est ajouté environ cinq minutes avant de couler (avec le strontium s'il y a lieu); son effet est perdu s'il est ajouté trop longtemps avant de couler [Guzowski et al (1987)].

On s'aperçut que le titre en silicium de l'alliage de base était légèrement inférieur à 9% et a donc dû être réajusté. Ce fut effectué par addition de silicium pur. Le silicium pur est très long à dissoudre. En conséquence, deux heures après l'introduction dans l'alliage de base liquide, les agglomérats ont été écrasés à l'aide d'un pilon afin d'accélérer la dissolution.

### 3.1.5 Analyse chimique des alliages réalisés

Les mesures de l'analyse chimique obtenues pour les 24 alliages apparaissent au tableau 3. Les cases vides indiquent que la mesure n'a pas été effectuée et c'est alors la valeur ciblée (tableau 2) qui est utilisée pour l'analyse statistique.

**Tableau 3** Compositions chimiques réelles des alliages.

Numéro alliage	Si %	Cu %	Zn %	Fe %	Mg %	Mn %	Ti %	Sr %	P %
f1 <sup>2</sup>		3,08	0,01	0,22	0,32		0,14	0,013	
f2 <sup>1</sup>	8,95	3,18	0,01	0,16	0,35	0,16	0,15	0,023	0,019
f3 <sup>2</sup>		3,19	0,10	1,19	0,31		0,15	0,09	
f4 <sup>2</sup>		3,31	0,06	1,06	0,33		0,14	0,022	
f5 <sup>2</sup>		3,23		0,19	0,29			0,012	
f6 <sup>2</sup>		2,77		0,19	0,28			0,014	
f7 <sup>2</sup>		2,78		1,0	0,28		0,11	0,014	
f8 <sup>2</sup>		2,94		0,95	0,27		0,14	0,015	
h1 <sup>1</sup>	8,95	3,02	1,48	0,54	0,08	0,35	0,13	0,024	
h2 <sup>1</sup>	8,81	3,32	1,51	0,60	0,09	0,20	0,19	0,032	
h3 <sup>1</sup>	8,85	3,06	1,49	0,55	0,08	0,30	0,13	0,027	0,030
h4 <sup>1</sup>	8,93	3,05	1,47	0,55	0,08	0,28	0,14	0,017	0,033
h5 <sup>1</sup>	8,91	2,98	1,50	0,55	0,66	0,29	0,13	0,024	
h6 <sup>1</sup>	9,29	3,41	1,56	0,57	0,77	0,26	0,19	0,024	
h7 <sup>1</sup>	9,19	3,68	1,56	0,57	0,61	0,36	0,14	0,017	0,037
h8 <sup>1</sup>	8,85	3,12	1,47	0,53	0,66	0,30	0,19	0,027	0,011
s1 <sup>2</sup>		3,40		0,57	0,02		0,04		
s2 <sup>2</sup>		3,16		0,56	0,01		0,27	0,043	
s3 <sup>1</sup>	8,73	3,06	0,00	0,43	0,33	0,31	0,05	0,048	0,025
s4 <sup>2</sup>		3,35		0,53	0,24		0,29		
s5 <sup>2</sup>		2,84		0,56	0,01		0,03	0,030	
s6 <sup>2</sup>		2,90		0,79	0,01		0,09		
s7 <sup>2</sup>		3,16		0,54	0,17		0,03		
s8 <sup>2</sup>		2,87		0,97	0,30		0,06	0,038	

<sup>1</sup> : mesure effectuée par l'Alcan à Arvida; <sup>2</sup> : mesure effectuée à l'University McGill

### 3.1.6 Contrôle de la teneur en hydrogène

#### 3.1.6.1 Le dégazage

Le dégazage consiste à injecter un gaz inerte dans l'aluminium liquide de la façon la plus diffuse possible. L'hydrogène dissous en contact avec ce gaz s'y joint et remonte à l'air libre.

Sigworth (1987) rapporte qu'il faut environ 7 minutes pour dégazer avec un rotor 200 kg d'alliage A356 à la température de 732°C. Notre dégazage s'effectue pendant 20 minutes pour s'assurer qu'il est bon. On le fait avec un agitateur tournant à 100 tr/min et injectant de l'argon filtré pour enlever l'humidité avant son introduction dans l'aluminium. Le débit du gaz est ajusté de façon à ne percevoir qu'une petite vibration à la surface du liquide lorsqu'il n'y a pas d'agitation. Un morceau de céramique à demi plongé dans le liquide bloque le vortex à la surface durant l'agitation pour empêcher la couche d'oxyde de descendre dans le métal. Le dégazage refroidit le métal et sa température peut varier entre 715 et 745°C.

#### 3.1.6.2 Le gazage

Le gazage a pour but d'introduire de l'hydrogène dans le métal. On le fait en plongeant et maintenant au fond du bain de petits morceaux de patate fraîche (environ cinq grammes au total) avec une pince jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de

bouillons soit une demie minute environ. Cette étape s'effectue trois fois pour augmenter suffisamment la teneur en hydrogène. Les morceaux de patate sont plongés lorsque la température du métal est entre 730 et 745°C. Une plongée peut refroidir le métal jusqu'à 710°C; on attend donc que la température remonte à 730°C au moins pour en refaire une autre.

### 3.1.6.3 La mesure de la teneur en hydrogène dans l'alliage liquide

La teneur en hydrogène de certains échantillons fut mesurée avec l'analyseur AISCAN qui utilise une technique de recirculation de gaz en boucle fermée [Martin et al (1989)]. Une sonde est introduite dans l'aluminium liquide et un petit volume de gaz transporteur entrant en contact avec le métal est recirculé jusqu'à ce qu'un niveau d'équilibre soit atteint entre l'hydrogène gazeux dans le gaz transporteur et l'hydrogène monoatomique du métal, selon la loi de Sievert:

$$S = S_o \sqrt{\frac{P_{H_2}}{101,325 \text{ kPa}}} \quad (15)$$

Où  $S$  : la teneur en hydrogène dans le métal (ml/100 g)

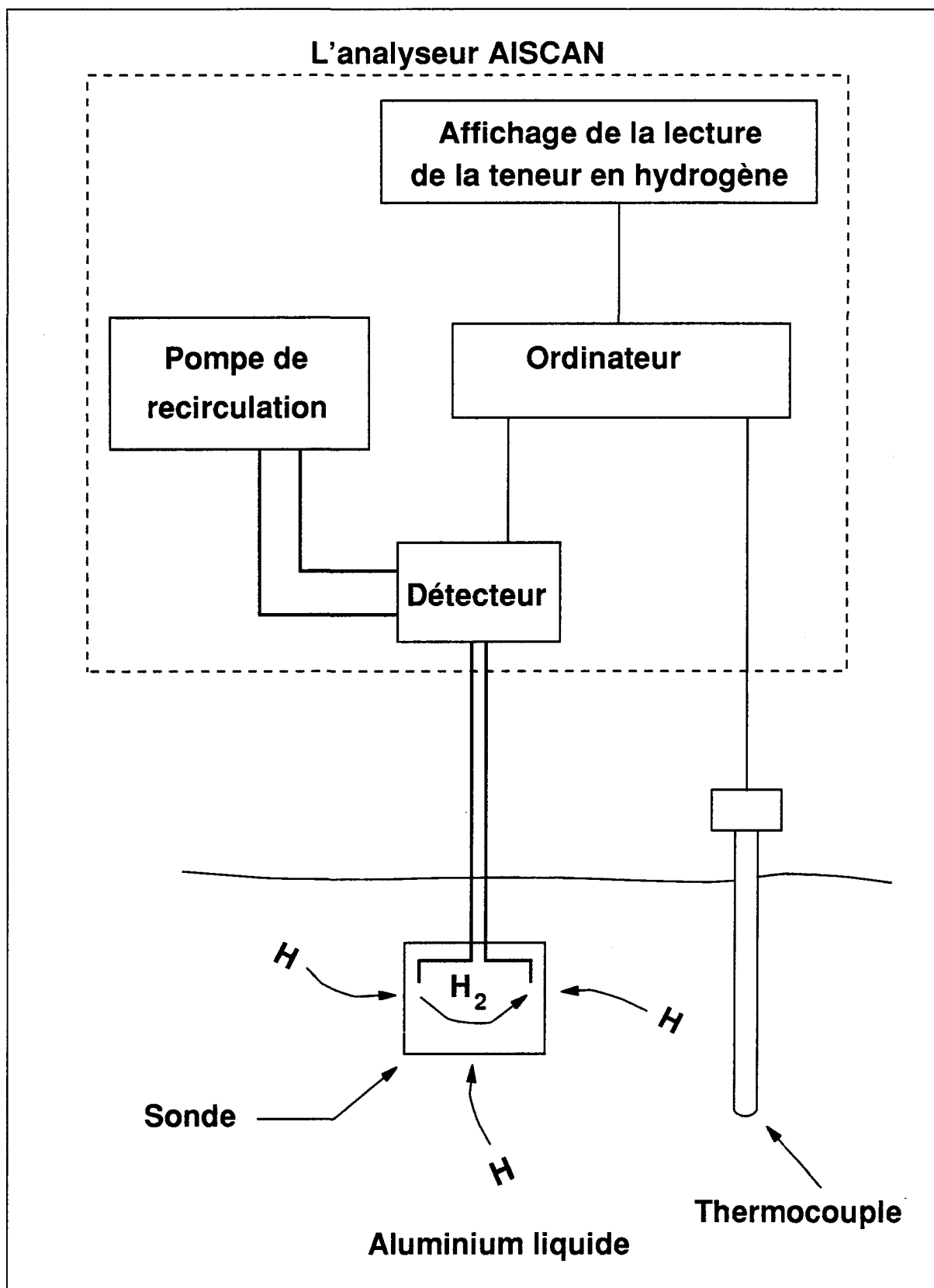
$S_o$  : la solubilité de l'hydrogène gazeux (ml de  $H_2$ /100 g)

$P_{H_2}$ : la pression partielle d'hydrogène gazeux en contact avec le métal (kPa)

La solubilité  $S$  dépend de la composition chimique de l'alliage et de sa température. Le paramètre de la composition chimique est entré dans l'ordinateur par l'utilisateur et la température est lue par l'ordinateur à l'aide d'un thermocouple plongé dans le métal (figure 17).

Avant de commencer à faire les lectures, il faut d'abord que l'utilisateur sélectionne le facteur de correction qui dépend de l'alliage utilisé; pour l'alliage Al-9%Si-3%Cu, le facteur sélectionné est 0,69. On branche le thermocouple plongé dans le bain avec l'analyseur AISCAN. Il faut faire chauffer la sonde un moment au-dessus du bain avant de l'y plonger pour diminuer le choc thermique et augmenter la durée de vie utile de la sonde. On envoie du gaz dans la sonde lorsqu'on la plonge pour la purger, ensuite on fait encore trois purges de cinq secondes en laissant la sonde dans le métal et le premier cycle de lecture commence pour dix minutes. Après on fait une purge de cinq secondes et un autre cycle de dix minutes s'entame. C'est la dernière lecture de ce deuxième cycle qui indique la teneur en hydrogène dans l'alliage.

La lecture serait probablement plus précise si on effectuait un troisième cycle [Dupuis et al (1992)] mais cela laisserait encore plus de temps à l'hydrogène pour s'équilibrer avec l'atmosphère et diminuerait l'efficacité du gazage ou du dégazage. Il faut encore purger la sonde lorsqu'on la retire du bain pour enlever le métal à l'intérieur.



**Figure 17** Schéma de fonctionnement de l'analyseur AISCAN [Martin et al (1989)].

### 3.1.7 Analyse d'hydrogène dans l'alliage solide

La teneur en hydrogène de la plupart des échantillons fut mesurée avec la méthode LECO. Elle consiste à fondre un échantillon solide de forme normalisée dans un courant d'azote que l'on fait passer ensuite dans un catharomètre relié à un dispositif de mesure de conductivité. L'hydrogène dégagé par le métal est entraîné par le courant d'azote et en modifie la conductivité. Celle-ci peut être reliée à la teneur en hydrogène grâce à un étalonnage préalable [Charbonnier (1991)].

Certains échantillons furent mesurés juste avant de couler avec l'analyseur AISCAN et d'autres ne furent tout simplement pas mesurés. La variation de la teneur en hydrogène à l'intérieur du lingot n'est pas très grande puisqu'on rapporte une diminution de seulement 15% d'hydrogène au centre d'un lingot d'environ 3,2 m<sup>3</sup> [Dupuis et al (1992)].

Les mesures obtenues pour les 24 alliages apparaissent au tableau 4. Les cases vides indiquent que la mesure n'a pas été effectuée et c'est la valeur ciblée (tableau 2) qui est utilisée pour l'analyse statistique.

**Tableau 4** Mesures de la teneur en hydrogène des 24 alliages.

No	H (ml/100 g)	No	H (ml/100 g)	No	H (ml/100 g)
f1 <sup>3</sup>	0,22	h1 <sup>2</sup>	0,06	s1 <sup>1</sup>	0,28
f2 <sup>1</sup>	0,25	h2		s2 <sup>3</sup>	0,24
f3 <sup>2</sup>	0,21	h3 <sup>1</sup>	0,69	s3	
f4 <sup>3</sup>	0,20	h4 <sup>1</sup>	0,13	s4 <sup>1</sup>	0,23
f5 <sup>1</sup>	0,25	h5 <sup>2</sup>	0,57	s5 <sup>3</sup>	0,24
f6 <sup>2</sup>	0,31	h6 <sup>2</sup>	0,17	s6 <sup>1</sup>	0,26
f7 <sup>2</sup>	0,31	h7 <sup>2</sup>	0,13	s7 <sup>1</sup>	0,21
f8 <sup>1</sup>	0,25	h8 <sup>1</sup>	0,45	s8 <sup>2</sup>	0,29

<sup>1</sup> : mesure effectuée par l'Alcan à Arvida avec la méthode LECO

<sup>2</sup> : mesure effectuée par l'Alcan à Oxford avec la méthode LECO

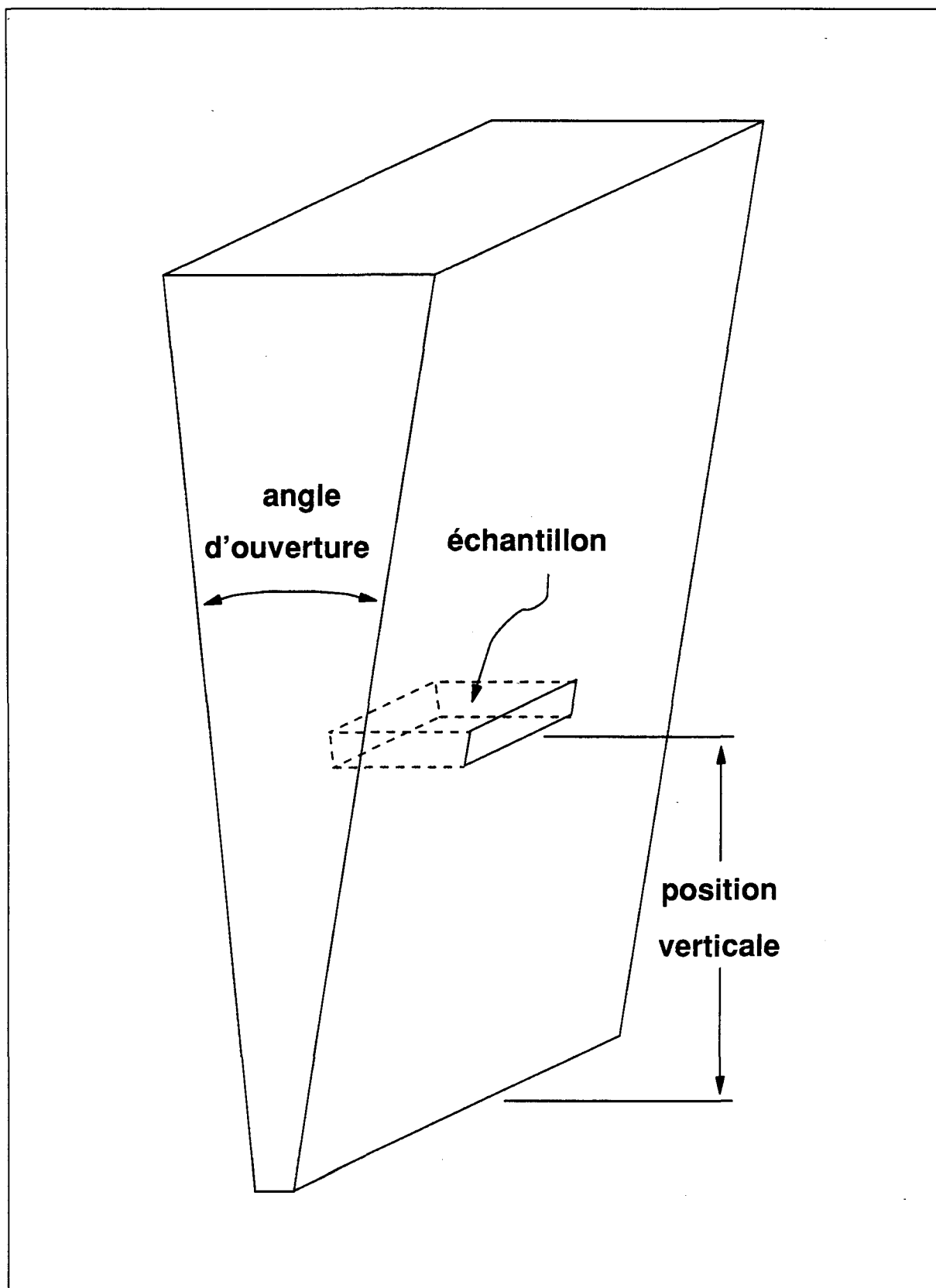
<sup>3</sup> : mesure effectuée avec l'analyseur AISCAN

### 3.2 DESCRIPTION DES INSTALLATIONS EXPÉRIMENTALES

#### 3.2.1 Moule à vitesse de solidification variable

Afin de permettre l'étude du refroidissement, un moule classique à vitesse de solidification variable a été retenu. On a choisi d'utiliser le moule à paroi ajustable déjà utilisé au Centre de Recherche d'Alcan à Kingston ce qui permet de comparer les résultats du présent travail avec ceux déjà obtenus là-bas.

Ce moule procure une solidification unidirectionnelle verticale. Un lingot typique est montré à la figure 18.



**Figure 18** Lingot typique.

La vitesse de solidification peut être variée grâce à l'angle de la paroi ajustable et à la température du moule. Le temps de solidification peut ensuite être choisi en sélectionnant la position verticale de l'échantillon.

Trois valeurs de temps de refroidissement ont été sélectionnées pour quantifier cet effet sur l'allure de la porosité: court, moyen et long. Une étude préliminaire a montré que pour obtenir ces trois conditions, il suffisait d'effectuer deux coulées; l'une à vitesse de solidification lente et l'autre à vitesse de solidification rapide.

La coulée à vitesse de solidification lente permet d'obtenir le cas de temps de solidification long. La coulée à vitesse de solidification rapide permet d'obtenir le cas de temps de solidification moyen et court en prenant un échantillon à deux positions verticales dans le lingot. Les conditions retenues pour les trois cas sont indiquées au tableau 5.

**Tableau 5** Conditions du moule en fonction des trois valeurs de refroidissement.

Temps de solidification	Court	Moyen	Long
Vitesse de solidification	Rapide	Rapide	Lente
Position verticale (cm)	3	8	8
Angle d'ouverture	5°	5°	15°
Température du moule (°C)	25	25	300

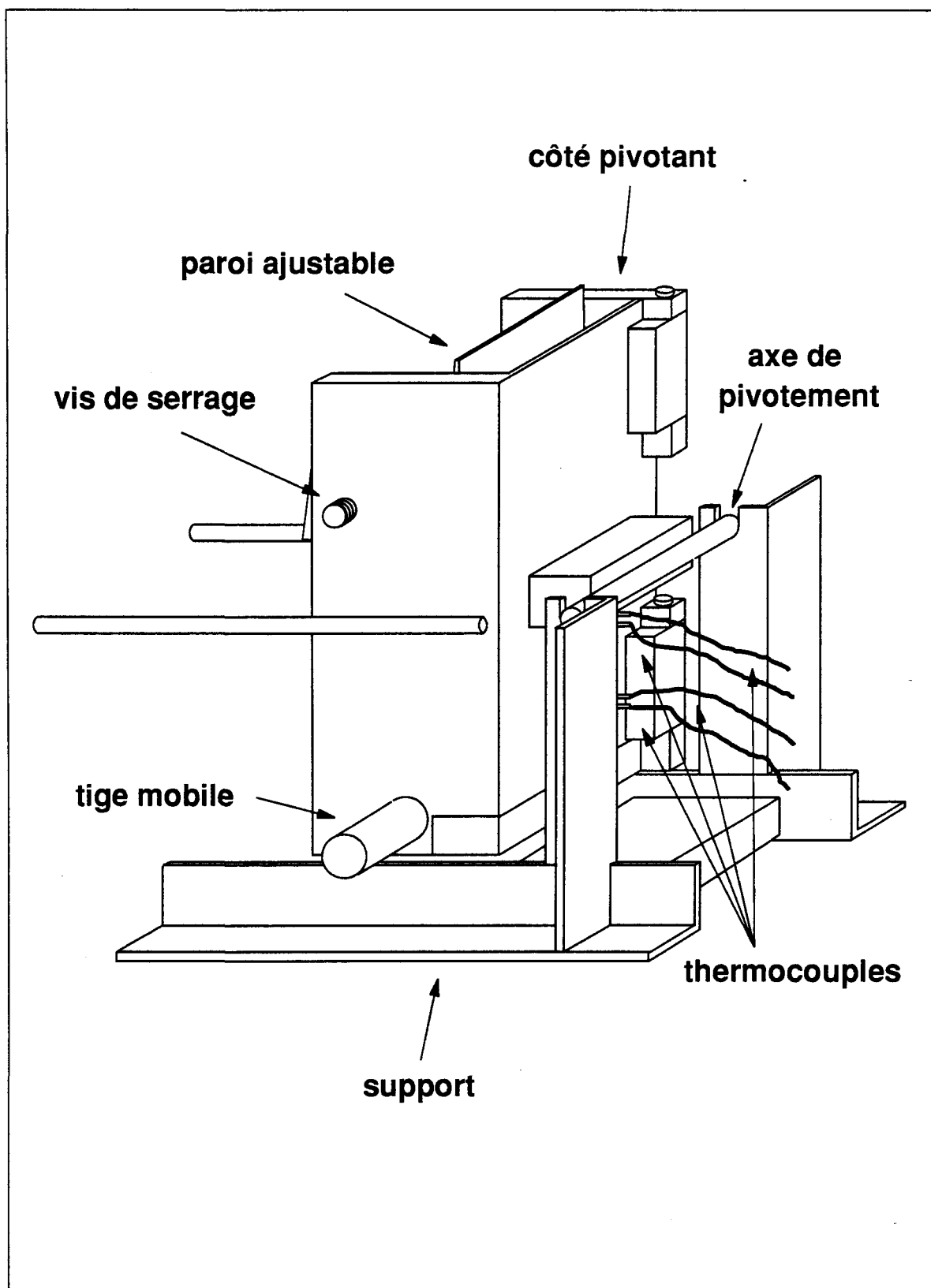
Afin d'améliorer l'efficacité du travail expérimental, deux moules ont été utilisés simultanément pour chaque préparation d'alliage liquide. Un moule chaud a été utilisé pour produire l'échantillon correspondant au long temps de solidification et un moule froid a été utilisé pour produire les échantillons correspondant au moyen et court temps de solidification.

### 3.2.2 Description des deux moules utilisés

Les deux moules sont en acier. Leur géométrie est assez semblable, la différence majeure se situant au noeud des parois: les deux parois larges du moule froid forment un angle de  $5^\circ$  et celles du moule chaud forment un angle  $15^\circ$ . Ces parois peuvent s'écarter pour enlever le lingot solidifié. Le moule utilisé froid est illustré aux figures 19 et 20; le moule utilisé chaud est illustré aux figures 21 et 22.

Les moules sont conçus avec des parois allant en épaississant vers le bas, ceci augmente la capacité thermique au bas du moule et procure une solidification unidirectionnelle verticale.

Un revêtement de surface est nécessaire pour empêcher le lingot d'aluminium de coller sur les parois du moule en acier. Les deux moules sont isolés par un revêtement beige appelé vermiculite ayant une conductivité thermique d'environ  $0,063 \text{ W/m}\cdot^\circ\text{C}$  [Collings et Andrews (1991)] qui est constituée de pigments réfractaires en suspension dans un mélange d'eau et de silicate de soude. Pour appliquer le revêtement, le moule est préalablement nettoyé, sablé avec un jet de



**Figure 19** Vue en trois dimensions du moule froid.

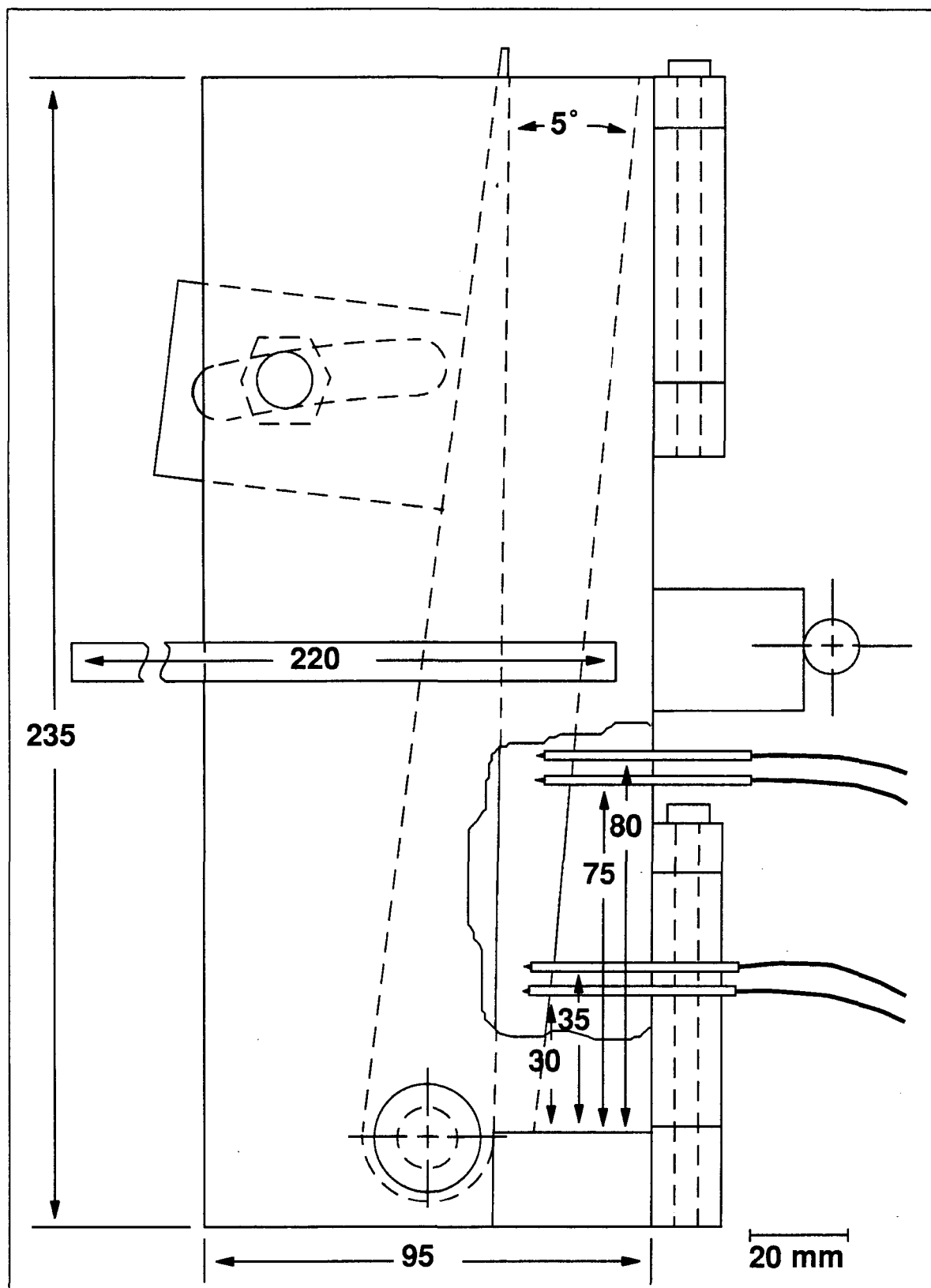
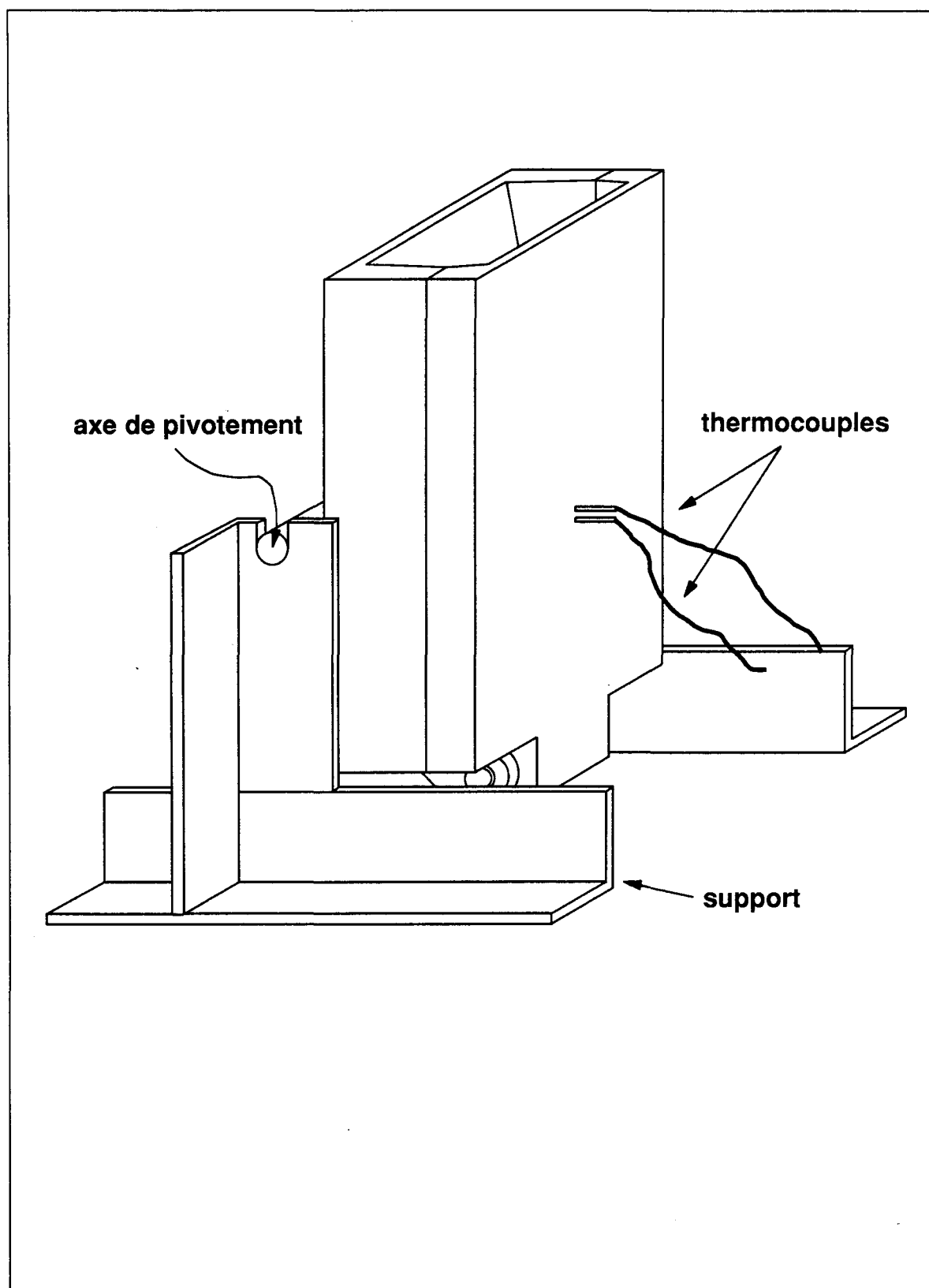


Figure 20 Vue de profil du moule froid avec cotes.



**Figure 21** Vue en trois dimensions du moule chaud.

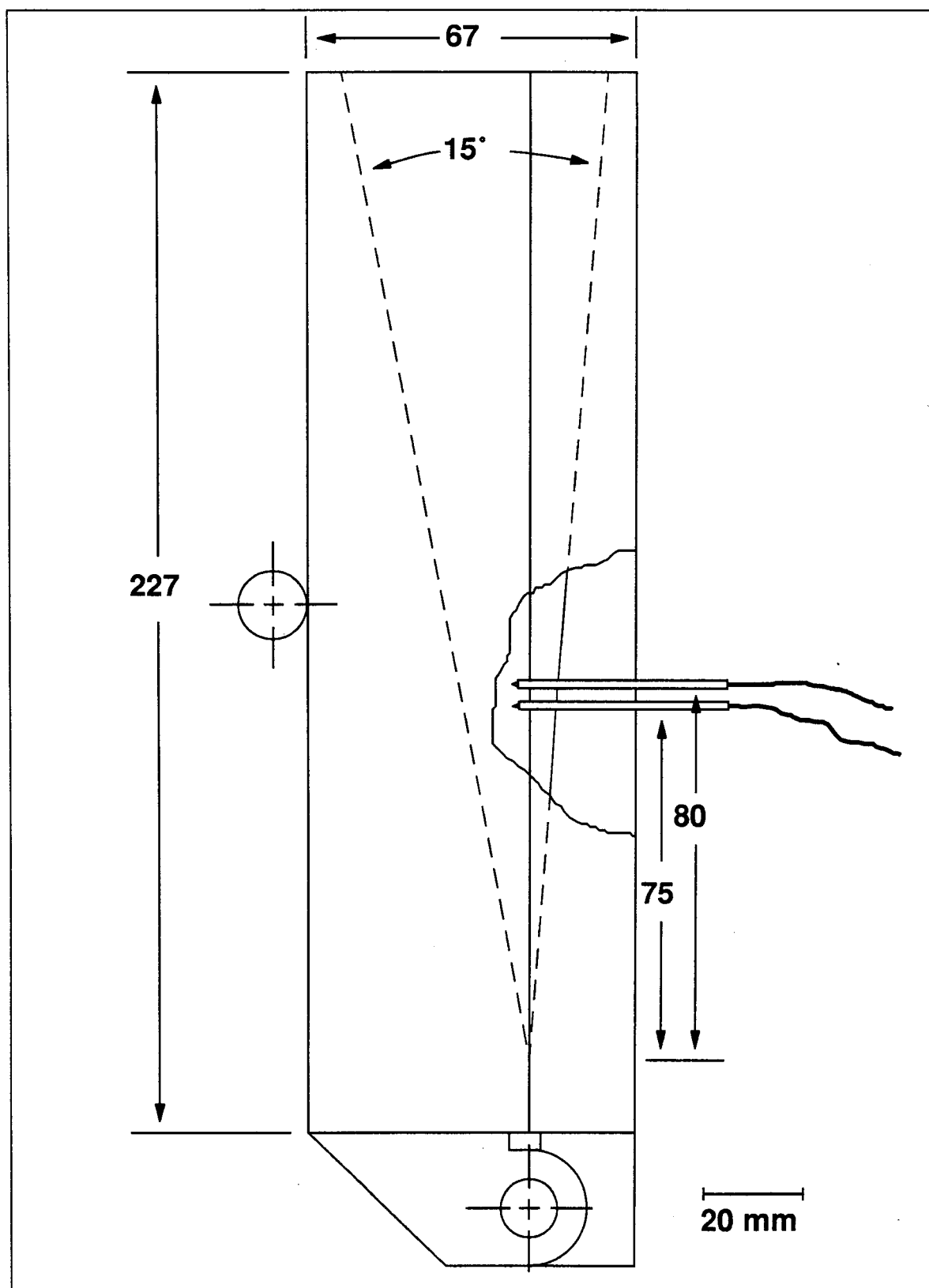


Figure 22 Vue de profil du moule chaud avec cotes.

sable puissamment projeté sur la surface à l'aide d'un pistolet pneumatique, dégraissé, puis chauffé (habituellement à 250 °C). L'application du revêtement se fait par un balayage répété de la surface avec le pistolet. Le chauffage du moule assure que le revêtement sèche systématiquement au contact de la surface pour éviter les coulures et les amas de revêtement.

L'épaisseur du revêtement est mesurée à l'aide d'un appareil Elcometer en 18 endroits sur chaque moule: la moyenne est de 90  $\mu\text{m}$  avec un écart-type de 20  $\mu\text{m}$  pour les deux moules.

### 3.2.3 Les fours

Trois fours sont nécessaires pour effectuer ces expériences: un four pour fondre le métal, un four pour préchauffer le moule chaud à 300°C et un four pour préchauffer les lingots et assécher le moule froid.

Pour réchauffer et fondre les alliages étudiés, un four électrique à résistance d'une puissance de 6 kW est utilisé. L'intérêt de ce four est qu'il assure une fusion rapide avec un brassage limité du bain et un contrôle rapide de la température.

En pratique, pour en effectuer le préchauffage, le moule peut être exposé à la flamme d'un brûleur. C'est une méthode économique mais qui chauffe de manière hétérogène et qui a tendance à corroder la surface du moule en raison de la combustion. On utilise donc pour le préchauffage du moule un four électrique à résistance (4 kW, 600 volts triphasé à 60 Hz) qui est peu rapide mais chauffe de

façon plus homogène et permet un meilleur contrôle de la température. Pour le préchauffage du métal, on utilise un four électrique à résistance (18 kW, 600 volts triphasé à 60 Hz).

Le métal fondu est contenu dans un creuset en carbure de silicium d'une capacité de 7 kg d'aluminium et ayant une couche de revêtement pour éviter la pollution du bain.

### 3.2.4 Les thermocouples

Afin de permettre le calcul des vitesses de solidification et des temps de solidification, une mesure des températures est effectuée durant le processus de solidification.

Les températures sont mesurées par des thermocouples. Étant donné qu'il s'agit d'une situation destructive pour le thermocouple, une seule analyse thermique a été effectuée. L'alliage utilisé pour référence est l'alliage formé des valeurs moyennes des éléments d'addition (à l'exception du magnésium). Cette composition chimique est indiquée au tableau 6.

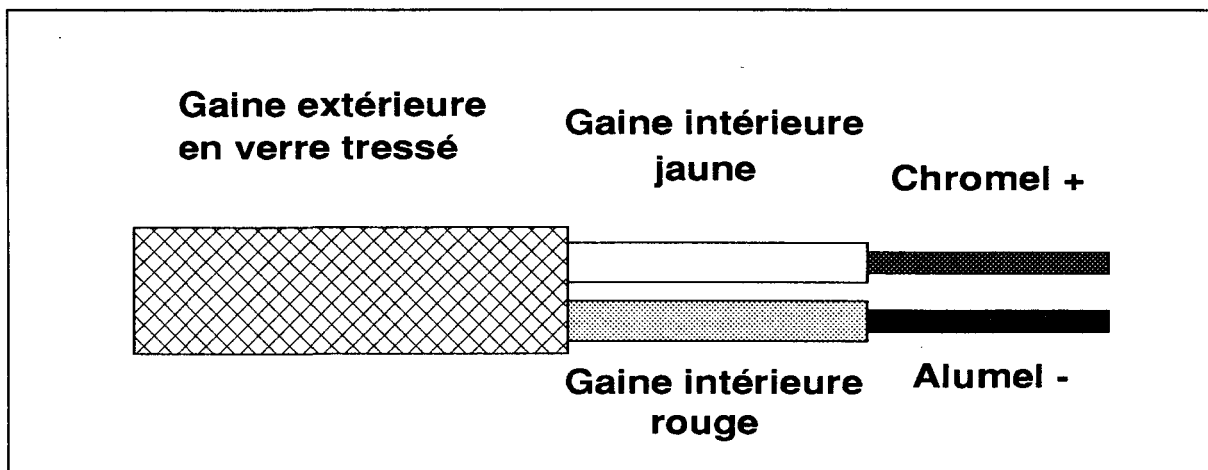
**Tableau 6** Composition chimique de l'alliage d'aluminium ayant servi à l'analyse thermique.

éléments	Si	Cu	Zn	Fe	Mg	Mn	Ti	Sr
titre (%)	9	3	1,5	0,55	0,7	0,3	0,13	0,015

Deux thermocouples sont disposés pour chaque échantillon. Dans le moule froid, on a donc quatre thermocouples respectivement à 3 cm, 3,5 cm, 7,5 cm et 8 cm (figure 20). Dans le moule chaud on a donc deux thermocouples à 7,5 cm et 8 cm (figure 22).

Les courbes de température sont obtenues à l'aide de thermocouples reliés à l'aide d'une carte d'acquisition de données à un micro-ordinateur AT286 compatible IBM où le traitement des données est effectué avec le logiciel Labtech Notebook.

Les mesures des températures sont réalisées à l'aide de thermocouples assemblés au laboratoire. Ce sont des capteurs constitués de deux conducteurs dont l'un est magnétique et l'autre pas (figure 23).



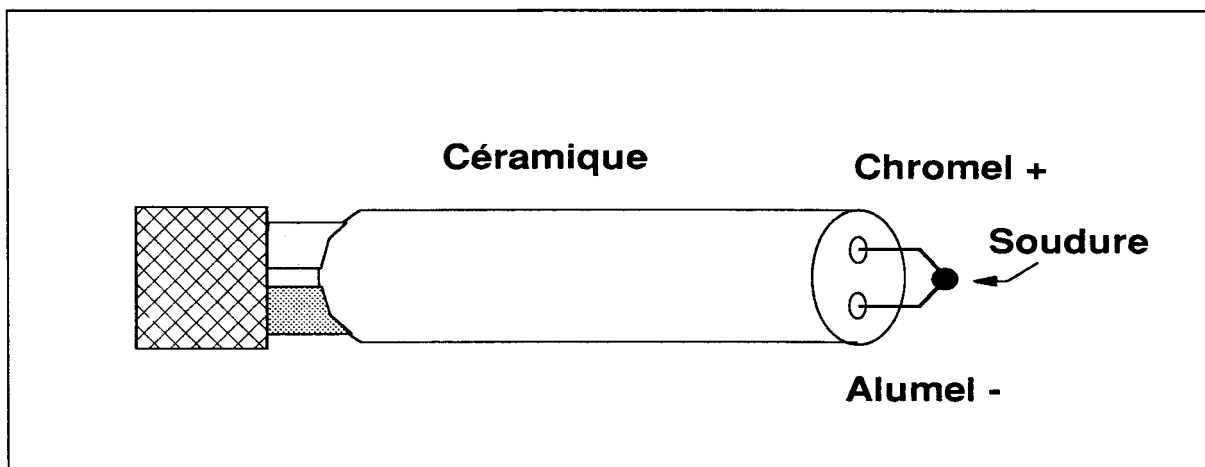
**Figure 23** Thermocouple de type GG-K-36 [Fortin (1992)].

Lorsque les deux fils sont en contact, ils génèrent un potentiel électrique qui varie selon la température. Il suffit donc, à l'aide d'une table donnant la différence de potentiel en fonction de la température, de convertir le voltage mesuré en température.

La température durant la solidification de l'aluminium varie de 750 à 400°C. En conséquence, on utilise des thermocouples du type K qui peuvent mesurer des températures allant de -200 à 1250°C et ne sont pas altérés par l'aluminium. Les thermocouples de type K sont composés d'un fil de chromel (partie non magnétique: positif) de couleur jaune et d'un fil d'alumel (partie magnétique: négatif) de couleur rouge et d'une gaine de verre tressé. L'erreur sur ce type de thermocouple est de l'ordre de 2 °C ou 0,75% de la température si elle est supérieure à 293°C. Comme les deux thermocouples installés sur le moule chaud sont positionnés avant la période de préchauffage, la gaine les recouvrant doit résister à une température d'au moins 300°C. Cette contrainte oblige l'emploi de thermocouples à haute température, soit une extension GG, dont la gaine constituée de verre tressé peut résister à des températures comprises entre -73 et 485°C.

La jonction des conducteurs des thermocouples est de type libre car la température varie considérablement au début de l'expérience et les thermocouples doivent donc posséder un temps de réponse très court. Le diamètre des deux fils conducteurs est de 0,127 mm.

Le montage des thermocouples s'effectue comme suit: le thermocouple est dénudé sur une longueur de 6 à 8 cm, les deux fils sont introduits dans une céramique en alumine ayant un diamètre extérieur de 1,25 mm et deux ouvertures de 0,25 mm de diamètre. Ils sont finalement joints à leur sortie de la céramique par une soudure (figure 24).



**Figure 24** Thermocouple assemblé.

Lorsque les thermocouples entrent en contact avec l'aluminium lors de la coulée, des courants électriques peuvent circuler entre ces derniers étant donné que l'aluminium possède une résistance électrique et que les thermocouples sont des sources de courant à différents potentiels. Ces courants électriques affectent la prise des mesures et crée une relation entre les thermocouples. On peut résoudre ce problème en utilisant des thermocouples à bout isolé mais le temps de réponse en est considérablement affecté. La solution retenue est plutôt d'utiliser un branchement flottant et de ramener le bout des thermocouples à un même potentiel en installant un fil de cuivre se rendant jusqu'au fond du moule et étant relié à la masse. L'aluminium étant relié à la masse par ce fil, le bout des thermocouples est à un potentiel nul et les courants entre les thermocouples sont éliminés.

La connection des thermocouples avec la carte ACPC-12-16 s'effectue en utilisant des terminaux servant d'interfaces. Les terminaux convertissent les voltages des appareils de mesure en signaux acceptables pour la carte ACPC-12-16.

Le logiciel Labtech Notebook est un intermédiaire entre l'utilisateur et la carte d'acquisition, ce qui facilite la programmation pour effectuer l'acquisition de données ou le contrôle de système. Les résultats peuvent être vus en temps réel sur le moniteur sous forme de graphique ou de cadran. Les données sont emmagasinées dans un fichier sous format DOS, chaque valeur est écrite sous un format réel de 12 caractères récupérable sur le logiciel LOTUS 123 (extension "nom du fichier.prn").

### 3.3 DESCRIPTION DE LA COULÉE

#### 3.3.1 Coulée typique

La procédure de la coulée peut être divisée en cinq blocs d'étapes illustrés par organigramme à la figure 25. Ces cinq blocs sont décrits en détail ici avec une estimation du temps cumulatif nécessaire à chaque étape.

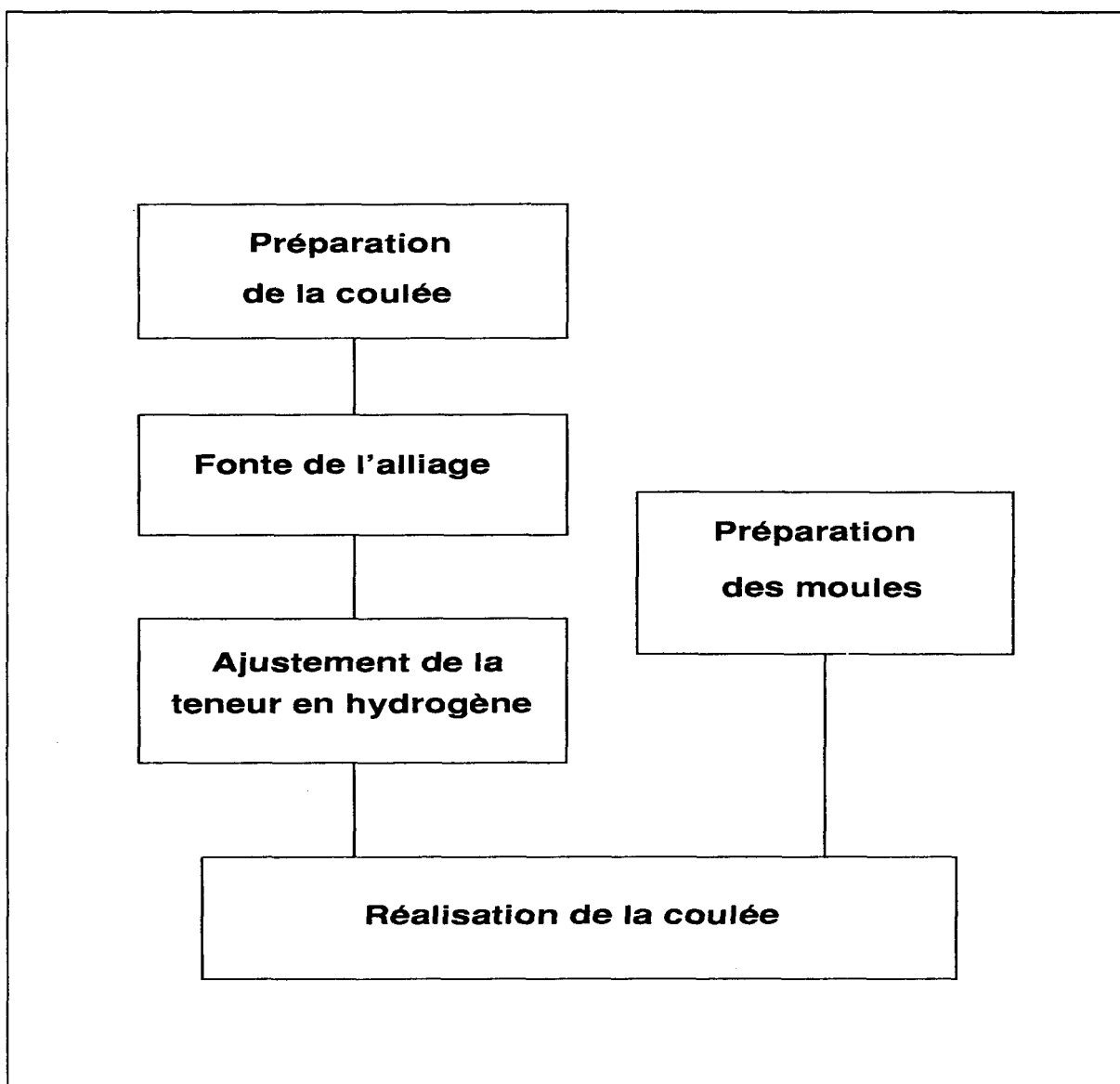
#### **Préparation de la coulée**

0:00 - Vérifier la propreté du four et y mettre le creuset.

- Vérifier la qualité du revêtement protecteur en céramique du thermocouple du four.

0:15 - Calculer, peser et nettoyer les morceaux d'aluminium et les additifs.

0:45 - Prêt.



**Figure 25** Organigramme d'une procédure de coulée typique.

### **Fonte de l'alliage**

0:00 - Allumer le four et le régler à 830°C.

- Mettre les morceaux d'aluminium dans le four de préchauffage et le régler à 400°C.

1:30 (lorsque le four est à 830°C) - Mettre un morceau d'aluminium dans le creuset.

2:05 (lorsque le premier morceau est fondu) - Mettre un deuxième morceau dans le creuset en ayant pris soin d'enlever l'oxyde auparavant.

2:15 (lorsque c'est fondu) - Mettre le reste des morceaux d'aluminium dans le creuset.

2:25 (lorsque tout est fondu) - Ajouter les additifs sauf le strontium et l'affineur du grain.

- Diminuer la température du four à 760°C et ajuster la température du creuset à 740°C.

(lorsque tout est dissous) - Prêt.

### **Ajustement de la teneur en hydrogène**

0:00 - Pour obtenir 0,10 ml H/100 g : dégazer.

- Pour obtenir 0,25 ml H/100 g : ne rien faire (les coulées sont réalisées au mois d'août avec un taux d'humidité d'environ 55%).

- Pour obtenir 0,40 ml H/100 g : gazer.

0:20 - Lire la teneur avec l'AISCAN.

0:45 - Réajuster s'il y a lieu, sinon ajouter le strontium et l'affineur du grain.

0:50 - (lorsque la température du métal fondu atteint 740°C) - Réaliser la coulée.

**Préparation des moules**

0:00 - Nettoyer les moules avec un jet d'air.

0:05 - Installer le thermocouple du moule chaud.

0:10 - Mettre le moule chaud dans le four de préchauffage réglé à 310°C.

0:15 - Mettre le moule froid dans un autre four de préchauffage réglé à 200°C.

0:20 - Sortir le moule froid du four de préchauffage et le laisser refroidir à l'air libre.

1:00 - Mettre le moule de l'éprouvette pour l'analyse d'hydrogène dans le four de préchauffage réglé à 200°C.

1:15 - Le sortir du four de préchauffage.

1:20 - Préparer la lingotière, le moule de l'éprouvette pour l'analyse chimique, la pince du creuset et la cuillère servant à enlever la couche d'oxyde.

1:40 (lorsque la température du moule chaud est entre 305 et 310°C et celle du moule froid inférieure à 40°C) - Prêt.

## Réalisation de la coulée

Cette opération doit être effectuée par deux personnes ayant déjà revêtues leur équipement de protection et préparé l'aire où s'effectue la coulée.

Le fondeur	L'assistant
0:00 - Éteindre le four.	- Fermer la ventilation.
- Enlever les accessoires autour du creuset.	- Sortir le moule chaud du four.
0:02 - Apporter le creuset près du moule chaud.	- Enlever le thermocouple et boucher le trou.
- Enlever la couche d'oxyde.	- Se préparer à pencher le moule chaud
- Installer la pince pour tenir le creuset.	
0:03 - Remplir le moule chaud (figure 26).	- Pencher le moule chaud.
- Remplir le moule froid.	- Pencher le moule froid.
- Remplir les moules des éprouvettes.	- Prendre la cuillère pour gratter le creuset.
- Verser le restant du métal dans une lingotière.	- Gratter le creuset.
0:04 - Remettre le creuset dans le four.	- Enlever l'équipement de protection.
- Enlever l'équipement de protection.	- Repartir la ventilation.

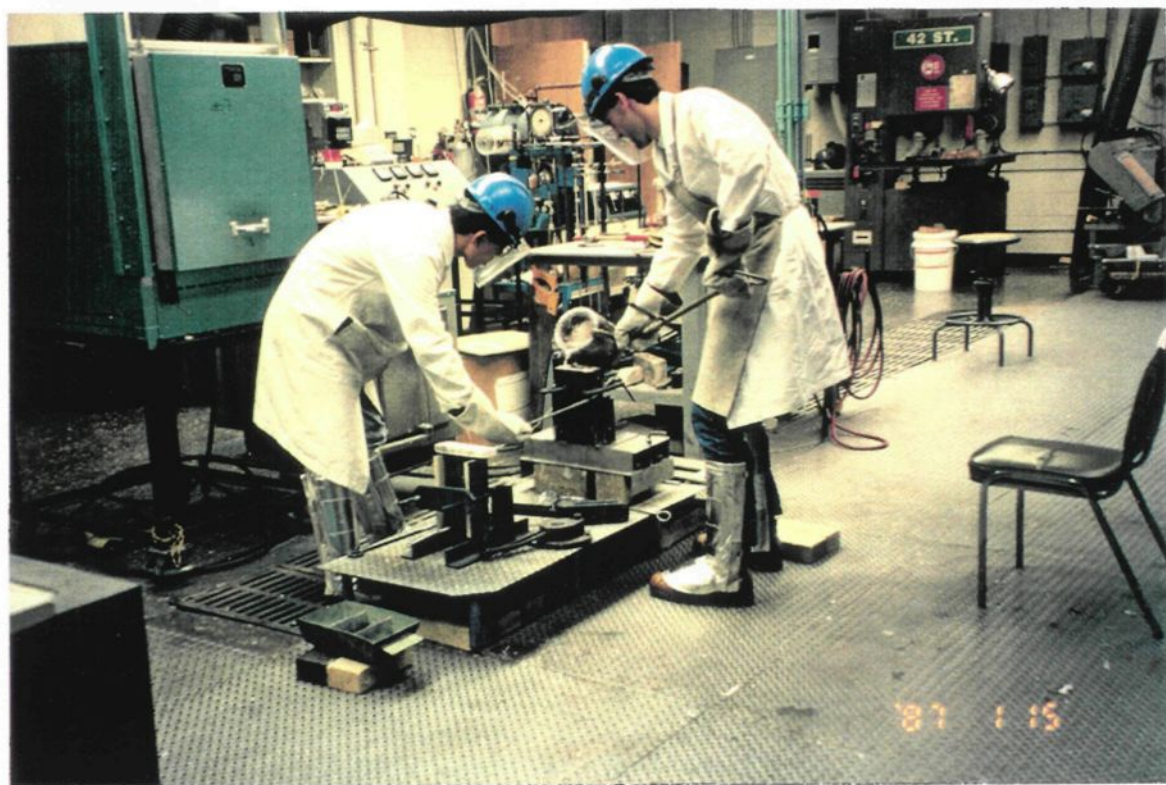


Figure 26 Début et fin du remplissage du moule chaud.

### 3.3.2 Coulée pour analyse thermique

La procédure d'une analyse thermique est identique à la procédure d'une coulée typique décrite à la section précédente excepté pour les blocs d'étapes: "préparation des moules" et "réalisation de la coulée". Les deux blocs avec les modifications nécessaires à l'analyse thermique, sont décrits ci-après:

#### **Préparation des moules**

0:00 - Nettoyer les moules avec un jet d'air.

0:05 - Charger le programme testant les thermocouples dans le logiciel Labtech Notebook.

0:10 - Tester et installer les six thermocouples sur les deux moules.

0:25 - Installer un fil de cuivre relié à la masse dans le fond de chacun des deux moules et bien les refermer.

0:30 - Mettre le moule chaud dans le four de préchauffage réglé à 310°C.

1:50 - Préparer la lingotière, la pince du creuset et la cuillère servant à enlever la couche d'oxyde.

2:00 (lorsque la température du moule chaud est entre 305 et 310°C et celle du moule froid inférieure à 40°C) - Prêt.

#### **Réalisation de la coulée**

Cette opération doit être effectuée par deux personnes ayant déjà revêtu leur équipement de protection et préparé l'aire où s'effectue la coulée.

## Le fondeur

## L'assistant

0:00 - Charger le programme compilant les lectures de température avec le logiciel Labtech Notebook.

0:02 - Éteindre le four.

- Enlever les accessoires autour du creuset.

0:04 - Apporter le creuset près du moule chaud.

- Enlever la couche d'oxyde.
- Installer la pince pour tenir le creuset.

0:05 - Remplir le moule chaud.

- Remplir le moule froid.
- Verser le restant du métal dans une lingotière.

0:06 - Remettre le creuset dans le four.

- Enlever l'équipement de protection.

0:10 - Copier le fichier sur une disquette pour le traiter avec Lotus 123.

- Fermer les appareils électriques pouvant faire des bruits parasites.

- Fermer la ventilation.

- Sortir le moule chaud du four.

- Mettre un tissu protecteur à la sortie des fils de thermocouples.

- Faire exécuter le programme préalablement chargé.

- Se préparer à pencher le moule chaud.

- Pencher le moule chaud.

- Pencher le moule froid.

- Prendre la cuillère pour gratter le creuset.

- Gratter le creuset.

- Enlever l'équipement de protection.

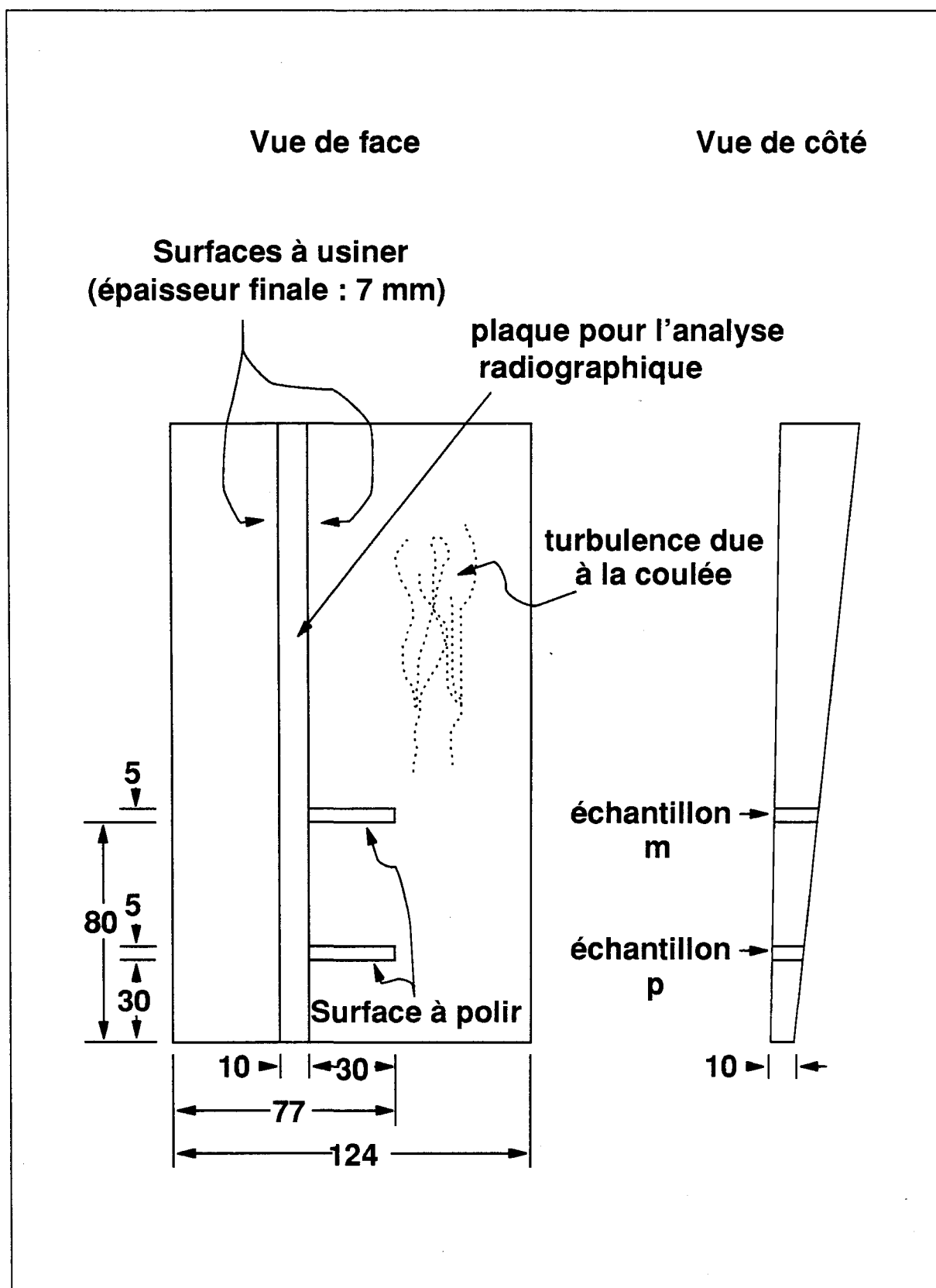
- Repartir la ventilation.

### 3.4 DESCRIPTION DE LA MESURE DE LA POROSITÉ

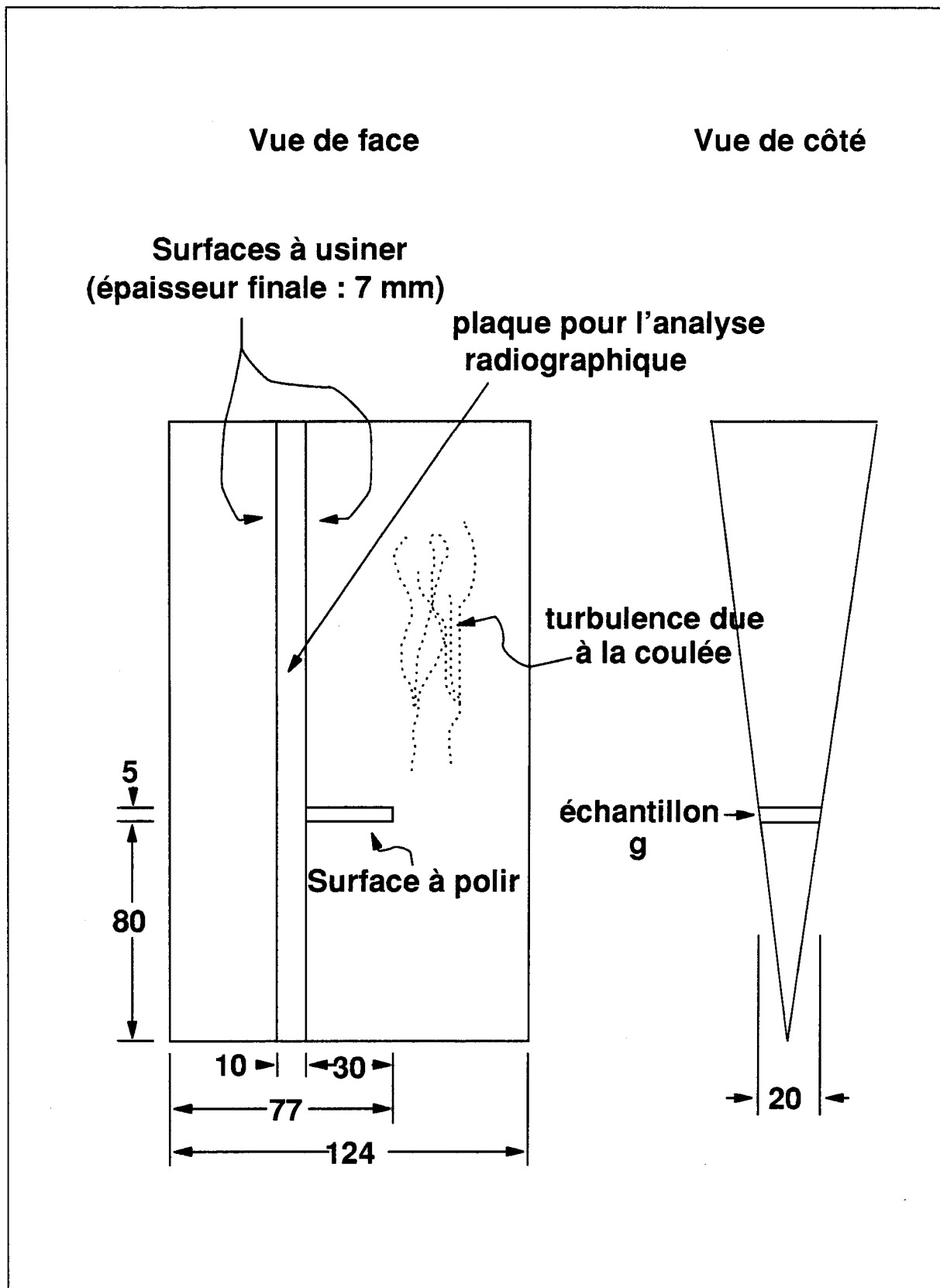
#### 3.4.1 Préparation des échantillons

Les lingots des deux moules sont découpés pour y extraire les échantillons (2 pour le lingot du moule froid et 1 pour celui du moule chaud) et les plaques pour l'analyse radiographique (1 pour chacun des lingots) qui sera effectuée au Centre de Recherche d'Alcan à Kingston. La façon de découper les lingots est illustrée aux figures 27 et 28.

Les échantillons doivent être polis pour en faire l'analyse métallographique. On commence par sertir chaque échantillon dans du plastique thermodurcissable (Diallyl phtalate de Buehler) sous une pression de 465 kPa pour former une pastille. Les pastilles sont d'abord chauffées 9 minutes à 150°C puis refroidies sous pression pendant 3 minutes. Le polissage des pastilles est effectué par un technicien avec une polisseuse automatique (Buehler) selon la procédure décrite au tableau 7. Les pastilles sont ensuite conservées à l'air sec.



**Figure 27** Découpage du lingot du moule froid.



**Figure 28** Découpage du lingot du moule chaud.

**Tableau 7** Procédure de polissage des échantillons.

Disque	Liquide	Abrasif	Temps (min)	Force pour 6 pastilles (N)	Vitesse (tr/min)	Sens de rotation
Meulage						
SiC	Eau	120 grit	2	80	120	Contraire
		240 grit	2,5	67		
		320 grit	3	53		
		400 grit	3,5	40		
Polissage						
Pan W (LECO)	Huile soluble à l'eau	Pâte de diamant (6 µm)	3,5	142	120	Contraire
			3,5			Complémentaire
		Pâte de diamant (1 µm)	3,5			Contraire
			3,5			Complémentaire
Polissage final						
Mastertex Buehler	Eau	SiO <sub>2</sub> en suspension colloïdale (0,05 µm)	1,15	142	60	Complémentaire
Nettoyage						
Mastertex Buehler	Eau	Aucun	5	4,5	60	Complémentaire

### 3.4.2 Procédure de la mesure des pores

L'instrument utilisé pour mesurer les paramètres de la porosité de chaque échantillon est l'analyseur d'image LECO 2001. Il s'agit d'un logiciel capable de

quantifier les tons de gris d'une image. Les échantillons sont mesurés à l'aide d'un microscope sur lequel est installée une caméra transférant l'image à l'ordinateur. Une fois les "taches" détectées, le logiciel mesure pour chaque tache plusieurs caractéristiques dimensionnelles: l'aire, la longueur, la largeur, le périmètre, etc. La procédure pour mesurer un échantillon est la suivante:

- 1° Démarrer le programme et donner l'identification et le nombre de champs (39).
- 2° Nettoyer la pastille avec un jet d'air propre.
- 3° Installer la pastille sur le plateau du microscope en alignant l'échantillon parallèlement au mouvement du plateau.
- 4° Positionner l'échantillon dans le coin gauche supérieur à 1½ images des côtés gauche et supérieur pour un grossissement de 50x.
- 5° Faire la mise au point et ajuster l'éclairage.
- 6° Faire analyser l'image par l'ordinateur.
- 7° Déplacer l'échantillon d'une image vers la gauche et refaire les étapes 5° et 6°.
- 8° Recommencer l'étape 7° jusqu'à avoir mesuré 13 images.
- 9° Déplacer l'échantillon d'une image vers le haut et mesurer 13 autres images en le déplaçant vers la droite.
- 10° Déplacer l'échantillon d'une image vers le haut et mesurer 13 autres images en le déplaçant vers la gauche.

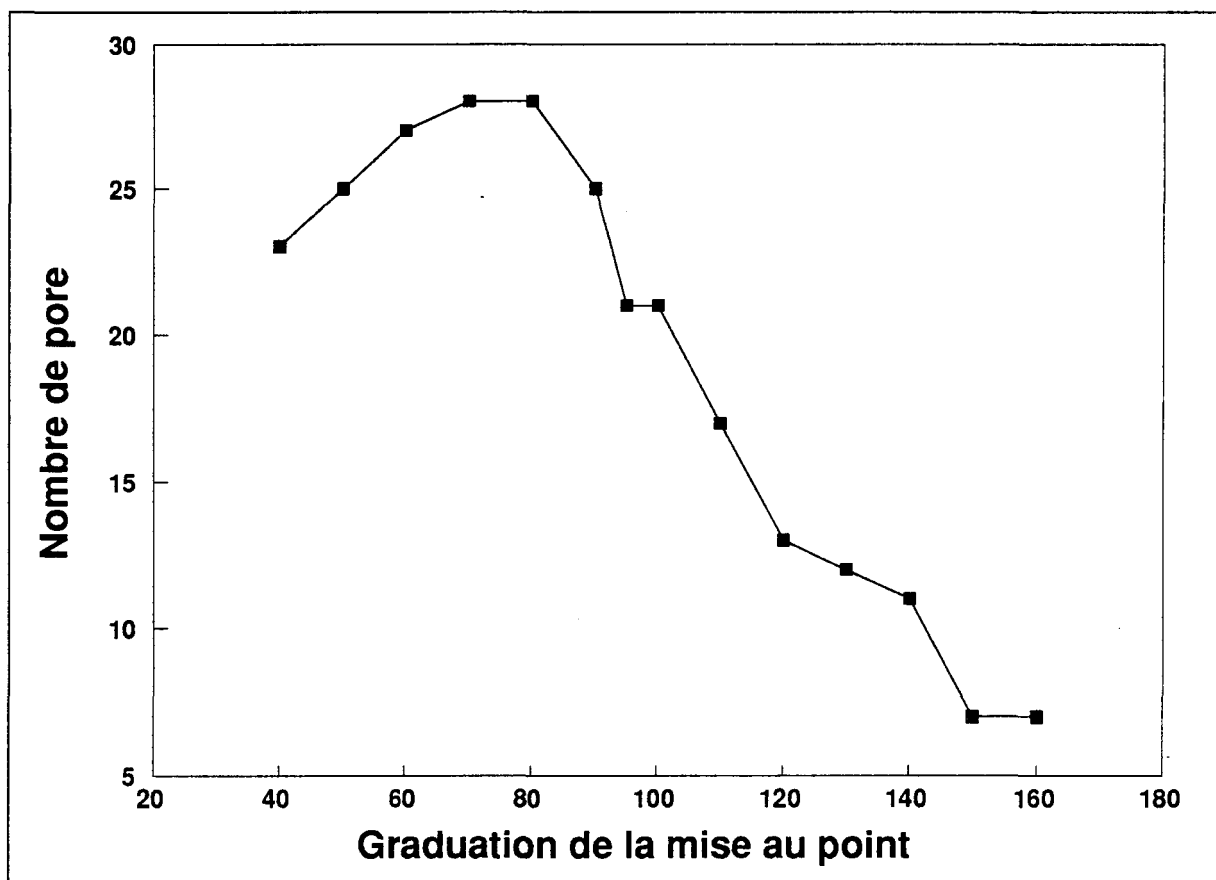
Les 39 images sont mesurées et les données sont ensuite traitées à l'aide du chiffrier électronique Lotus 123.

### 3.4.3 Ajustement des paramètres de mesure

La mesure des pores dépend de quatre paramètres: la mise au point, l'éclairage, les limites des tons de gris, et le nombre d'images analysées par échantillon.

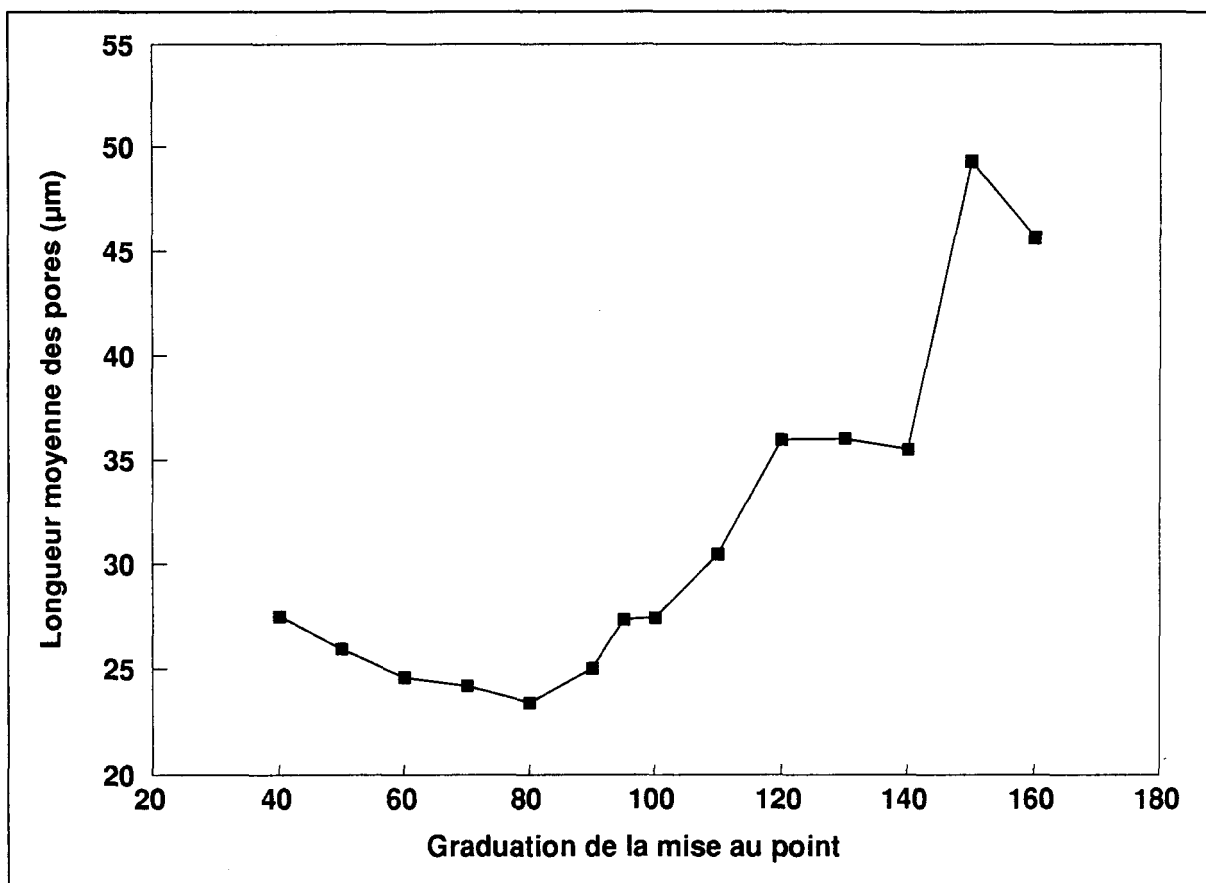
Le premier paramètre à ajuster pour mesurer une image est la mise au point du microscope. La visualisation des images se fait avec un grossissement de 50x et pour ce grossissement, la mise au point n'est pas très précise.

Pour avoir une idée de la précision, on a fait varier la mise au point d'un début de flou à l'autre en mesurant le nombre de pores (figure 29), la longueur moyenne

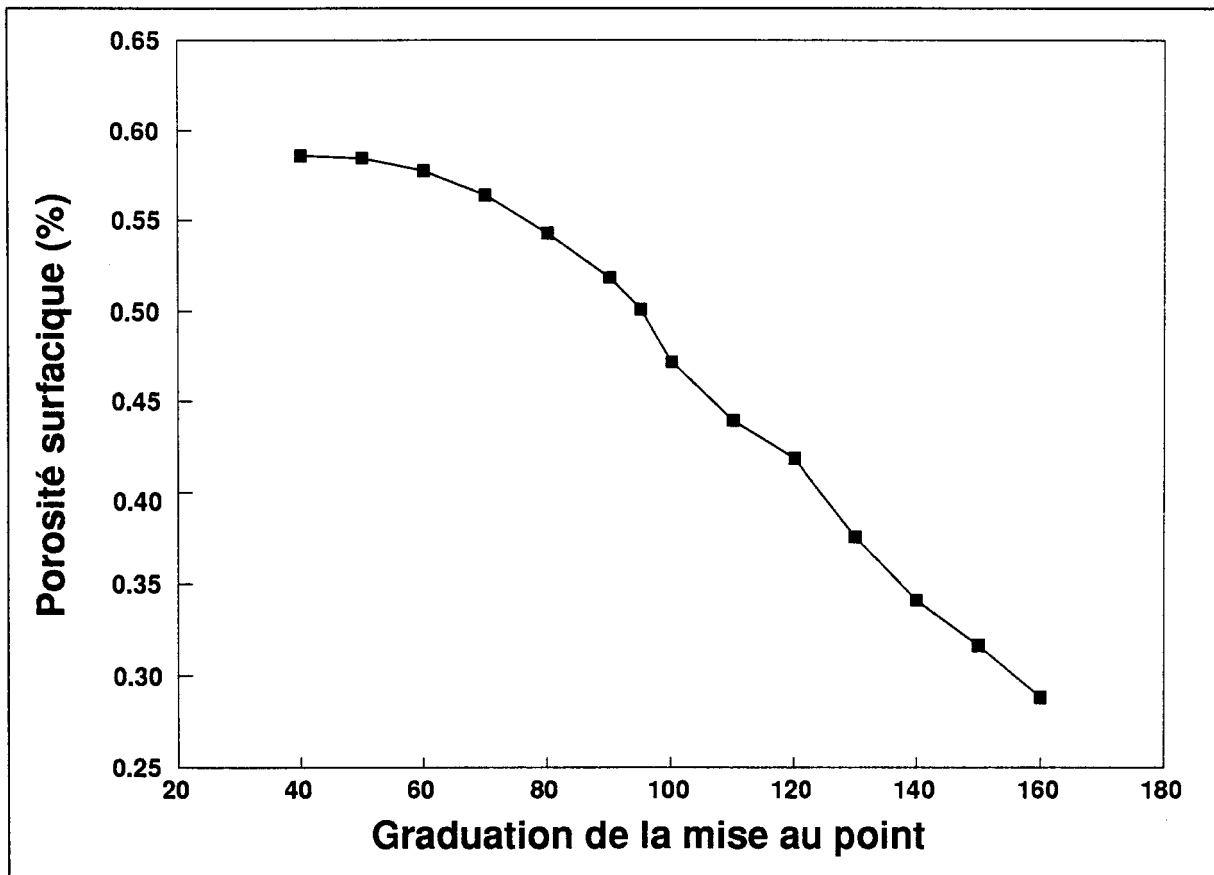


**Figure 29** Effet de la mise au point sur le nombre de pores.

des pores (figure 30) et la porosité surfacique (figure 31) pour une même image. La graduation en abscisse correspond à une graduation existant sur la roulette de la mise au point. L'image est presque claire à 40, est claire de 60 à 140, et recommence à devenir floue à 160. Les trois figures montrent que les trois variables dépendantes sont très sensibles à la mise au point car elles passent presque du simple au double pour deux mises au point possibles. La méthode utilisée pour remédier à ce manque de précision est d'amener le grossissement de 50x à 500x pour faire la mise au point et le ramener à 50x pour mesurer l'image. Lorsque le grossissement est à 500x, la mise au point est très sensible et la plage d'ajustement



**Figure 30** Effet de la mise au point sur la longueur moyenne des pores.



**Figure 31** Effet de la mise au point sur la porosité surfacique.

pour une image claire est de 96 à 97 pour l'image en question au lieu de 60 à 140 avec un grossissement de 50x.

Le deuxième paramètre à ajuster est l'intensité de l'éclairage. Lorsque l'échantillon est trop éclairé, l'image de l'échantillon affichée sur le moniteur devient maculée de magenta. On peut donc avoir un bon contrôle de l'éclairage en l'ajustant pour ne voir qu'un petit point magenta à chaque mesure effectuée; on sait alors que l'éclairage est presque identique. Pour avoir une idée de la précision, on a fait varier l'intensité de l'éclairage en mesurant les trois mêmes variables dépendantes de la porosité pour une même image (figure 32 à 34). Les variables ne sont pas très sensibles à l'éclairage à moins qu'icelui soit vraiment sombre.

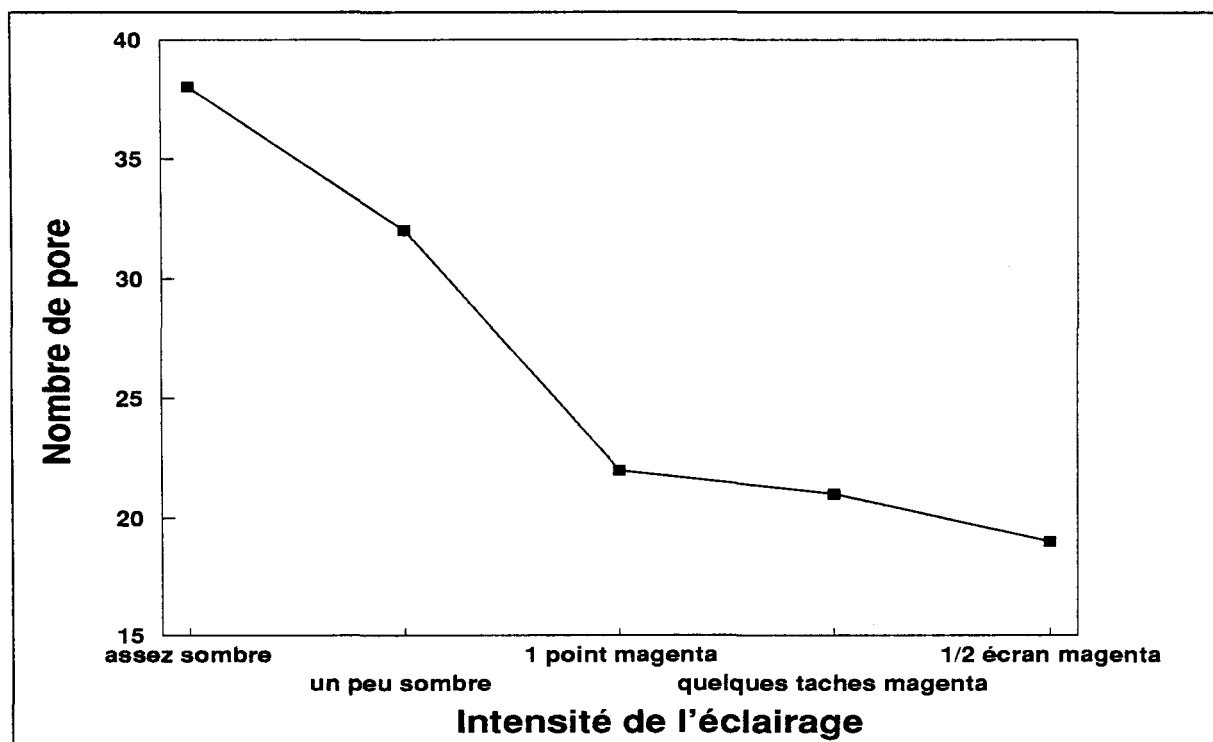


Figure 32 Effet de l'ajustement de l'éclairage sur le nombre de pores.

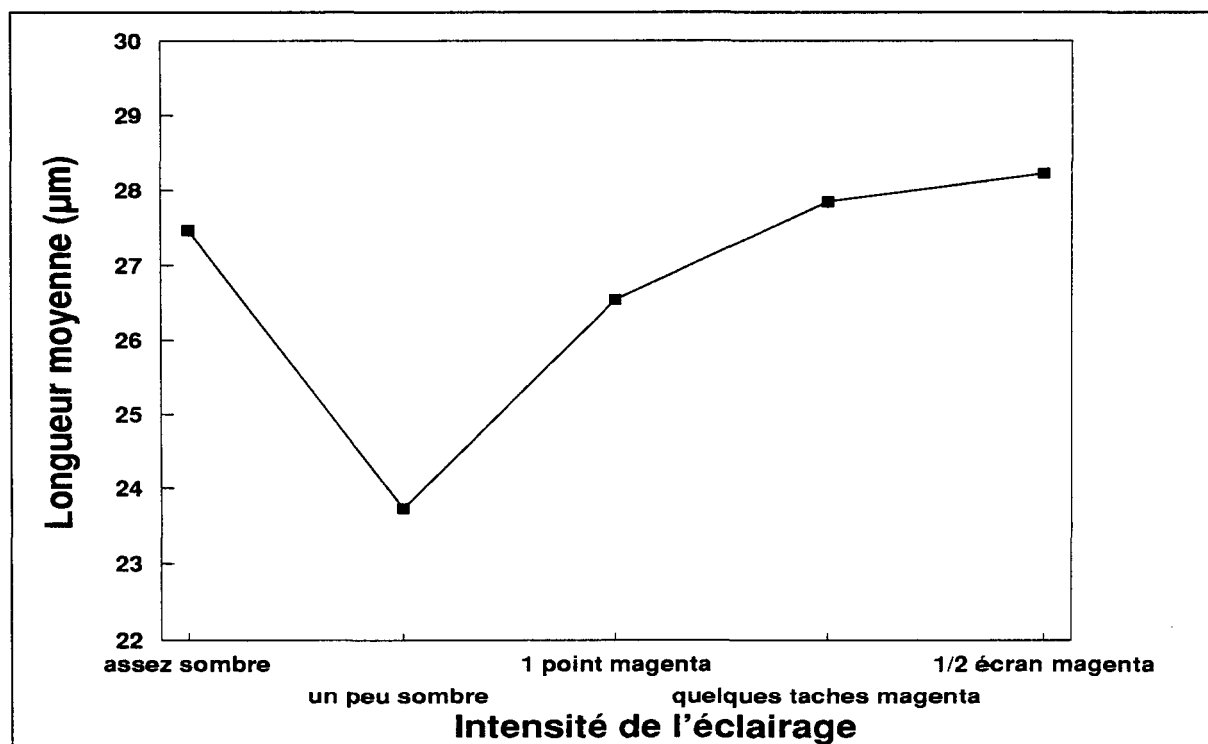
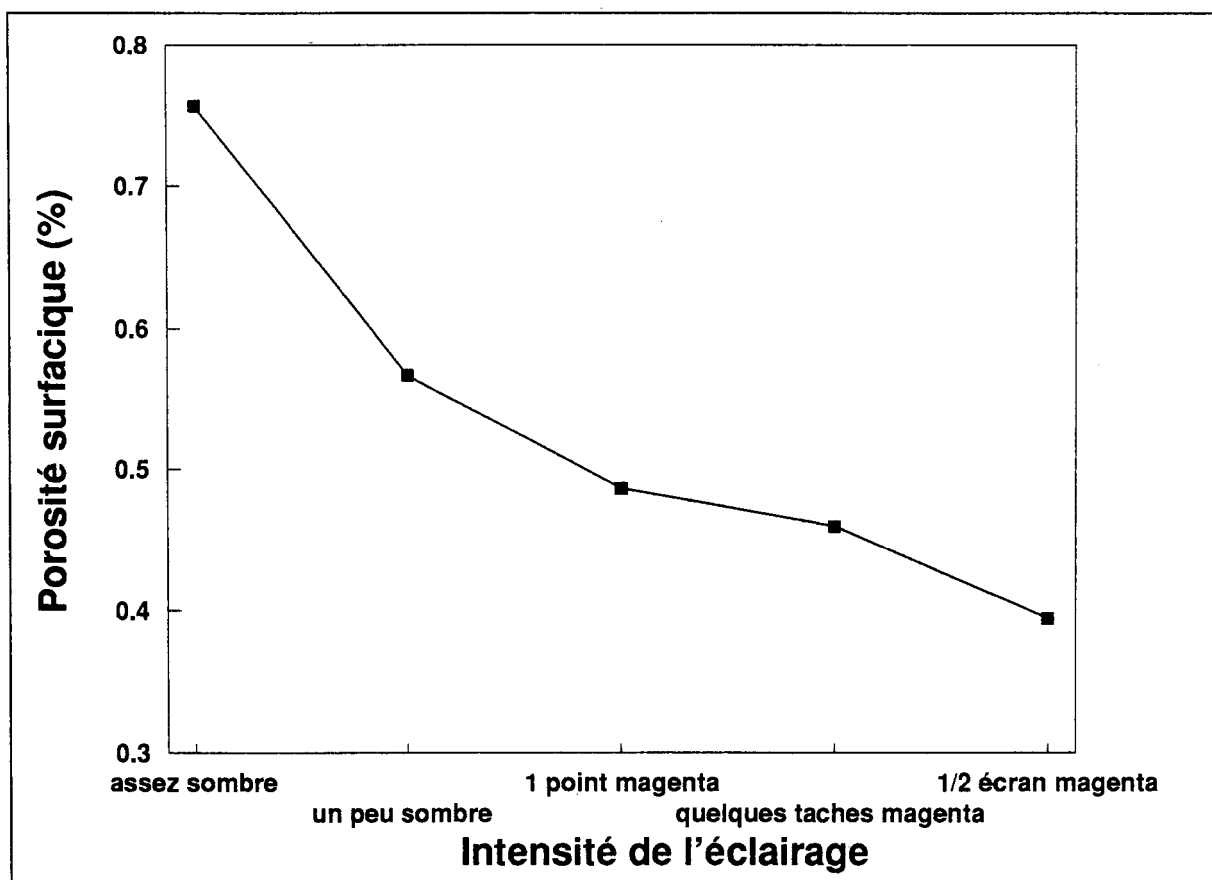


Figure 33 Effet de l'ajustement de l'éclairage sur la longueur moyenne des pores.



**Figure 34** Effet de l'ajustement de l'éclairage sur la porosité surfacique.

Le troisième paramètre est la plage des tons de gris qui s'étend de 0 à 255 où 0 correspond au noir et 255 au blanc. La plage des tons de gris pour détecter les pores est déterminée en augmentant la limite supérieure du ton de gris jusqu'à ce que tous les pores soient détectés. Pour ce travail, la plage délimitant les pores est: 0-50. Cet ajustement est effectué, une fois pour toutes, dans le programme utilisé.

Le dernier paramètre est le nombre d'image à analyser par échantillon. La dimension d'un petit échantillon (1 cm × 3 cm), qui est celui de la position verticale 3 cm du moule froid, correspond sur le microscope, avec un grossissement de 50x à 6×16 images. On ne mesure pas les images sur le périmètre de l'échantillon

parce que le refroidissement près des parois du moule est différent de celui au centre. On a donc un champs d'images de  $4 \times 14$ , on laisse un degré de liberté de 1 image pour pouvoir sauter une image comprenant un oxyde ou pour se déplacer d'un peu plus d'une image afin de visionner complètement un pore sur une image. Il reste donc 3 rangées de 13 images soit 39 images pour faire la mesure de l'échantillon.

Pour les deux autres échantillons (position verticale 8 cm du moule froid et du moule chaud), la surface des échantillons est plus large et peut représenter de 8 à 10 images en largeur par 16 images en longueur. On ne mesure aussi que 39 images pour ces échantillons, au lieu de 65 ou 91, car le gain de précision obtenu en mesurant plus d'images n'est pas très utile puisque ces mesures et leur précision sont, de toute façon, limitées par celles des petits échantillons de 39 images.

## **CHAPITRE 4**

### **ANALYSE DES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX**

## **CHAPITRE 4**

### **ANALYSE DES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX**

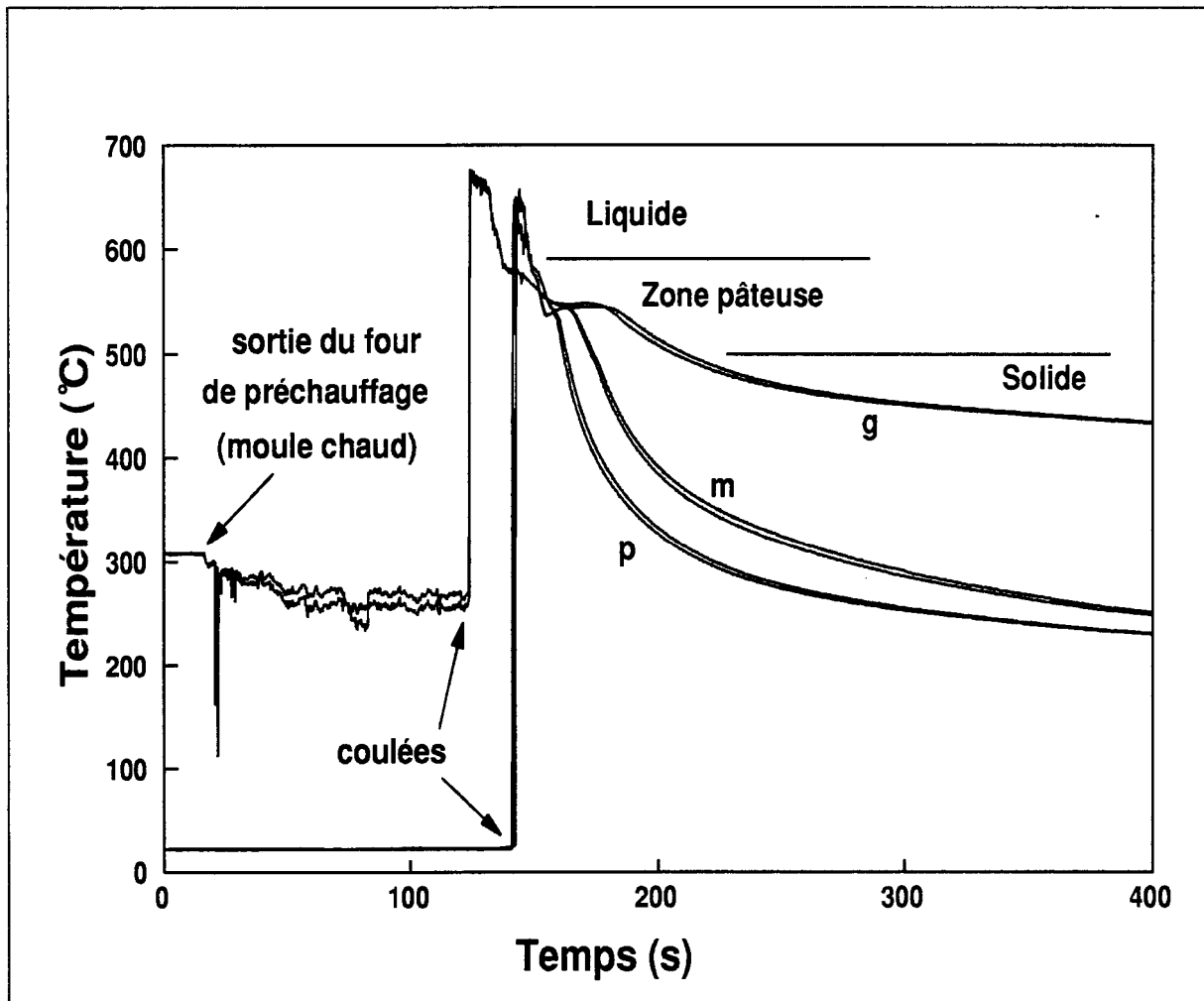
#### **4.1 ÉVALUATION DES CARACTÉRISTIQUES DE SOLIDIFICATION**

##### **4.1.1 Description des courbes de température**

Lorsque les 24 alliages furent coulés, une dernière coulée fut effectuée pour calculer les paramètres thermiques en reproduisant le plus fidèlement possible les conditions de coulée ayant cours pour les coulées précédentes. La composition chimique de l'alliage utilisé équivaut à la valeur moyenne de tous les éléments excepté pour le magnésium (tableau 2, page 40).

Les temps de solidification sont par la suite repérés par les lettres p, m et g pour les temps de solidification court, moyen et long respectivement.

Les courbes de température obtenues sont illustrées à la figure 35 où l'on peut aussi voir le déroulement de la coulée. Le moule chaud est d'abord préchauffé à 310°C environ puis sorti du four de préchauffage. Le temps de sortir le creuset du four et de se préparer à couler fait perdre quelques degrés au moule qui se rapproche ainsi de 300°C. On commence par remplir le moule chaud et ensuite le moule froid se trouvant déjà à 25°C environ.



**Figure 35** Courbes thermiques globales des trois cas de solidification.

Les courbes représentent le refroidissement subit par chacun des trois échantillons. Elles sont reproduites distinctement et en détail aux figures 36, 37 et 38. Sur ces courbes, on peut identifier les liquidus et solidus. Le liquidus est l'endroit, sur le front de solidification, où les premiers germes solides se forment (c'est le début de la zone pâteuse) et se trouve graphiquement en repérant le premier redressement de la courbe thermique qui correspond aussi à une certaine stabilisation de la température. Le solidus est l'endroit, dans le front de solidification,

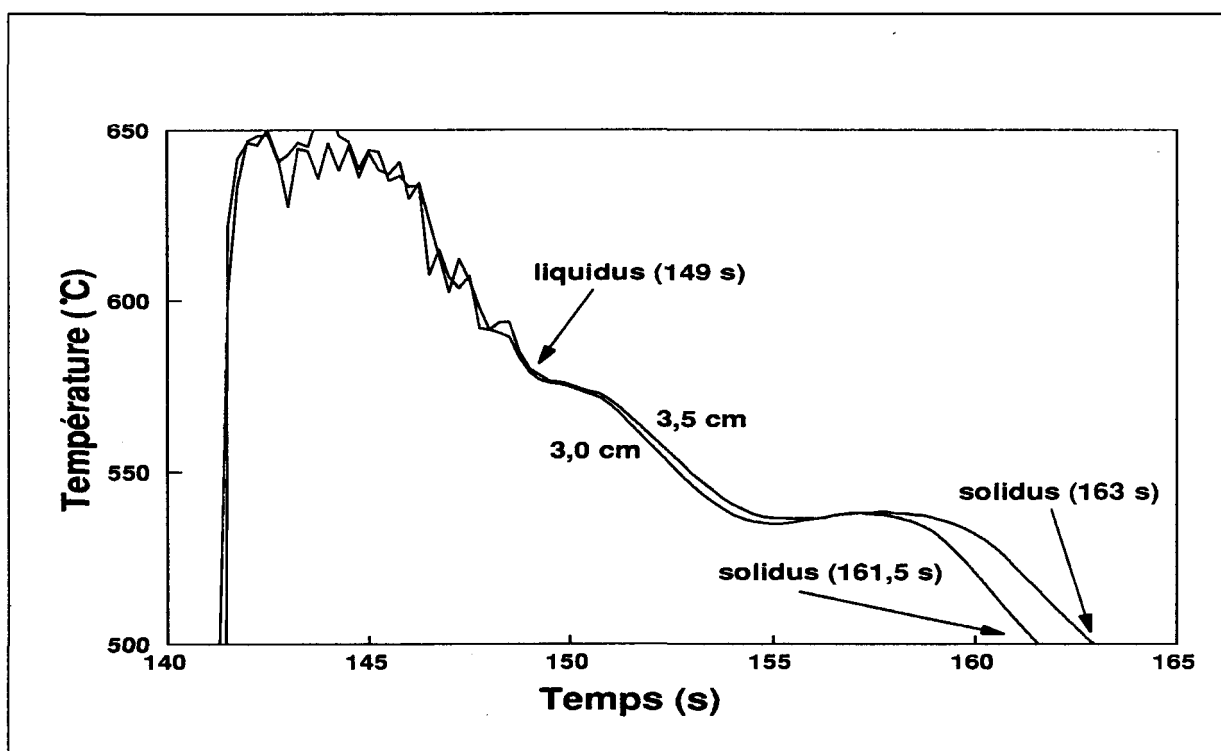


Figure 36 Courbes thermiques de l'échantillon p.

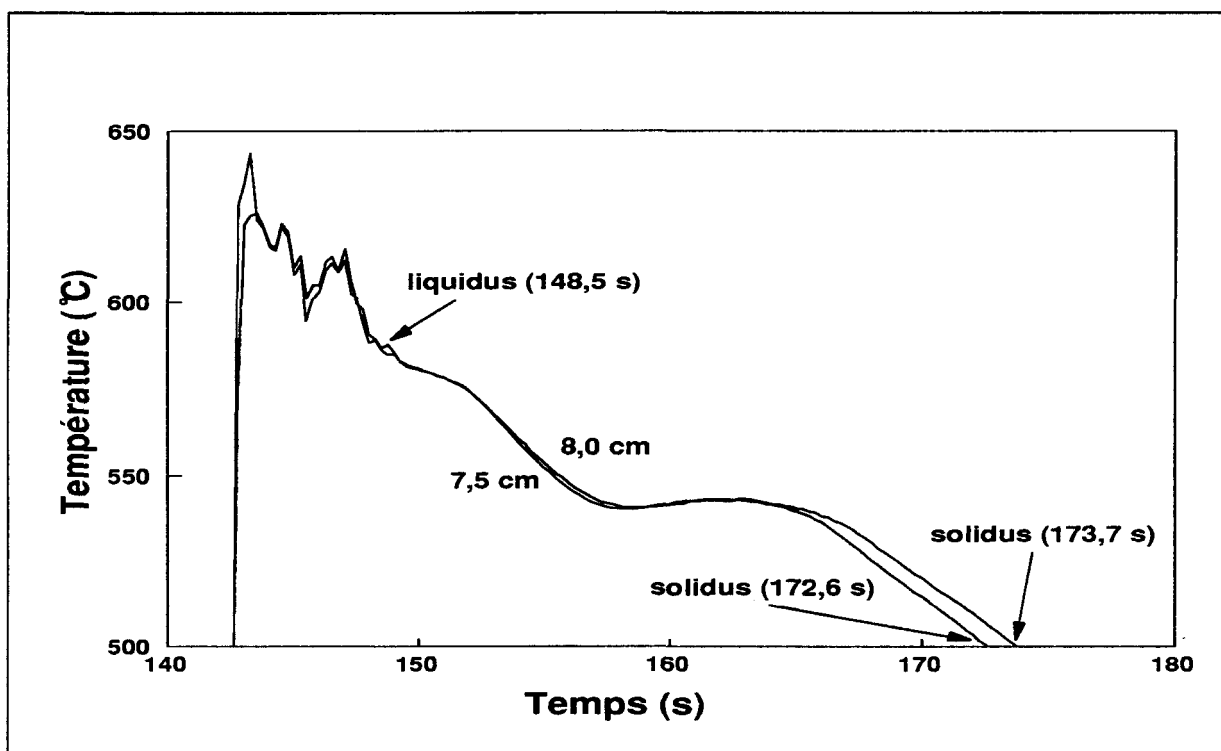
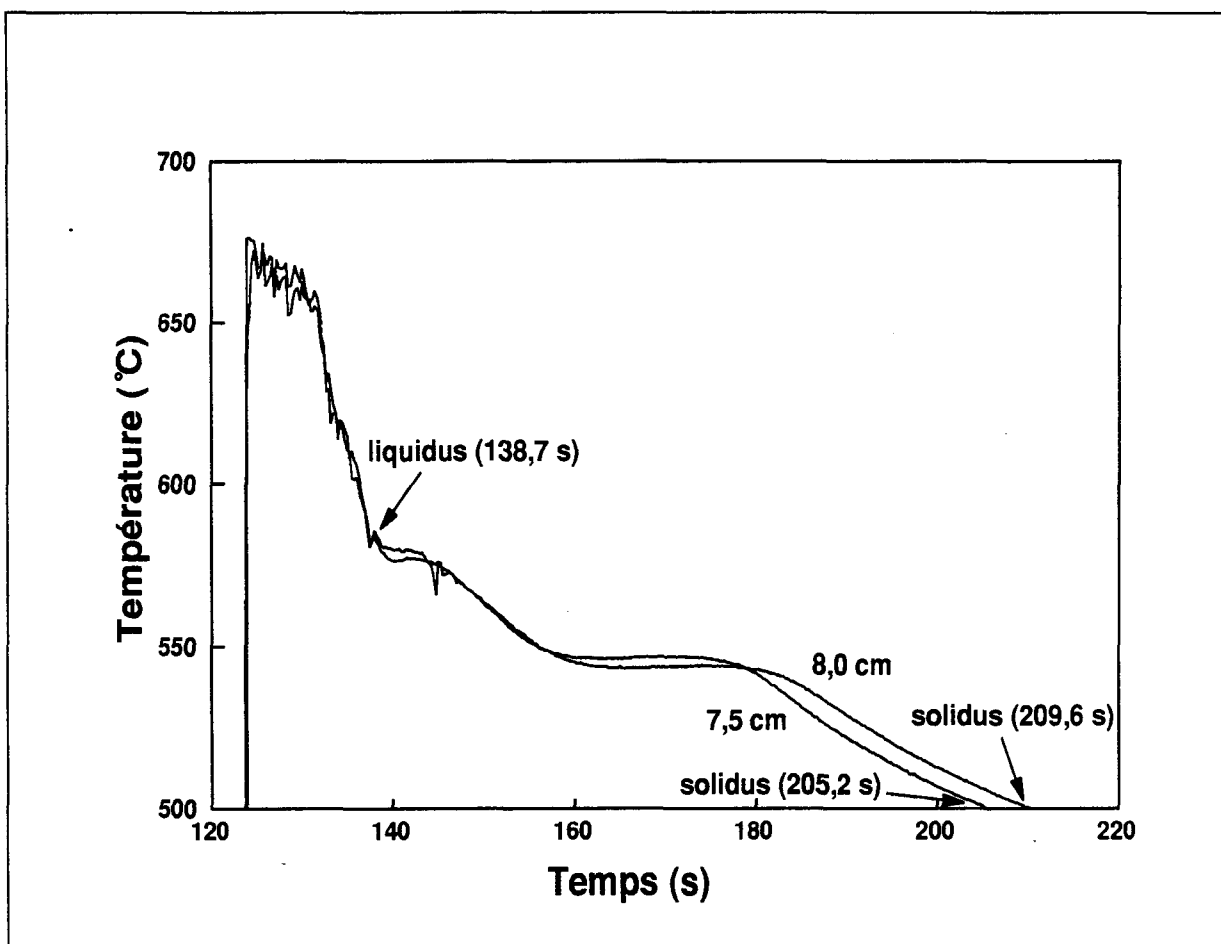


Figure 37 Courbes thermiques de l'échantillon m.



**Figure 38** Courbes thermiques de l'échantillon g.

où se solidifient les dernières quantités de liquide (c'est la fin de la zone pâteuse).

Il est beaucoup plus difficile à situer graphiquement et il fut donc décidé de le fixer à la température de 500°C.

#### 4.1.2 Analyse des résultats de solidification

Le temps de solidification se calcule en soustrayant le temps de passage du liquidus à celui du solidus. Pour trouver la vitesse de solidification, il faut d'autres courbes de température se trouvant à proximité de l'échantillon soit 5 mm pour les cas en question (figures 36, 37 et 38). On trouve le solidus sur ces courbes et on divise la distance les séparant (5 mm) par l'intervale de temps entre les deux solidus.

À titre informatif, le taux de refroidissement instantané et le gradient thermique instantané ont aussi été calculés pour les trois échantillons (figures 39, 40 et 41).

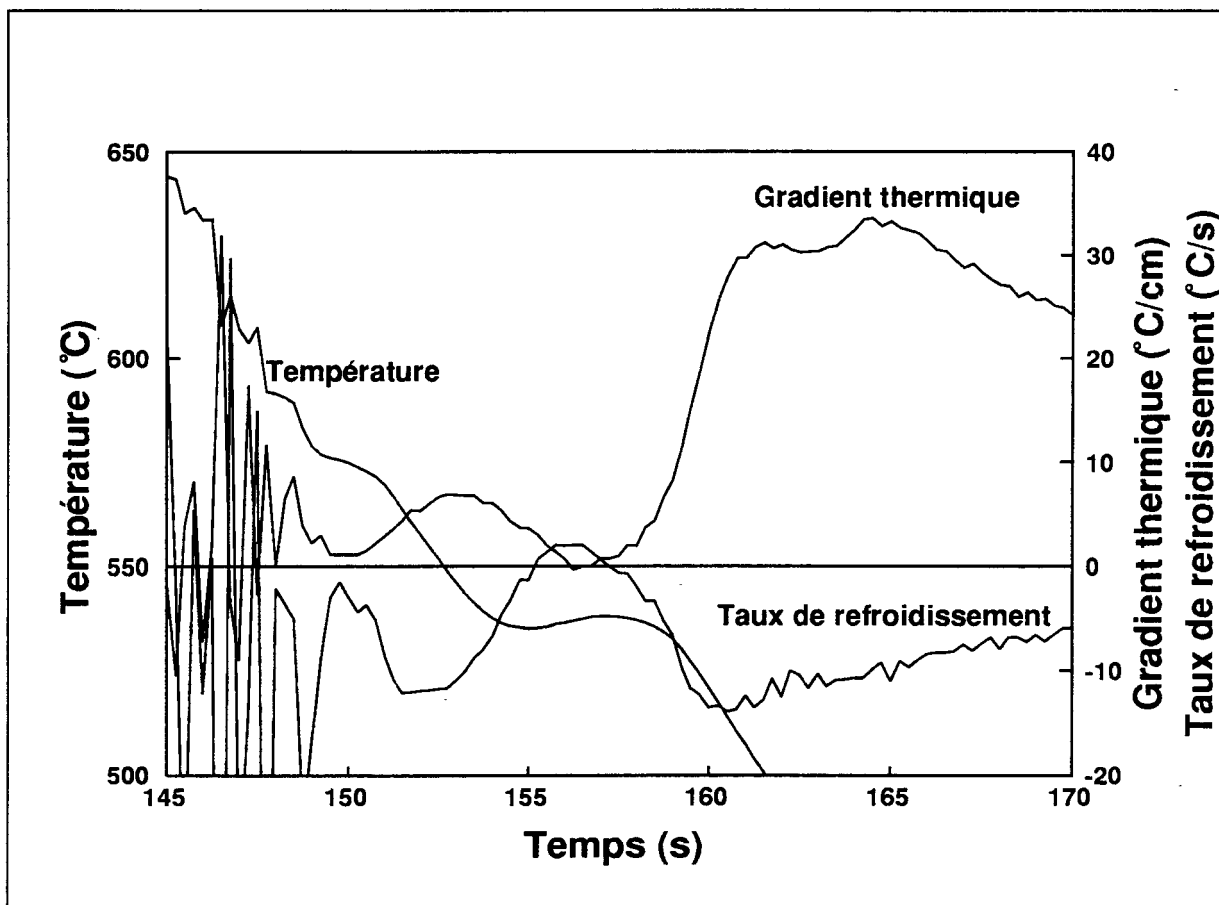


Figure 39 Courbes de refroidissement de l'échantillon p.

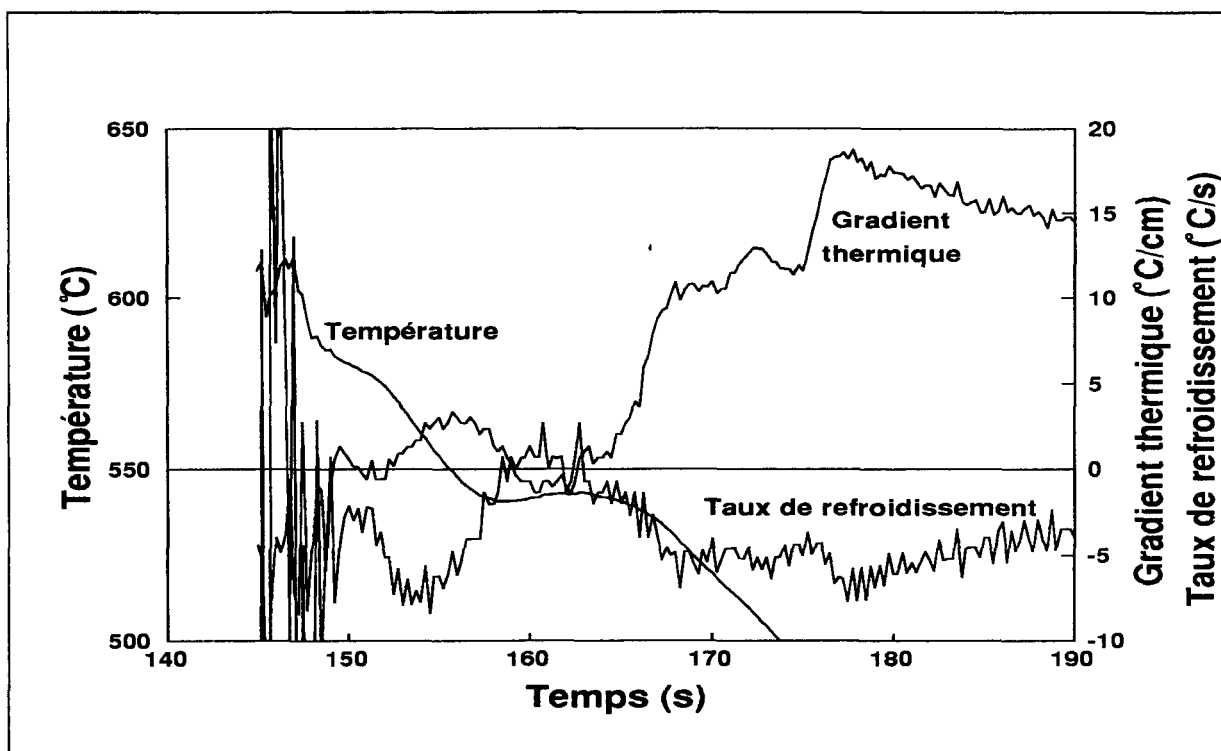


Figure 40 Courbes de refroidissement de l'échantillon m.

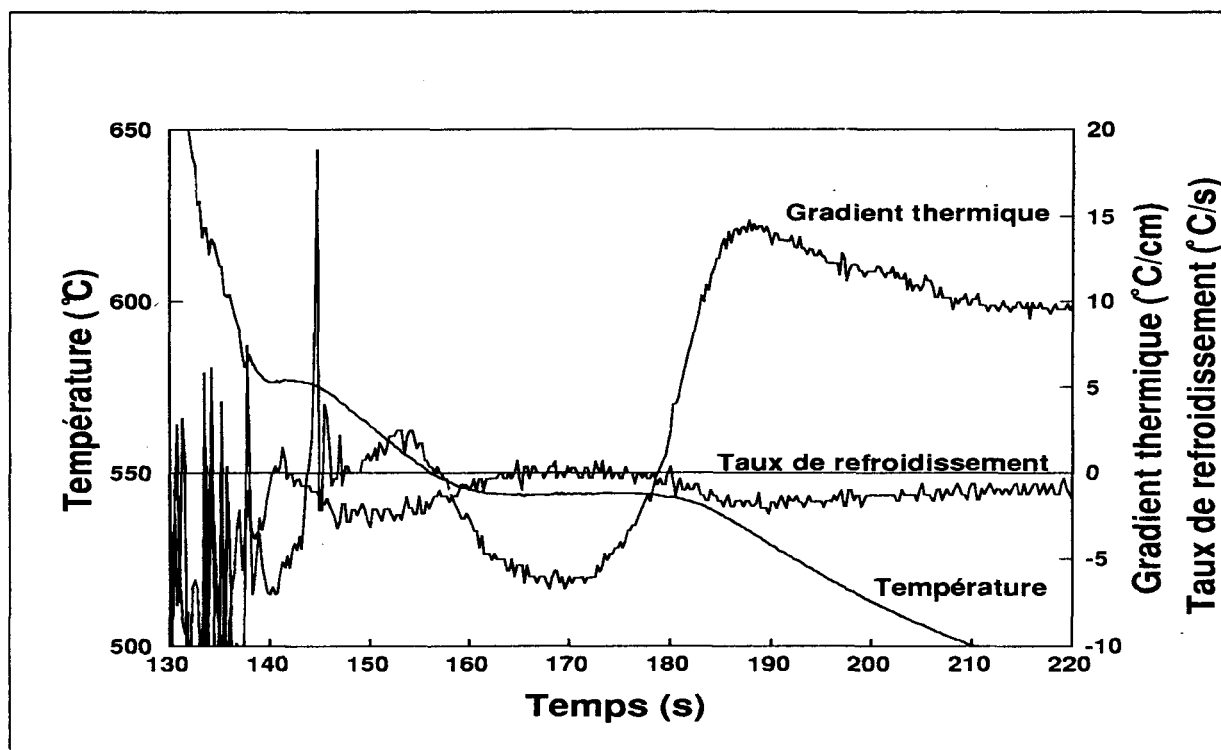


Figure 41 Courbes de refroidissement de l'échantillon g.

Le tableau 8 montre les valeurs des paramètres thermiques calculées pour les trois échantillons.

**Tableau 8** Valeurs des paramètres de thermiques calculées pour les trois échantillons.

Échantillon	Position verticale	Liquidus (seconde)	Solidus (seconde)	Temps de solidification	Vitesse de solidification
p	3,0 cm	149	161,5	12,5 s	0,36 cm/s
	3,5 cm		162,9		
m	8,0 cm	148,5	173,7	25,2 s	0,45 cm/s
	7,5 cm		172,6		
g	8,0 cm	138,7	209,6	70,9 s	0,114 cm/s
	7,5 cm		205,2		

## 4.2 OBSERVATIONS MACROSCOPIQUES

### 4.2.1 Analyse radiographique

Une plaque fut extraite de chacun des lingots pour en faire une analyse radiographique. Cette analyse fut effectuée au Centre de Recherche d'Alcan à Kingston. Les photographies figurent à l'annexe 1. Les observations sont les suivantes:

Numéro d'alliage

Observations

f1p, f1m Distribution moyenne des grains; porosité gazeuse de moyenne à abondante; abondante ségrégation de cuivre.

- f1g Distribution moyenne des grains; porosité gazeuse abondante; moyenne à abondante ségrégation de cuivre.
- f2p, f2m Distribution moyenne des grains; porosité gazeuse moyenne; moyenne à abondante ségrégation de cuivre.
- f2g Distribution moyenne des grains; porosité gazeuse de moyenne à abondante; moyenne à abondante ségrégation de cuivre.
- f3p, f3m Distribution fine des grains; porosité gazeuse de légère à moyenne; abondante ségrégation.
- f3g Distribution de fine à moyenne des grains; porosité gazeuse de légère à moyenne près de la moitié supérieure; moyenne à abondante ségrégation.
- f4p, f4m Distribution de fine à moyenne des grains; porosité abondante, distribution moyenne de cavités de gaz; moyenne à abondante ségrégation.
- f4g Distribution de fine à moyenne des grains; porosité gazeuse abondante dans la moitié supérieure; moyenne ségrégation.
- f5p, f5m Distribution fine des grains; porosité moyenne dispersée; abondante ségrégation.
- f5g Distribution moyenne des grains; porosité moyenne dispersée; abondante ségrégation dispersée.
- f6p, f6m Distribution de fine à moyenne des grains; porosité abondante; abondante ségrégation.
- f6g Distribution de fine à moyenne des grains; porosité abondante; moyenne à abondante ségrégation.
- f7p, f7m Distribution de fine à moyenne des grains; porosité gazeuse de moyenne à abondante dans la moitié supérieure; moyenne à abondante ségrégation.
- f7g Distribution moyenne des grains; porosité moyenne dans la moitié supérieure; moyenne ségrégation.
- f8p, f8m Distribution fine des grains; porosité de moyenne à abondante et cavités de gaz; abondante ségrégation.

- f8g Distribution moyenne des grains; porosité de moyenne à abondante dans la moitié supérieure; moyenne à abondante ségrégation.
- h1p, h1m Distribution fine des grains; porosité très légère; très grossière ségrégation.
- h1g Distribution fine des grains; porosité très légère; très grossière ségrégation.
- h2p, h2m Distribution très fine des grains; porosité abondante et cavités de gaz; légère ségrégation.
- h2g Distribution très fine des grains; porosité très abondante; légère ségrégation.
- h3p, h3m Distribution très fine des grains; porosité très abondante et cavités de gaz; moyenne à abondante ségrégation.
- h3g Distribution très fine des grains; porosité très abondante; légère ségrégation.
- h4p, h4m Distribution fine des grains; porosité très légère; abondante ségrégation.
- h4g Distribution fine des grains; porosité très légère; abondante ségrégation bien dispersée.
- h5p, h5m Distribution fine des grains; porosité abondante et cavités de gaz; légère à moyenne ségrégation.
- h5g Distribution fine des grains; porosité abondante; légère ségrégation.
- h6p, h6m Distribution moyenne des grains; porosité légère, quantité moyenne de cavités de gaz; abondante ségrégation.
- h6g Distribution moyenne des grains; porosité très légère; moyenne à abondante ségrégation.
- h7p, h7m Distribution fine des grains; porosité très légère; quelques inclusions denses; abondante ségrégation.
- h7g Distribution fine des grains; porosité très légère; moyenne à abondante quantité d'inclusions denses; moyenne à abondante ségrégation dispersée.

- h8p, h8m Distribution fine des grains; porosité gazeuse très abondante et cavités de gaz; abondante ségrégation.
- h8g Distribution fine des grains; porosité abondante; moyenne à abondante ségrégation.
- s1p, s1m Distribution moyenne à grossière des grains; porosité gazeuse de moyenne à abondante; légère à moyenne ségrégation de cuivre.
- s1g Distribution grossière des grains; abondante, grossière porosité gazeuse.
- s2p, s2m Distribution fine des grains; moyenne à abondante porosité gazeuse; abondante ségrégation de cuivre.
- s2g Distribution fine des grains; grossière porosité gazeuse; abondante ségrégation de cuivre.
- s3p, s3m Distribution grossière des grains; porosité gazeuse légère; très abondante ségrégation de cuivre.
- s3g Distribution grossière des grains; porosité gazeuse légère; très abondante ségrégation de cuivre.
- s4p, s4m Distribution fine des grains; porosité gazeuse moyenne; légère à moyenne ségrégation de cuivre.
- s4g Distribution fine des grains; porosité gazeuse abondante; légère à moyenne ségrégation de cuivre.
- s5p, s5m Distribution fine des grains; porosité de moyenne à abondante près de la partie supérieure; abondante ségrégation.
- s5g Distribution fine des grains; porosité dispersée de moyenne à abondante; abondante ségrégation.
- s6p, s6m Distribution moyenne des grains; porosité abondante et cavités de gaz au centre; légère ségrégation dispersée.
- s6g Distribution de moyenne à abondante des grains; porosité abondante et grossière dans la moitié supérieure; légère ségrégation dispersée.
- s7p, s7m Distribution moyenne des grains; porosité moyenne avec cavités de gaz au centre; moyenne à abondante ségrégation.

- s7g Distribution de moyenne à abondante des grains; porosité abondante dans la moitié supérieure; moyenne ségrégation au centre.
- s8p, s8m Distribution moyenne des grains; moyenne à abondante quantité de cavités de gaz; moyenne à abondante ségrégation.
- s8g Distribution abondante des grains; porosité légère à moyenne dans la moitié supérieure; moyenne ségrégation.

Ces observations seront quantifiées dans l'analyse d'image.

#### 4.2.2 Analyse métallographique

Les photos des échantillons les plus typiques sont présentées avec un grossissement de 37x. Un refroidissement lent (échantillon g) et un rapide (échantillon p) sont illustrés pour chaque échantillon.

Un refroidissement lent augmente l'espace interdendritique. La figure 42 montre l'effet de l'addition d'hydrogène qui augmente la porosité peu importe le refroidissement. La figure 43 montre l'effet de l'affinage du grain. Il ne semble pas affecter la porosité. On peut remarquer que les dendrites semblent moins alignées avec l'affinage du grain. Finalement, la figure 44 montre l'effet de l'addition de strontium. Il ne semble pas affecter la porosité. On remarque que la phase de silicium est mince et subulée, ayant la forme d'aiguilles lorsque l'alliage n'est pas modifié.

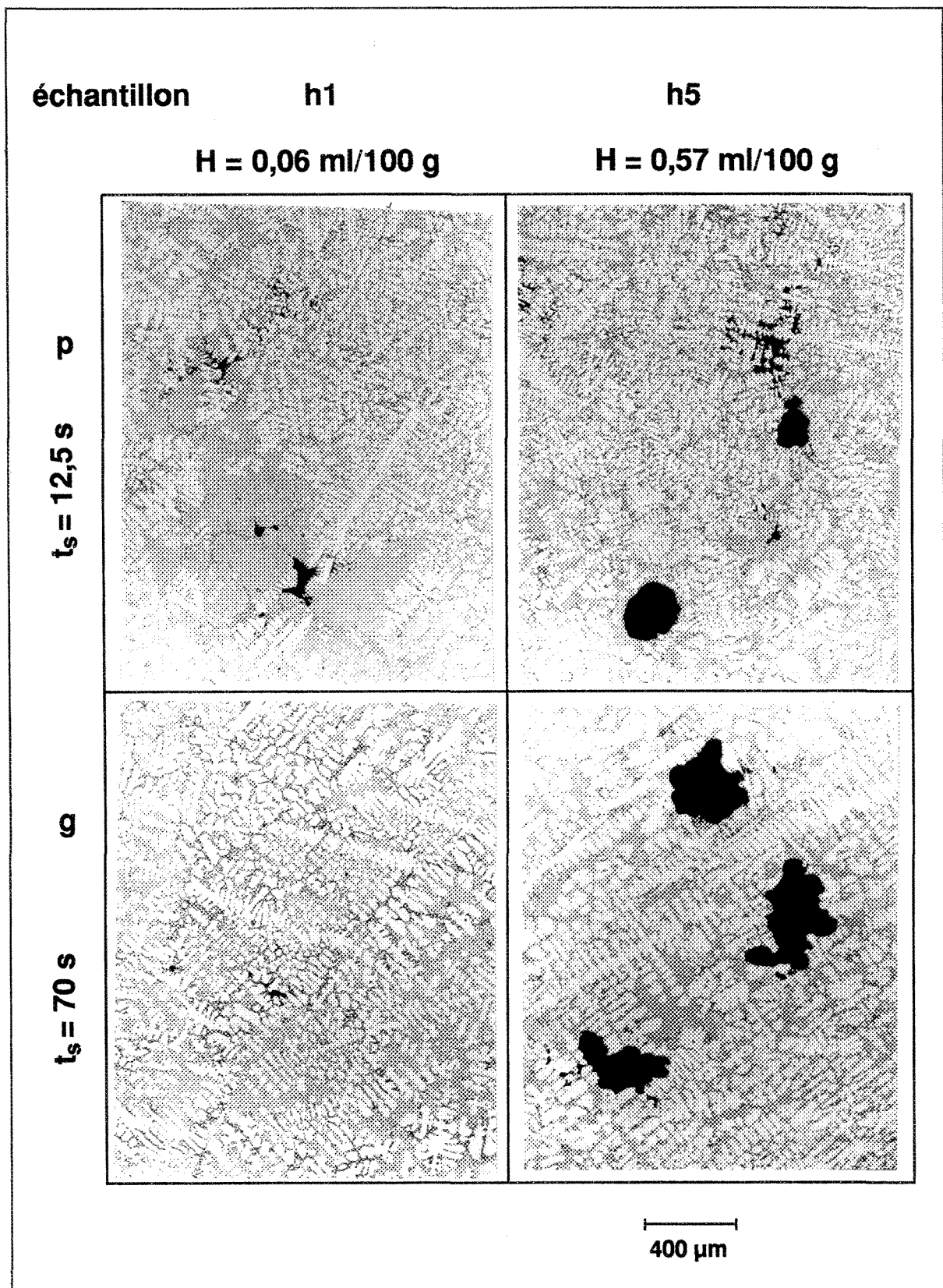
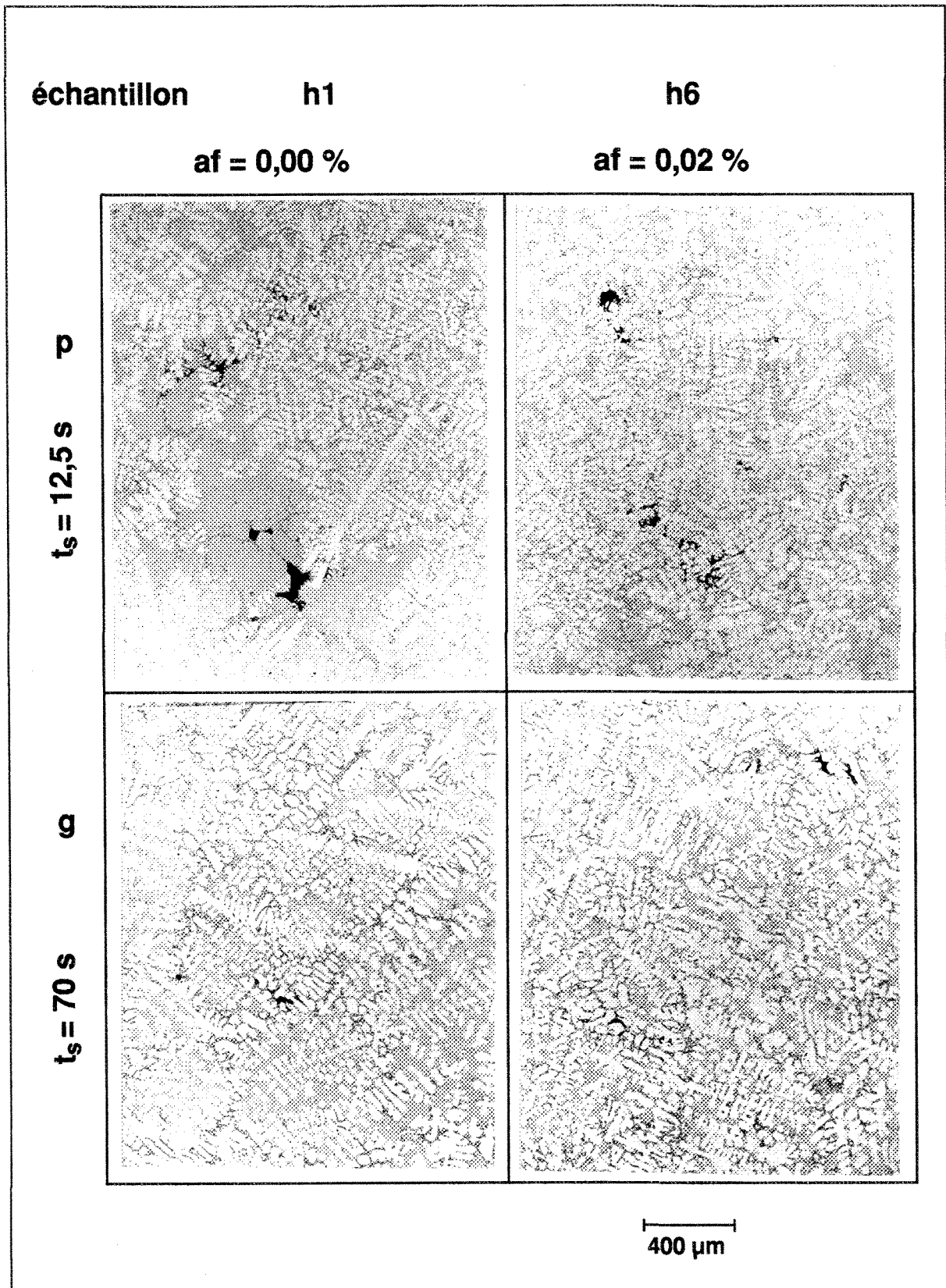


Figure 42 Effet de l'addition d'hydrogène.



**Figure 43** Effet de l'affinage du grain.

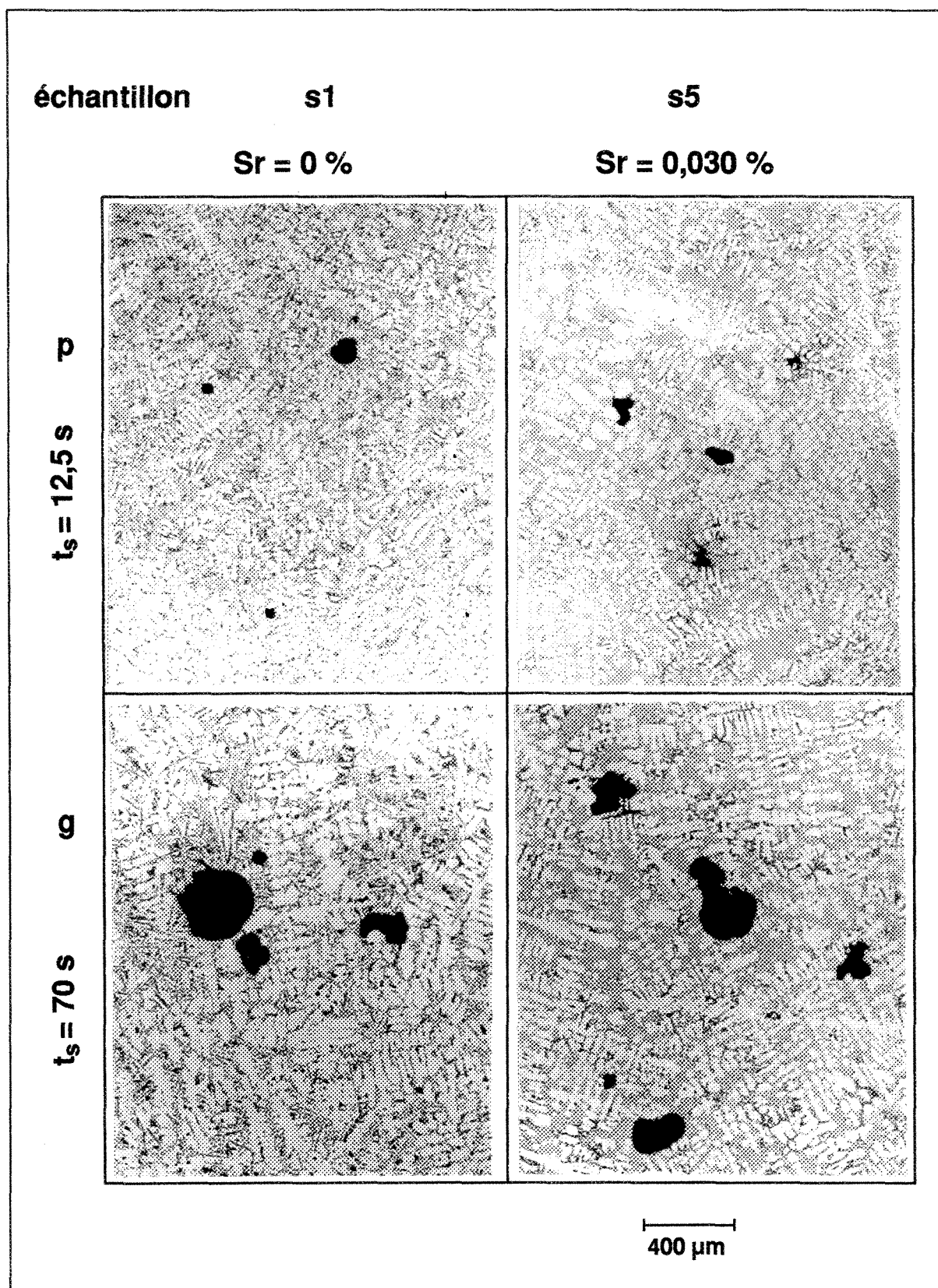


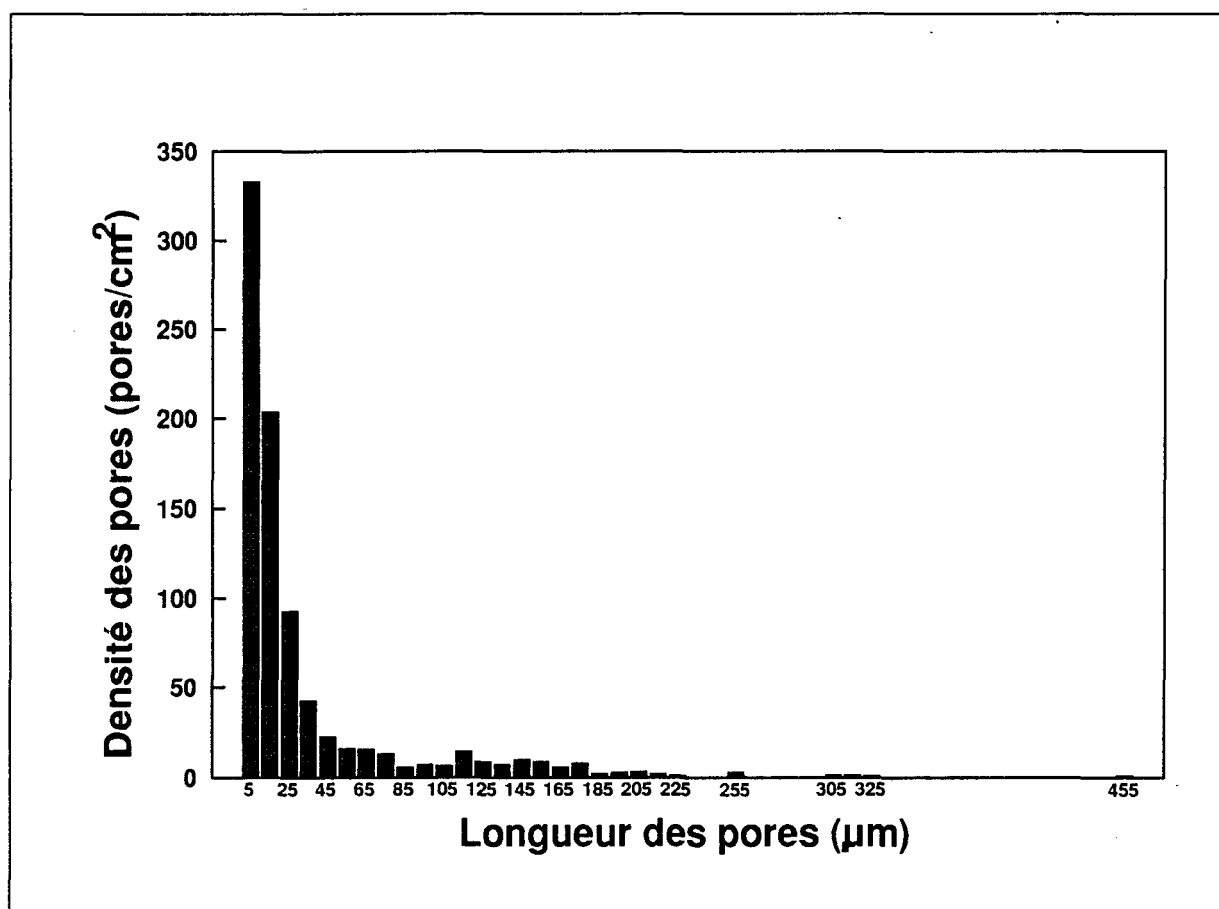
Figure 44 Effet de l'addition de strontium.

### 4.3 ANALYSE DE LA POROSITÉ

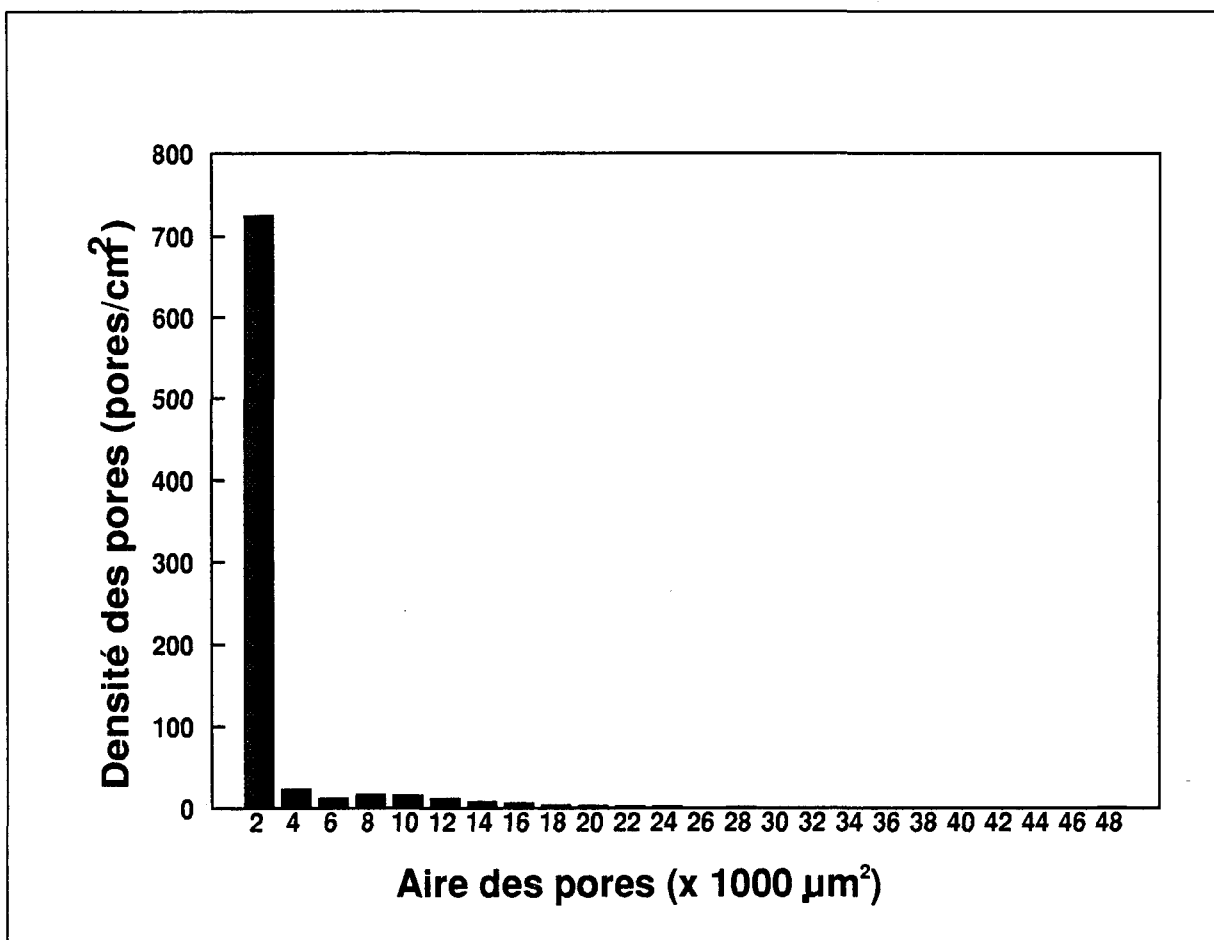
#### 4.3.1 Distribution de la taille des pores

Pour déterminer les paramètres d'observation décrivant bien les pores, il faut mettre en évidence la distribution statistique qui représente le mieux possible le graphe obtenu en mesurant les pores de l'échantillon. On remarque que la distribution des pores est semblable pour tous les échantillons.

Avec un échantillon donné, la distribution de la longueur et de l'aire des pores en fonction de la densité des pores (figure 45 et 46) est séparable en deux parties:



**Figure 45** Distribution de la densité des pores en fonction de leur longueur.



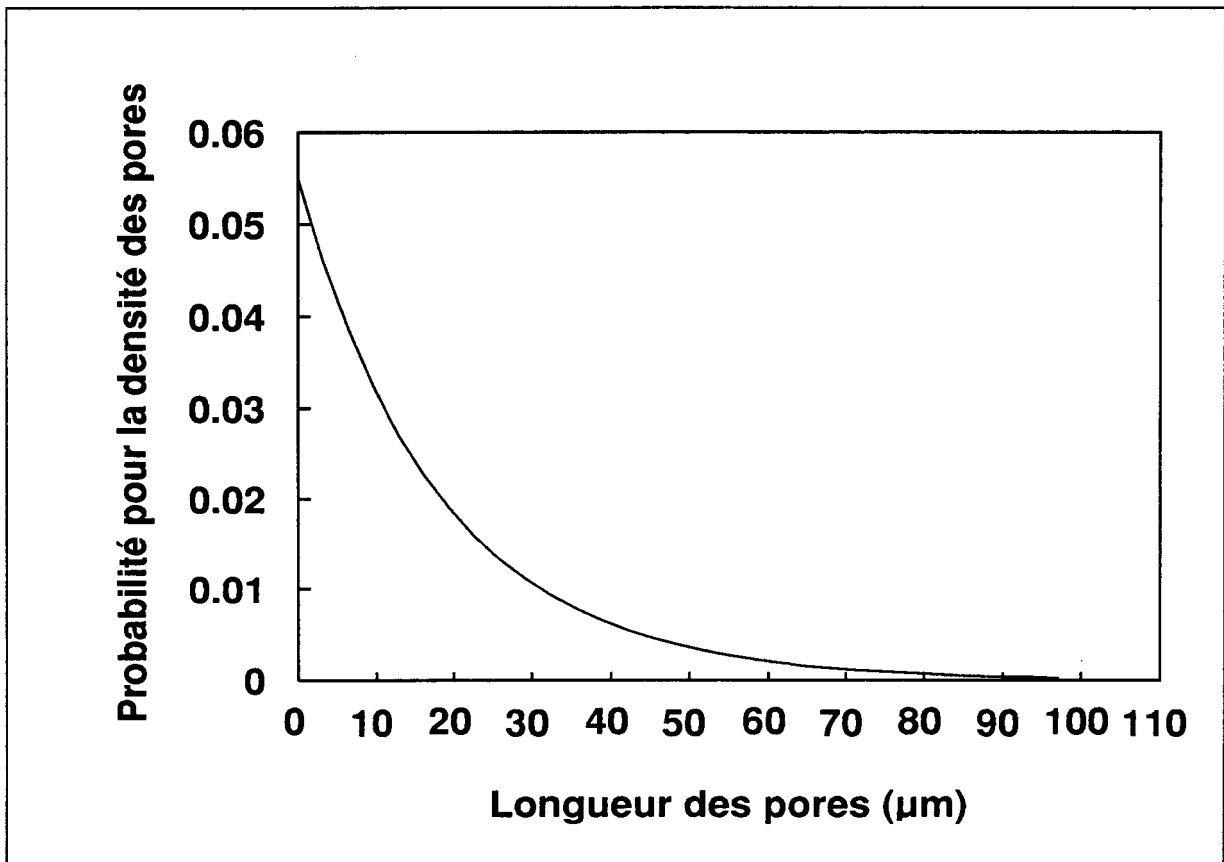
**Figure 46** Distribution de la densité des pores en fonction de leur aire.

une partie regroupant les petits pores ayant une distribution exponentielle; et une seconde partie regroupant les autres pores plus gros ayant une distribution irrégulière. Étant donné que la longueur et l'aire des pores ont un type de distribution semblable, le raisonnement effectué pour la longueur sera applicable pour l'aire.

#### 4.3.2 La distribution exponentielle des petits pores

Un exemple de distribution exponentielle est montré à la figure 47:

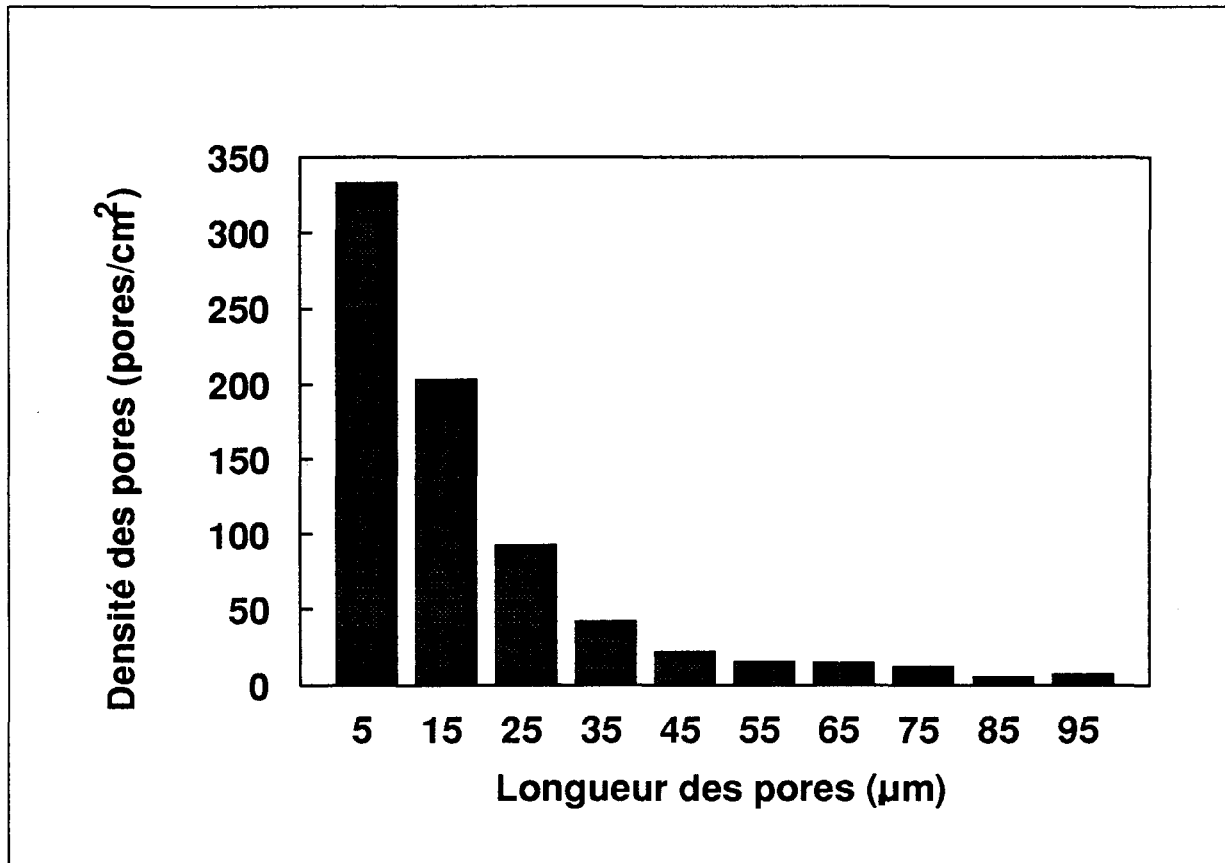
$$f(l) = \theta e^{-\theta l} \quad \text{avec} \quad \mu = \sigma = \frac{1}{\theta} \quad (16)$$



**Figure 47** Probabilité théorique de la densité en fonction de la longueur des pores.

Pour caractériser cette distribution, on cherchera donc la valeur moyenne  $\mu$ , la valeur limite de la distribution et, enfin, la densité des pores distribuée exponentiellement. On va détailler ci-après la méthode de calcul de ces paramètres en prenant l'exemple de la longueur des pores (la même démarche s'applique à l'aire des pores).

Pour la fonction de probabilité d'une distribution exponentielle, la moyenne  $\mu$  est égale à l'écart-type  $\sigma$ . Donc, la longueur limite séparant la partie exponentielle et la partie restante est déterminée en calculant, pour différentes longueurs  $l$ , la moyenne  $\mu$  et l'écart-type  $\sigma$  de tous les pores ayant une longueur comprise entre 0 et  $l$ . La longueur limite  $l_{lim}$  est trouvée lorsque  $\mu$  et  $\sigma$  sont égaux (figure 48).



**Figure 48** Partie exponentielle de la distribution expérimentale de la densité des pores.

En ce qui concerne la densité, on opère de la façon suivante. Pour calculer la fraction de tous les pores se trouvant entre  $l_1$  et  $l_2$  avec cette fonction, on intègre: (17)

$$F(l_1, l_2) = \int_{l_1}^{l_2} \theta e^{-\theta l} dl$$

On veut le nombre de pores par centimètre carré, on multiplie donc la fonction

$$F(l_1, l_2) = -e^{-\theta l} \Big|_{l_1}^{l_2} = -e^{-\theta l_2} + e^{-\theta l_1} \quad \text{et} \quad F(0, l_{\text{lim}}) \approx 1 \quad (18)$$

de probabilité  $f(l)$  par la densité des pores  $d_{\text{exp}}$  (en pores/cm<sup>2</sup>) compris dans la partie exponentielle (figure 49):

$$f(l) = \frac{d_{\text{exp}}}{\mu} e^{-\frac{l}{\mu}} \quad (19)$$

et le nombre de pores par centimètre carré ayant une longueur se trouvant entre  $l_1$  et  $l_2$  est:

$$F(l_1, l_2) = -d_{\text{exp}} e^{-\frac{l}{\mu}} \Big|_{l_1}^{l_2} = -d_{\text{exp}} e^{-\frac{l_2}{\mu}} + d_{\text{exp}} e^{-\frac{l_1}{\mu}} \quad (20)$$

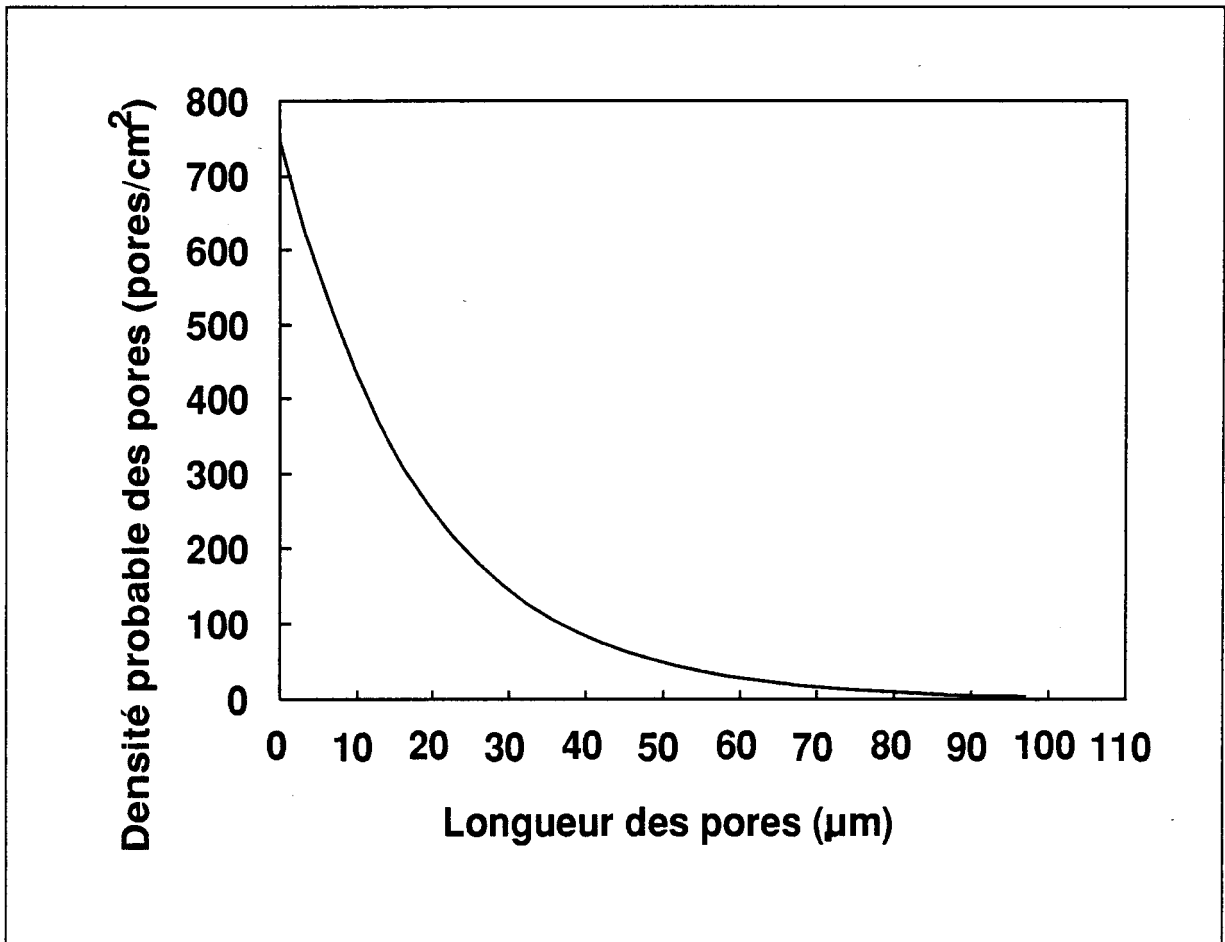
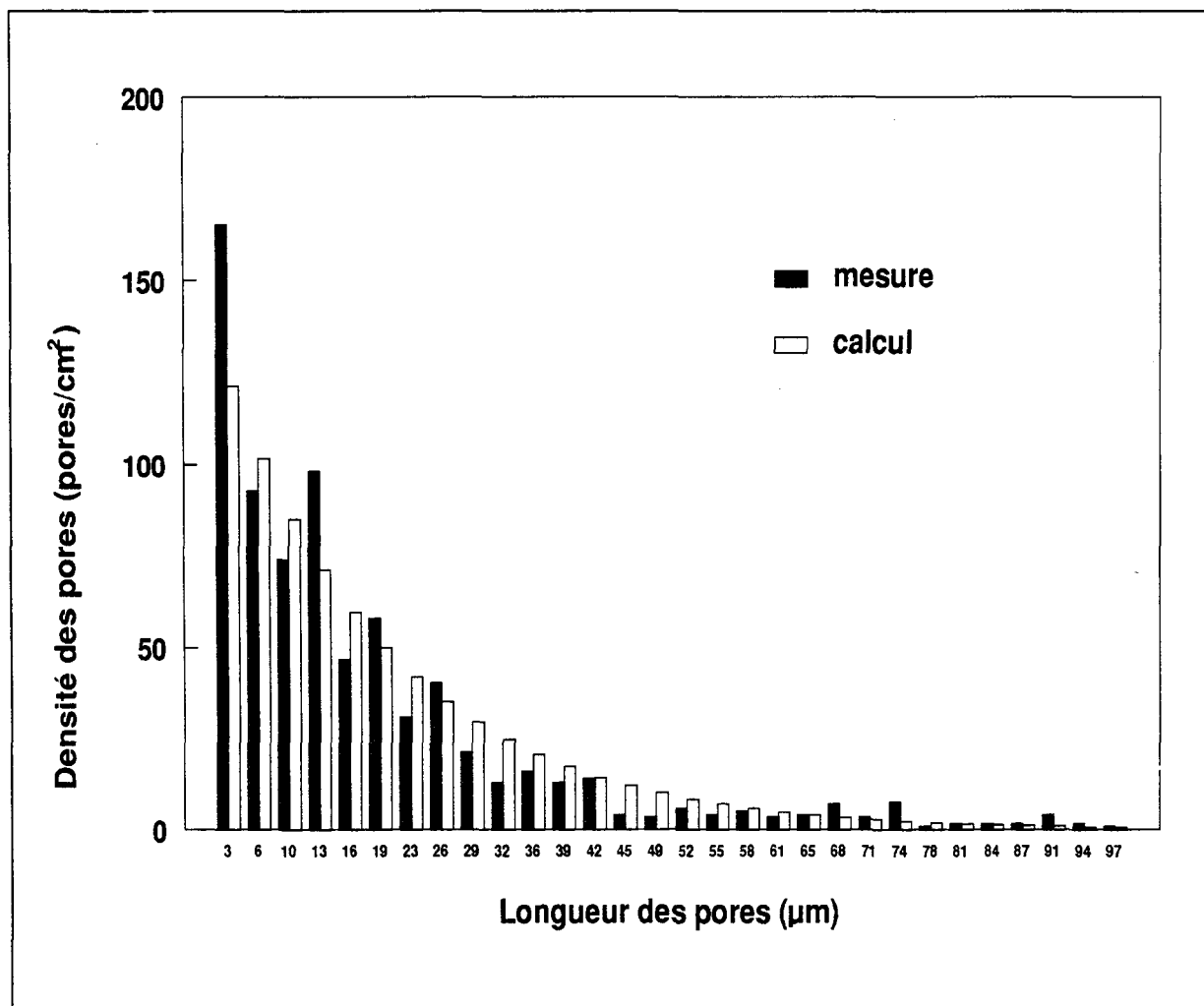


Figure 49 Densité probable calculée en fonction de la longueur des pores.

La distribution de la partie exponentielle de la densité mesurée et calculée en fonction de la longueur des pores est montrée à la figure 50.



**Figure 50** Partie exponentielle de la distribution de la densité mesurée et calculée en fonction de la longueur des pores.

#### 4.3.3 La distribution irrégulière des gros pores

Le reste des pores étant plus longs que la longueur limite de la partie exponentielle ne semblent pas être distribués selon une loi connue (figure 51). On utilise donc la loi uniforme pour décrire cette distribution.

Avec la loi uniforme, la fonction de probabilité pour  $l_{lim} \leq l \leq l_{max}$  est égale à une constante:

$$f(l) = \frac{1}{l_{max} - l_{lim}} \quad (21)$$

où  $l_{max}$  : la longueur maximale des pores

$l_{lim}$  : la longueur limite séparant la partie exponentielle de celle irrégulière

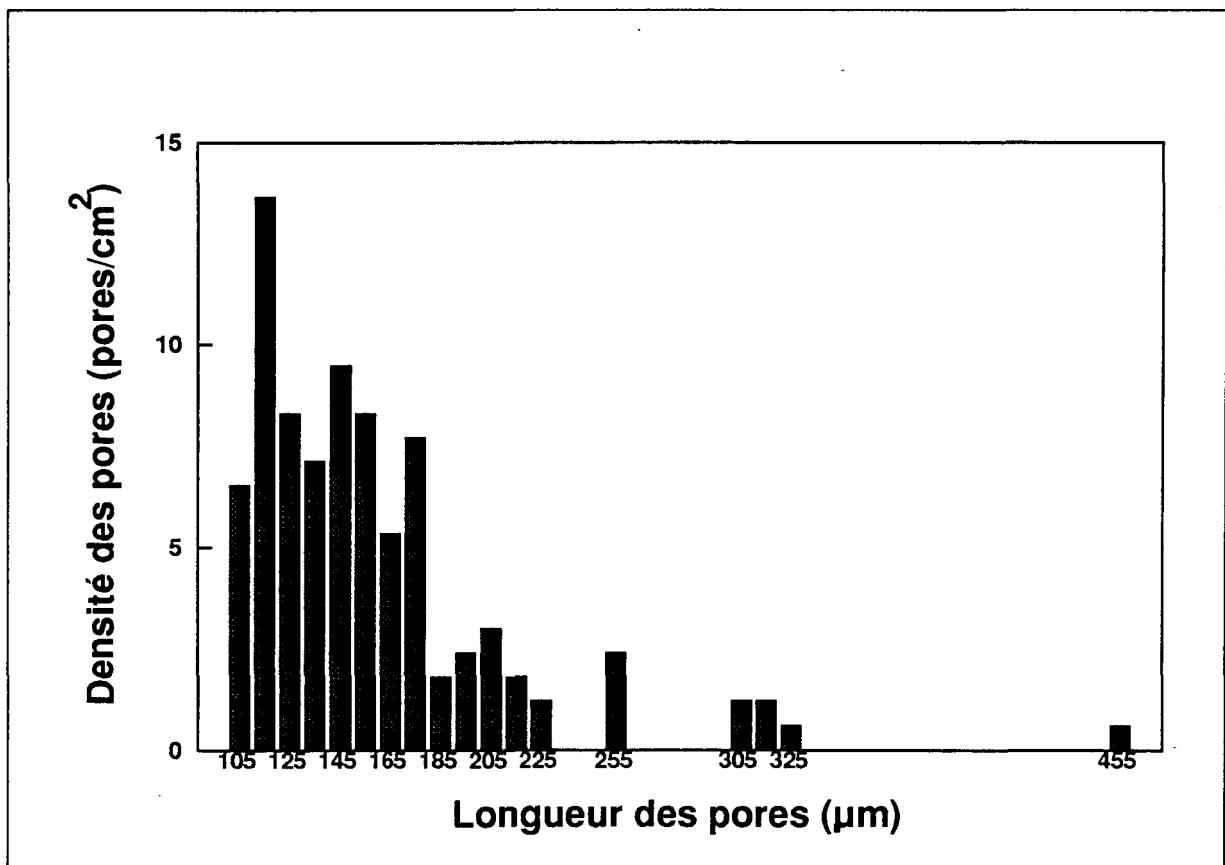


Figure 51 Distribution expérimentale de la densité des gros pores.

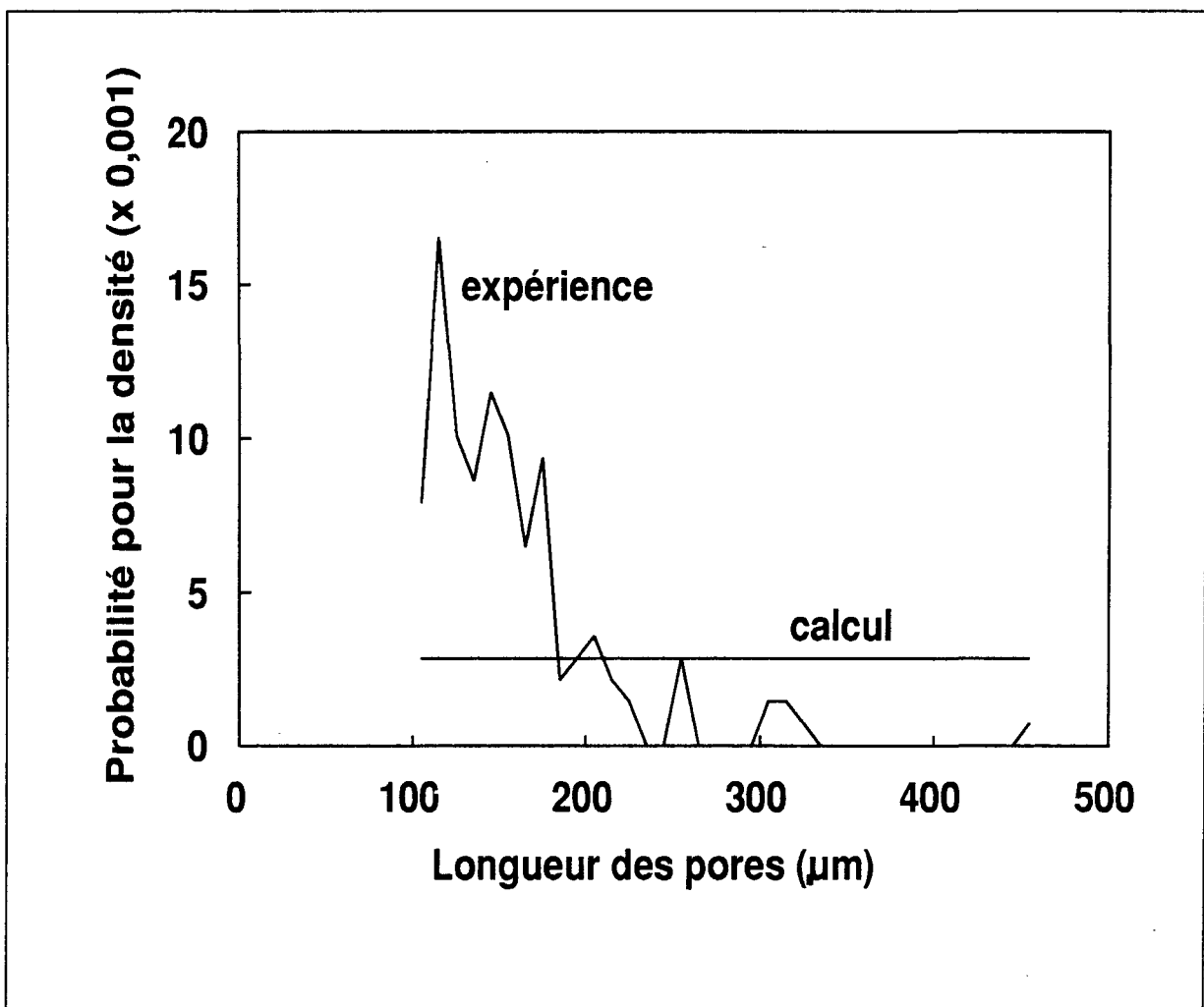
En réalité,  $f(l)$  n'est pas constant pour tout  $l$  entre  $l_{lim}$  et  $l_{max}$  (figure 52). Il est calculé comme suit:

$$f(l) = \frac{d_{cla}}{lc \times d_{irr}} \quad (22)$$

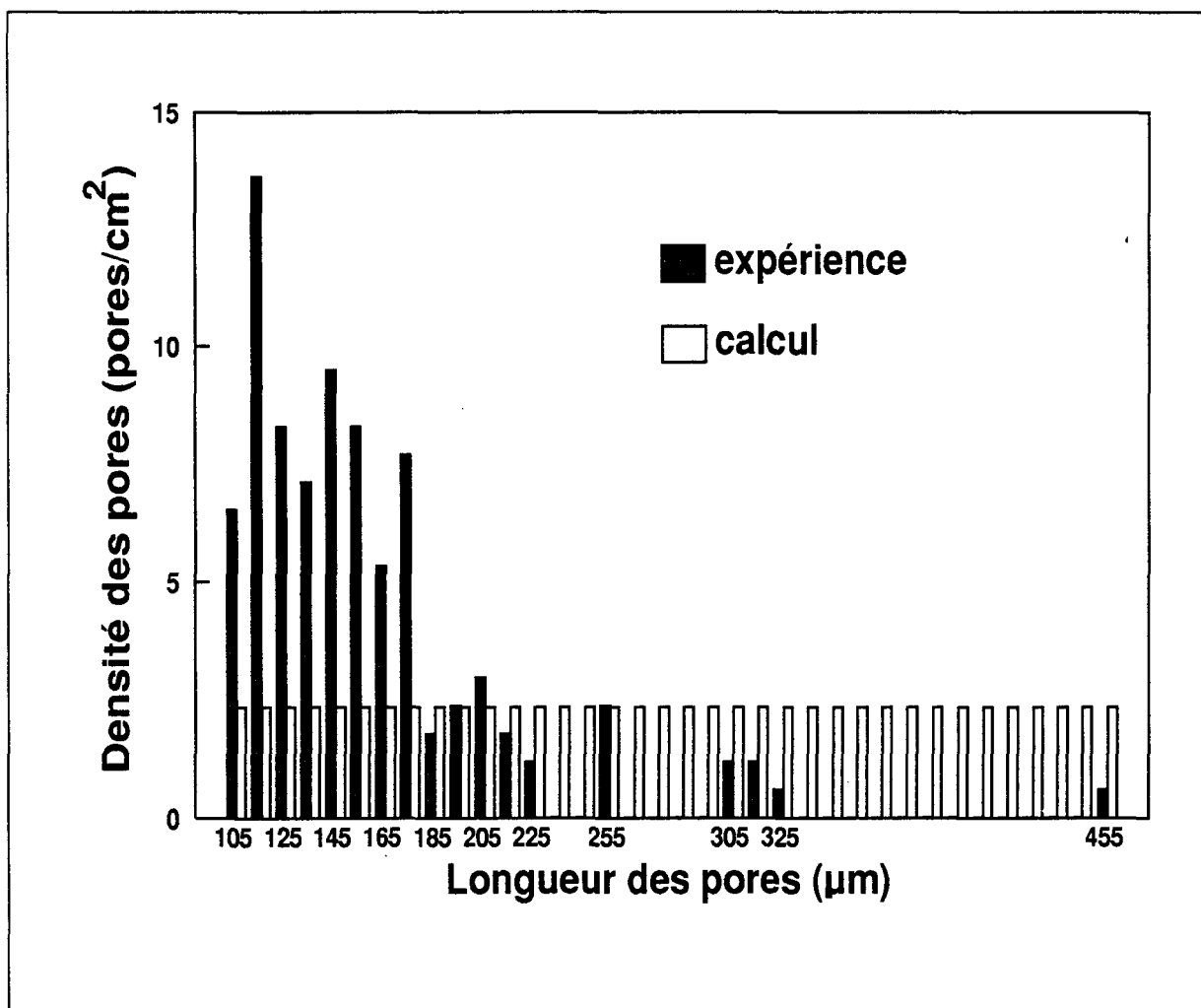
où  $d_{cla}$  : la densité d'une classe

$lc$  : la largeur de la classe

$d_{irr}$  : la densité totale de la partie irrégulière



**Figure 52** Probabilité mesurée et calculée pour la densité des pores en fonction de leur longueur.



**Figure 54** Distribution irrégulière des densités mesurée et calculée en fonction de la longueur des pores.

On voit que les valeurs calculées ne correspondent pas fidèlement à celles expérimentales, cependant il n'y a pas grand intérêt en pratique à connaître avec précision cette distribution car c'est surtout la valeur maximale et dans une moindre importance la densité moyenne de ces gros pores qui influent sur les propriétés mécaniques de la pièce coulée.

#### 4.3.4 Précision des mesures

Pour évaluer la précision des mesures avec l'analyseur d'image, le même échantillon (s2p) a été mesuré 8 fois . Les résultats sont inscrits dans le tableau 9.

**Tableau 9** Résultats de 8 mesures pour l'échantillon s2p.

No de la mesure	1	2	3	4	5	6	7	8
Tous les pores								
Porosité surfacique (%)	0,38	0,35	0,34	0,34	0,34	0,32	0,33	0,33
Partie exponentielle de la longueur des petits pores								
Densité (pores/cm <sup>2</sup> )	272	250	282	236	240	259	245	196
Longueur limite (μm)	106	87	77	84	93	87	87	87
Longueur moyenne (μm)	25,2	21,3	16,8	21,4	23,2	21,6	21,1	21,6
Écart-type	25,	21,1	17,0	21,5	23,3	21,6	21,3	21,5
Partie irrégulière de la longueur des gros pores								
Densité (pores/cm <sup>2</sup> )	29	37	45	37	33	35	36	38
Longueur max. (μm)	196	193	193	193	196	180	193	193
Longueur moyenne (μm)	139	127	119	125	130	126	127	125
Écart-type	24	27	30	27	26	25	26	27
Partie exponentielle de l'aire des petits pores								
Densité (pores/cm <sup>2</sup> )	207	204	232	186	185	208	198	154
Aire limite (μm <sup>2</sup> )	300	300	227	269	289	289	289	300
Aire moyenne (μm <sup>2</sup> )	69	69	49	63	66	66	65	62
Écart-type	68	69	49	63	67	67	66	63
Partie irrégulière de l'aire des gros pores								
Densité (pores/cm <sup>2</sup> )	94	83	94	87	87	86	83	80
Aire maximale (x1000 μm <sup>2</sup> )	20,6	20,3	20,3	19,8	20,2	18,8	20,2	20,3
Aire moyenne (μm <sup>2</sup> )	3842	4002	3505	3765	3771	3512	3852	4025
Écart-type	4294	4198	4116	4085	4146	3632	4235	4241

À partir de ces mesures, on peut calculer la moyenne de chaque paramètre ainsi que l'écart-type qui indique la précision des mesures avec l'analyseur d'image.

Ces résultats sont inscrits au tableau 10.

**Tableau 10** Paramètres statistiques des 8 mesures de l'échantillon s2p.

Paramètres statistique	Moyenne $\mu$	Écart-type $\sigma$	Précision $\sigma/\mu$ en %
Tous les pores			
Porosité surfacique (%)	0,341	0,018	5
Partie exponentielle de la longueur des petits pores			
Densité (pores/cm <sup>2</sup> )	248	24,4	10
Longueur limite (μm)	88	7,8	9
Longueur moyenne (μm)	21,5	2,2	10
Écart-type	21,5	2,2	10
Partie irrégulière de la longueur des gros pores			
Densité (pores/cm <sup>2</sup> )	36	4,3	12
Longueur maximale (μm)	192	4,8	2
Longueur moyenne (μm)	127	5,3	4
Écart-type	26	1,7	6
Partie exponentielle de l'aire des petits pores			
Densité (pores/cm <sup>2</sup> )	197	21	11
Aire limite (μm <sup>2</sup> )	283	23	8
Aire moyenne (μm <sup>2</sup> )	64	6,1	10
Écart-type	64	6,1	10
Partie irrégulière de l'aire des gros pores			
Densité (pores/cm <sup>2</sup> )	87	4,7	5
Aire maximale (x1000 μm <sup>2</sup> )	20	0,5	3
Aire moyenne (μm <sup>2</sup> )	3784	182	5
Écart-type	4118	195	5

On remarque que la précision est approximativement de l'ordre de 10% pour les paramètres de la distribution exponentielle des petits pores. Quant aux gros pores, la précision monte à 5% environ sauf pour la densité de la partie irrégulière de la longueur des gros pores qui est de 12%.

Pour bien voir aussi quelle part de ces imprécisions venaient de l'analyseur d'image, la mesure de la même image (échantillon s2p) a été effectuée 30 fois en ne changeant aucunement les ajustements.

Les résultats statistiques obtenus au tableau 11 montrent que l'appareil de mesure a une imprécision intrinsèque de l'ordre de 2%. C'est donc le traitement de l'image qui apporte l'essentiel de l'erreur sur les mesures des paramètres d'observation de la porosité.

**Tableau 11** Paramètres statistiques pour une même image.

Paramètres statistique	Moyenne $\mu$	Écart-type $\sigma$	Précision $\sigma/\mu$ en %
Porosité surfacique (%)	0,48	0,003	0,55
Longueur moyenne ( $\mu\text{m}$ )	26,9	0,64	2,4
Nombre de pore	21,4	0,57	2,6

**CHAPITRE 5**

**ÉTUDE STATISTIQUE DE LA POROSITÉ**

## **CHAPITRE 5**

### **ÉTUDE STATISTIQUE DE LA POROSITÉ**

#### **5.1 MÉTHODOLOGIE**

Pour ce travail, les variables indépendantes (paramètres de contrôle) sont d'abord ceux de la composition chimique: le titre en zinc, en fer, en magnésium, en manganèse, en titane, en strontium et en phosphore. Ensuite, il y a le titre en titane de l'affineur du grain et la teneur en hydrogène. Enfin, il y a les paramètres thermiques que sont le temps de solidification et la vitesse de solidification.

Les variables dépendantes (paramètres de la porosité) sont la porosité surfacique, les densités des pores des parties exponentielle et irrégulière de la longueur et de l'aire, la longueur et l'aire moyennes des parties exponentielle et irrégulière, la longueur et l'aire limites, et finalement la longueur et l'aire maximales.

Le but de l'étude statistique est de définir l'importance de l'effet de chaque paramètre de contrôle sur les paramètres de la porosité. On étudiera l'effet séparé de chaque variable indépendante ainsi que certaines interactions jugées sensibles des variables précédemment citées (tableau 19).

Parmi les différentes méthodes analytiques permettant de dégager quantitativement l'effet d'une variable, on a choisi la méthode factorielle à deux

niveaux pour définir le nombre et la distribution des valeurs des expériences. Étant donné le grand nombre de variables indépendantes (additionné des interactions), c'est la méthode de choix pour évaluer les effets à partir du nombre minimal d'expérience.

Un calcul encore plus précis de l'effet d'une variable indépendante sur une observation donnée (variable dépendante) peut s'obtenir en calculant les coefficients d'un modèle linéaire (généralement aux moindres carrés) incluant les variables indépendantes et les produits de variables correspondant aux interactions sensibles. Afin de compléter l'analyse obtenue par la méthode factorielle à deux niveaux, une régression multiple avec réduction pas à pas est donc effectuée pour obtenir les coefficients de proportionalité entre l'observation (variable dépendante) et les paramètres de contrôle (variable indépendante). On signalera cependant que la validité statistique de la régression sera généralement assez faible compte tenu du nombre réduit d'expériences

## 5.2 ÉTUDE PAR LA MÉTHODE FACTORIELLE À DEUX NIVEAUX

### 5.2.1 Présentation de la méthode

L'effet linéaire d'une variable indépendante  $x$  sur une variable dépendante  $y$  est obtenu par l'approximation linéaire de la fonction  $y(x)$ .

$$y = C_1 + C_2x \quad (26)$$

Un tel modèle à deux coefficients se calcule, au minimum, à l'aide de deux expériences. Afin d'utiliser la méthode de la façon la plus efficace possible, les deux valeurs de la variable indépendante doivent être choisies aux extrémités du domaine utilisé en pratique.

On note  $x^+$  la valeur haute de la variable  $x$ , et  $x^-$  la valeur basse de la variable  $x$ . On introduit les notations suivantes:

$$y_{(1)} = y(x^-) \quad ; \quad y_{(2)} = y(x^+) \quad (27)$$

$$\bar{y} = \frac{y_{(1)} + y_{(2)}}{2} \quad \text{et} \quad \Delta y = \frac{y_{(2)} - y_{(1)}}{2} \quad (28)$$

$$\bar{x} = \frac{x^+ + x^-}{2} \quad \text{et} \quad \Delta x = \frac{x^+ - x^-}{2} \quad (29)$$

À l'aide de ces notations, le modèle linéaire s'écrit donc:

$$y = \bar{y} + e \frac{x - \bar{x}}{\Delta x} \quad (30)$$

Où l'effet  $e$  de  $x$  sur  $y$  est:

$$e = \Delta y \quad (31)$$

Ce principe s'applique aussi lorsqu'il y a plusieurs variables. L'équation linéaire de trois variables indépendantes ( $x_1$ ,  $x_2$  et  $x_3$ ) et de leurs interactions est:

$$y = c_1 + c_2 x_1 + c_3 x_2 + c_4 x_3 + c_5 x_1 x_2 + c_6 x_1 x_3 + c_7 x_2 x_3 + c_8 x_1 x_2 x_3 \quad (32)$$

Il faut effectuer huit ( $2^3$ ) expériences pour calculer les huit effets en faisant varier les valeurs des trois variables indépendantes selon le tableau 12 (le signe + correspondant à la valeur haute et le signe - à la valeur basse). L'équation transformée en mettant en évidence les effets, basée sur l'équation précédente (32), est:

$$\begin{aligned}
 y = \bar{y} &+ e_{x_1} \frac{x_1 - \bar{x}_1}{\Delta x_1} + e_{x_2} \frac{x_2 - \bar{x}_2}{\Delta x_2} + e_{x_3} \frac{x_3 - \bar{x}_3}{\Delta x_3} \\
 &+ e_{x_1 x_2} \frac{(x_1 - \bar{x}_1)(x_2 - \bar{x}_2)}{\Delta x_1 \Delta x_2} + e_{x_1 x_3} \frac{(x_1 - \bar{x}_1)(x_3 - \bar{x}_3)}{\Delta x_1 \Delta x_3} \\
 &+ e_{x_2 x_3} \frac{(x_2 - \bar{x}_2)(x_3 - \bar{x}_3)}{\Delta x_2 \Delta x_3} + e_{x_1 x_2 x_3} \frac{(x_1 - \bar{x}_1)(x_2 - \bar{x}_2)(x_3 - \bar{x}_3)}{\Delta x_1 \Delta x_2 \Delta x_3}
 \end{aligned} \tag{33}$$

Chaque effet se calcule en faisant la moyenne des huit résultats multipliés par leur signe respectif de la colonne du tableau 12. Par exemple, l'effet de l'interaction  $x_1 x_3$  se calcule ainsi:

$$e_{x_1 x_3} = \frac{y_{(1)} - y_{(2)} + y_{(3)} - y_{(4)} - y_{(5)} + y_{(6)} - y_{(7)} + y_{(8)}}{8} \tag{34}$$

**Tableau 12** Le modèle pour mesurer les effets de trois variables ( $x_1$ ,  $x_2$  et  $x_3$ ) et de leurs interactions.

expérience	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_1x_2$	$x_1x_3$	$x_2x_3$	$x_1x_2x_3$
1	+	+	+	+	+	+	+
2	-	+	+	-	-	+	-
3	+	-	+	-	+	-	-
4	-	-	+	+	-	-	+
5	+	+	-	+	-	-	-
6	-	+	-	-	+	-	+
7	+	-	-	-	-	+	+
8	-	-	-	+	+	+	-

On note que, pour une expérience donnée, le signe des interactions se trouve en multipliant entre elles le signe des variables constituant l'interaction. Dans la suite, le terme «effet» fera automatiquement référence au paramètre «effet» calculé par les équations du type de l'équation (34).

### 5.2.2 Conception de la campagne d'expériences

Comme indiqué au chapitre 3, l'examen des interactions les plus sensibles entre les paramètres de contrôle (hormis les paramètres thermiques) a permis de regrouper les variables en trois groupes de quatre variables.

Normalement, il faudrait effectuer 16 ( $2^4$ ) expériences pour mesurer les effets d'un modèle à quatre variables. Cependant, il est possible d'utiliser un modèle à trois variables si l'on suppose que l'effet de l'interaction  $x_1x_2x_3$  du modèle à trois

variables est négligeable. Car alors, on peut mesurer l'effet d'un quatrième élément  $x_4$  en le confondant avec l'interaction triple sans augmenter le nombre d'expérience.

Pour cela, il suffit de faire varier  $x_4$  de la même façon que l'interaction triple  $x_1x_2x_3$ . Les effets calculés sur la base du tableau des signes d'une expérience à trois variables sont donc alors la somme de deux effets confondus. Par exemple, l'effet de  $x_4$  est confondu avec l'effet de  $x_1x_2x_3$ . Le tableau des signes permettant le calcul des effets dans le cas d'un modèle confondu pour quatre variables basé sur un modèle à trois variables est indiqué au tableau 13 en classant arbitrairement les deux effets confondus en effet dominant et négligé.

**Tableau 13** Le modèle confondu à quatre variables.

effet dominant	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_1x_2$	$x_1x_3$	$x_2x_3$	$x_4$
effet négligé	$x_2x_3x_4$	$x_1x_3x_4$	$x_1x_2x_4$	$x_3x_4$	$x_2x_4$	$x_1x_4$	$x_1x_2x_3$
1	+	+	+	+	+	+	+
2	-	+	+	-	-	+	-
3	+	-	+	-	+	-	-
4	-	-	+	+	-	-	+
5	+	+	-	+	-	-	-
6	-	+	-	-	+	-	+
7	+	-	-	-	-	+	+
8	-	-	-	+	+	+	-

C'est ce modèle qui est utilisé pour calculer l'effet des éléments d'alliage. Il est important, avec ce modèle, de ne pas avoir deux effets confondus non-négligeables

puisque l'on ne pourra alors mesurer aucun des deux. Cependant, la connaissance à priori, des interactions sensibles permet de considérer toutes les variables simples ainsi que les produits correspondant aux interactions sensibles comme les effets dominants. Les effets négligés sont le produit triple et les produits doubles correspondant aux interactions jugées, à priori, comme peu sensibles.

Les paramètres thermiques  $t_s$  et  $v_s$  sont négligés car on utilise comme valeur de la variable dépendante la moyenne des trois résultats obtenus pour les trois échantillons d'un même alliage. Il est important de noter que ce sont les valeurs ciblées des paramètres chimiques qui sont utilisées avec cette méthode.

Les effets confondus pour les trois groupes d'expériences sont illustrés au tableau 14.

**Tableau 14** Les effets confondus des trois groupes d'expériences.

groupe du fer	Mn	Fe	Zn	P	Mn-Fe	Fe-P	Mn-P
	Fe-Zn-P	Mn-Zn-P	Mn-Fe-P	Mn-Fe-Zn	Zn-P	Mn-Zn	Fe-Zn
groupe de l'hy- drogène	af	P	Mg	H	Mg-H	P-H	af-H
	P-Mg-H	af-Mg-H	af-P-H	af-P-Mg	af-P	af-Mg	P-Mg
groupe du strontium	Ti	Mg	Zn	Sr	Ti-Mg	Mg-Sr	Ti-Sr
	Mg-Zn-Sr	Ti-Zn-Sr	Ti-Mg-Sr	Ti-Mg-Zn	Zn-Sr	Ti-Zn	Mg-Zn

### 5.2.3 Résultats de la méthode factorielle à deux niveaux

Les résultats pour les termes dominants du tableau 14 sont présentés en terme d'effet relatif  $e_{rel}$  en pourcentage:

$$e_{rel} = \frac{e}{y} \quad (35)$$

Les effets relatifs calculés se retrouvent aux tableaux 15, 16 et 17, pour l'ensemble des treize observations (variables dépendantes).

**Tableau 15** Effets relatifs en pourcentage pour le groupe du fer.

Variable dép.	Mn	Fe	Zn	P	Mn-Fe	Fe-P	Mn-P
Tous les pores							
Porosité surfacique	-1	-71	32	-62	6	35	-1
Partie exponentielle de la longueur des pores							
Densité	-10	85	8	21	-2	-3	2
Longueur limite	1	14	1	4	-0	-4	-4
Longueur moyenne	-6	-3	7	-1	7	-7	5
Partie irrégulière de la longueur des pores							
Densité	-17	-79	31	-66	27	37	11
Longueur max.	25	-20	-1	-1	-14	-45	16
Longueur moyenne	8	-1	2	-7	-6	-4	-2
Partie exponentielle de l'aire des pores							
Densité	-10	87	5	24	-4	1	1
Aire limite	-6	4	5	5	3	-3	4
Aire moyenne	-5	-0	5	4	6	-6	6
Partie irrégulière de l'aire des pores							
Densité	-11	27	24	-19	12	-8	9
Aire maximale	34	-58	-8	1	-21	-58	20
Aire moyenne	18	-102	13	-54	-5	37	-3

**Tableau 16** Effets relatifs en pourcentage pour le groupe de l'hydrogène.

Variable dépendante.	af	P	Mg	H	Mg-H	P-H	af-H
Tous les pores							
Porosité surfacique	15	-24	-32	187	-36	-21	12
Partie exponentielle de la longueur des pores							
Densité	27	-6	44	3	-14	-18	3
Longueur limite	-1	-9	2	-5	6	5	-9
Longueur moyenne	6	-10	-4	10	-2	6	3
Partie irrégulière de la longueur des pores							
Densité	59	-16	-22	180	-28	-13	58
Longueur max.	-2	-17	9	109	7	-1	-17
Longueur moyenne	-13	-12	-2	57	3	11	-19
Partie exponentielle de l'aire des pores							
Densité	26	-4	45	-1	-13	-18	0
Aire limite	2	-9	1	-2	2	0	2
Aire moyenne	-1	-14	-2	-1	4	7	-2
Partie irrégulière de l'aire des pores							
Densité	48	-17	5	98	-24	-16	36
Aire maximale	-34	-54	8	179	4	-46	-45
Aire moyenne	-40	-2	-27	176	-27	4	-43

**Tableau 17** Effets relatifs en pourcentage pour le groupe du strontium.

Variable dép.	Ti	Mg	Zn	Sr	Ti-Mg	Mg-Sr	Ti-Sr
Tous les pores							
Porosité surf.	9	-100	22	36	-16	-64	11
Partie exponentielle de la longueur des pores							
Densité	12	22	38	8	-5	-4	14
Longueur limite	-4	-7	4	-18	-9	16	-4
Longueur moy.	-8	-21	-1	-12	4	10	2
Partie irrégulière de la longueur des pores							
Densité	17	-100	8	82	-3	-95	26
Longueur max.	2	-10	25	-16	-7	-16	4
Longueur moy.	2	-10	7	-19	-4	4	-0
Partie exponentielle de l'aire des pores							
Densité	17	27	36	9	-5	-4	15
Aire limite	3	-15	-7	-20	4	11	1
Aire moyenne	-2	-17	-5	-24	2	16	1
Partie irrégulière de l'aire des pores							
Densité	-1	-25	38	23	-7	-28	14
Aire maximale	10	-56	34	-50	-26	-21	-1
Aire moyenne	13	-83	-7	6	-4	-41	11

Pour mieux visualiser l'importance des effets relatifs répertoriés aux trois tableaux précédents, ils ont été regroupés au tableau 18 où l'on interprète les effets relatifs calculés avec la méthode factorielle de la façon suivante. On considère qu'il n'y a pas d'effet lorsque la grandeur de l'effet est inférieure à 20%, qu'il y a un petit effet lorsqu'elle est entre 20 et 50%, qu'il y a un effet important lorsqu'elle est supérieure à 50%.

**Tableau 18** Interprétation des effets relatifs calculés avec la méthode factorielle.

Élément et interaction	Porosité surfa- cique	densité de la partie exp. de la longueur et de l'aire	partie irrégulière					
			longueur			aire		
			dens.	moy.	max.	dens.	moy.	max.
Zn	+	+				+		
Fe	--	++	--		-	+	--	--
Mg	--	+	--				--	-
Mn					+			+
Ti								
Sr	++		++			+		--
P	-		-				-	-
af.		+	++			+	-	-
H	++		++	++	++	++	++	++
Fe-Mn			+					-
Fe-P	+		+		-		+	--
Mn-P								+
H-P	-							-
H-Mg	-		-			-		-
H-af.			++			+	-	-
Sr-Mg	--		--			-	-	-
Sr-Ti			+					
Mg-Ti								-

--: diminue beaucoup;    -: diminue un peu;  
 ++: augmente beaucoup;    +: augmente un peu

Lorsque l'effet d'un élément est calculé deux fois, on en fait la moyenne. Les paramètres d'observation de la porosité que sont les longueurs et aires moyennes et limites de la partie exponentielle ne figurent pas dans ce tableau puisqu'aucune variable n'affecte ces paramètres.

### 5.3 ÉTUDE PAR RÉGRESSION MULTIPLE

#### 5.3.1 Description de la méthode

La régression multiple, appliquée aux 72 expériences, considère les 13 variables indépendantes simples et toutes leurs interactions doubles (soit 91 produits). Les puissances ou toute autre transformation d'une variable indépendante ne sont pas considérées dans les équations de régression. Les 11 variables simples donnés sont: le zinc, le fer, le magnésium, le manganèse, le titane, le strontium, le phosphore, l'affineur du grain, l'hydrogène, le temps de solidification et la vitesse de solidification. À ces 11 variables s'ajoutent le silicium et le cuivre car leurs valeurs réelles diffèrent légèrement des valeurs ciblées de 9% et 3%.

La méthode de sélection des termes significatifs de la régression est une méthode de réduction pas à pas. Cependant, le nombre total de termes ( $13+91=104$ ) étant trop grand pour le nombre d'expérience (72), on a réduit considérablement le nombre de variables indépendantes initialement introduites dans la régression en se limitant aux interactions considérées, à priori, comme les plus sensibles. Il s'agit des interactions déjà mentionnées dans la méthode factorielle plus les interactions avec  $v_s$  et  $t_s$ . On a ainsi un ensemble de 39 variables (11 variables simples et 28 produits) indiquées au tableau 19.

Dans le cas où, pour une observation donnée, une équation satisfaisante ne peut être mise en évidence à l'aide des 39 variables initiales, on considère alors les

produits confondus des modèles à trois variables de la méthode factorielle à deux niveaux. Ces variables supplémentaires sont également indiquées au tableau 19.

**Tableau 19** Variables indépendantes de la régression.

Variables initiales de la régression				Variables supplémentaires confondues
variables simples	interactions entre constituants	interactions avec $t_s$	interactions avec $v_s$	
Fe	Fe-P	Fe- $t_s$	Fe- $v_s$	Zn-P
Sr	Fe-Mn	Sr- $t_s$	Sr- $v_s$	Mn-Zn
H	P-Mn	H- $t_s$	H- $v_s$	Fe-Zn
Mg	H-Mg	Mg- $t_s$	Mg- $v_s$	af-Mg
P	H-P	P- $t_s$	P- $v_s$	af-P
Zn	H-af	Zn- $t_s$	Zn- $v_s$	P-Mg
Mn	Sr-Mg	Mn- $t_s$	Mn- $v_s$	Zn-Sr
Ti	Sr-Ti	Ti- $t_s$	Ti- $v_s$	Ti-Zn
af	Mg-Ti	af- $t_s$	af- $v_s$	Mg-Zn
$t_s$	$t_s$ - $v_s$	-	-	-
$v_s$	-	-	-	-

Pour se guider dans le choix de l'équation de régression à conserver, on utilise le facteur de régression multiple  $R^2$ , le facteur de rang  $N$  et la contribution marginale  $t$  pour chaque variable du modèle.

Le facteur de régression multiple permet d'évaluer la qualité de l'ajustement de l'équation de régression entre une variable dépendante et l'ensemble des variables indépendantes. Il donne la proportion de la variation des valeurs de la variable dépendante autour de sa moyenne qui est expliquée par l'ensemble des variables

indépendantes retenues dans l'équation de régression. La proportion qui demeure inexpliquée est  $1-R^2$ . Cette partie inexpliquée est attribuable à l'omission de variables indépendantes qui pourraient contribuer de façon importante à l'explication des fluctuations de la variable dépendante, à une formulation incorrecte du modèle (d'autres termes seraient requis) et à l'erreur expérimentale.

Le facteur de rang  $N$  évalue la colinéarité entre les variables indépendantes. La colinéarité est présente dans une analyse de régression lorsque les valeurs observées de deux ou plusieurs variables indépendantes sont liées entre elles selon une relation déterministe. Le facteur de rang varie entre 1 et l'infini. Un facteur de rang égal à 1 indique une matrice parfaitement orthogonale de variables indépendantes. Un facteur de rang élevé (au-dessus de 50-100) montre que le modèle contient des termes colinéaires.

La contribution marginale  $t$  d'une variable du modèle mesure la différence entre les erreurs pour le modèle incluant la variable et les erreurs pour le modèle sans la variable. La contribution marginale suit une loi de Student à  $n-k-1$  degrés de liberté où  $n$  est le nombre d'expériences et  $k$  le nombre de variables dans le modèle. En se fixant un niveau de signification  $\alpha$ , on peut donc déterminer une valeur seuil de contribution marginale  $t_{seuil}$ , qui indique que la variable est significative pour le modèle dès que  $|t| > t_{seuil}$ . Au plus la valeur de  $t$  est grande au plus la variable a d'importance dans le modèle.

Le logiciel utilisé pour faire les calculs statistiques est le RS-1. Ces calculs ont été effectués au Centre de Recherche d'Alcan à Kingston. La technique statistique

que le logiciel utilise est la méthode de régression pas à pas («Stepwise regression method»), technique qui est basée sur la contribution marginale de chaque variable explicative. Cette méthode consiste essentiellement à introduire ou retrancher successivement, une à la fois, les variables indépendantes selon un critère basé sur la contribution marginale de chaque variable pouvant être introduite et sur le même type de critère pour évaluer s'il y a lieu, parmi les variables indépendantes déjà dans l'équation de régression, de retrancher une variable qui pourrait être devenue superflue suite à l'ajout dans l'équation d'autres variables lors des étapes précédentes. La sélection se termine lorsqu'aucune variable indépendante ne peut être ou ajoutée ou retranchée de l'équation de régression.

### 5.3.2 Présentation des résultats

Les équations de régression des 13 variables dépendantes décrivant la porosité n'ont pas été calculées pour les moins utiles. Les cinq variables dépendantes n'ayant pas été considérées sont les trois variables décrivant la partie exponentielle de l'aire des pores, puisqu'elles se comportent comme celles de la partie exponentielle de la longueur des pores étant donné que les petits pores sont presque toujours ronds, et les deux variables donnant la moyenne pour la partie irrégulière de la longueur et de l'aire puisque cette partie est approximée par une distribution uniforme limitée par les longueurs ou aires limite et maximale.

Les contributions marginales calculées pour les huit variables dépendantes restantes sont reproduites au tableau 20. De façon à évaluer l'importance des contributions marginales, la valeur seuil  $t_{seuil}$  a été calculée à un niveau de signification  $\alpha = 5\%$  ( $n = 72$  et  $k = 5, 8, 5, 12, 12, 6, 6, 7$  respectivement pour les huit modèles présentés). Dans notre cas, les lois de Student sont toutes de degré supérieur à 30, donc équivalentes à des lois normales, le  $t_{seuil}$  est par conséquent égal à 1,96. Ces contributions marginales évaluent l'importance de chaque variable indépendante dans la description de la variable dépendante; et de ce point, elles sont comparables aux effets relatifs calculés au chapitre 5.2.3 avec la méthode factorielle à deux niveaux.

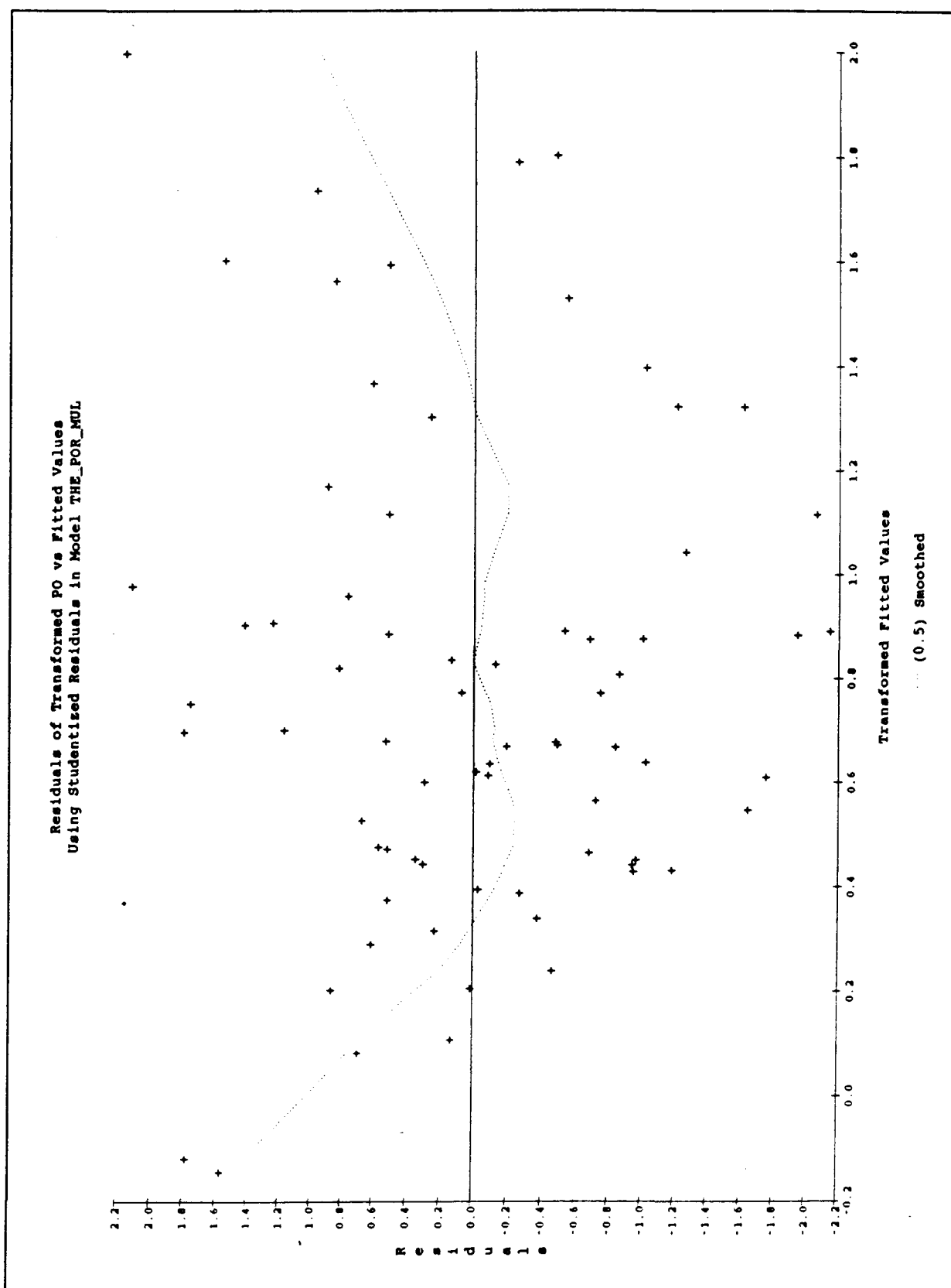
En considérant qu'une équation de régression donnant une bonne évaluation de la variable dépendante doit avoir un facteur de rang inférieur à 10 et un facteur de détermination multiple supérieur à 0,70, seul le modèle de la porosité surfacique est statistiquement significatif. La figure 55 montre que la distribution des résidus pour ce modèle est correctement aléatoirement répartie.

Les autres équations de régression ayant une évaluation acceptable sont: la longueur et l'aire maximales de la partie irrégulière, et la densité pour l'aire de la partie irrégulière.

Il n'a pas été possible d'améliorer la signification statistique des modèles pour les densités des parties exponentielle et irrégulière de la longueur, et les longueurs moyenne et limite de la partie exponentielle. Ces paramètres de la porosité ne pourront donc pas être étudiés davantage.

**Tableau 20** Contributions marginales des variables des équations de régression.

Variables dépendantes décrivant la porosité	Porosité surfacique	partie exponentielle			partie irrégulière			
		longueur			longueur		aire	
		dens.	moy.	max.	dens.	max.	dens.	max.
facteur de rang	9,3	22,2	17,3	18,3	17,9	8,8	8,1	10,7
facteur $R^2$	0,83	0,67	0,27	0,67	0,86	0,64	0,59	0,69
constante	-5,7	1,6	37,8	24,6	-4,2	24,2	4,7	19,9
H	14,5				9,2	7,3		6,1
H-P	-4,6				-5,8		-3,3	
H-af	5,7	2,4			7,8		4,8	
Mg-Sr	-3,8	-2,6		-5,1	-6,5			-3,9
Mg-Ti		-1,7	2,3		4,1			
Zn-P					3,6	2,1	2,7	
Fe-P						-3,1		-2,5
af- $v_s$					4,8	2,7	4,3	3,6
$t_s$ - $v_s$	6,9	4,3	2,4			6,6		6,0
Fe		7,7						
Mg		3,4	-3,1	4,6				
Zn				3,1				
Ti			-2,7					
Sr					6,0			
af					-3,5			
$v_s$		3,3						
$t_s$				-8,3				
H-Mg								2,4
H-Sr				2,5				
H- $v_s$							5,6	
H- $t_s$					-4,6			
F- $v_s$				-3,4	-4,2			
Mg-P				3,4				
Ti-P				-5,7				
Ti- $t_s$				5,0				
Zn- $v_s$				3,8				
Sr-P				4,4				



**Figure 55** Distribution des résidus pour l'équation de régression de la transformée de la porosité surfacique.

Par contre, il est possible d'en tirer des informations utiles; par exemple, les longueurs moyenne et limite de la partie exponentielle sont très influencées par la constante, ce qui revient à dire que l'on peut décrire ces deux fonctions par leur valeur moyenne. La longueur moyenne de la partie exponentielle est égale à 19,7  $\mu\text{m}$  soit la moyenne de toutes les longueurs moyennes des 72 cas. La longueur limite est égale à 109,2  $\mu\text{m}$  et elle peut descendre un peu si on augmente le temps de solidification. Ces hypothèses concordent très bien avec l'analyse par la méthode factorielle à deux niveaux (section 5.2.3).

Pour mieux visualiser l'importance des contributions marginales du tableau précédent, elles ont été reproduites au tableau 21. Dans ce tableau, on interprète les contributions marginales calculées avec la méthode de régression de la façon suivante. On considère qu'il n'y a pas d'effet lorsque la grandeur de la contribution marginale est inférieure à 2 ( $t_{seuil} = 1,96$  pour  $\alpha = 0,05$ ), qu'il y a un petit effet lorsqu'elle est entre 2 et 5, qu'il y a un effet important lorsqu'elle est supérieure à 5.

**Tableau 21** Interprétation des contributions marginales pour les variables dépendantes bien évaluées par la méthode de régression.

Variables indépendantes	Porosité surfacique	partie irrégulière		
		longueur	aire	
		maximale	densité	maximale
constante	--	++	+	++
H	++	++		++
H-P	-		-	
H-af	++		+	
Mg-Sr	-			-
Zn-P		+	+	
Fe-P		-		-
af- $v_s$		+	+	+
$t_s$ - $v_s$	++	++		++
H-Mg				+
H- $v_s$			++	

--: diminue beaucoup;    -: diminue un peu;  
 ++: augmente beaucoup;    +: augmente un peu

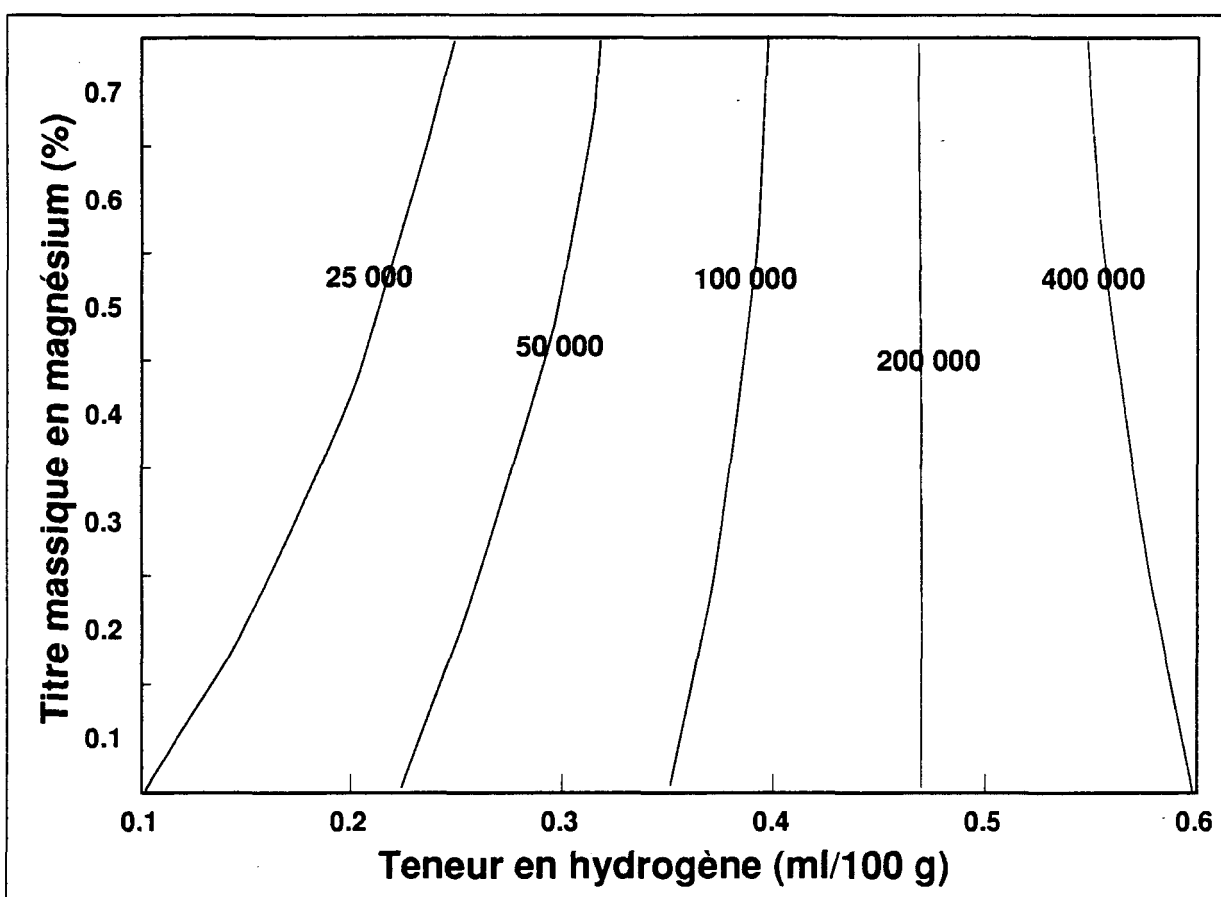
## 5.4 DISCUSSION DES RÉSULTATS STATISTIQUES

### 5.4.1 Rôle de la teneur en hydrogène

La méthode factorielle met en évidence l'effet important qu'a l'hydrogène pour augmenter toutes les variables dépendantes sauf la densité de la partie exponentielle de la longueur et de l'aire. La méthode de régression arrive au même

résultat: l'hydrogène a un effet important pour augmenter la porosité surfacique ainsi que la longueur et l'aire maximales de la partie irrégulière. La recherche bibliographique révèle que l'hydrogène est la principale cause de la porosité.

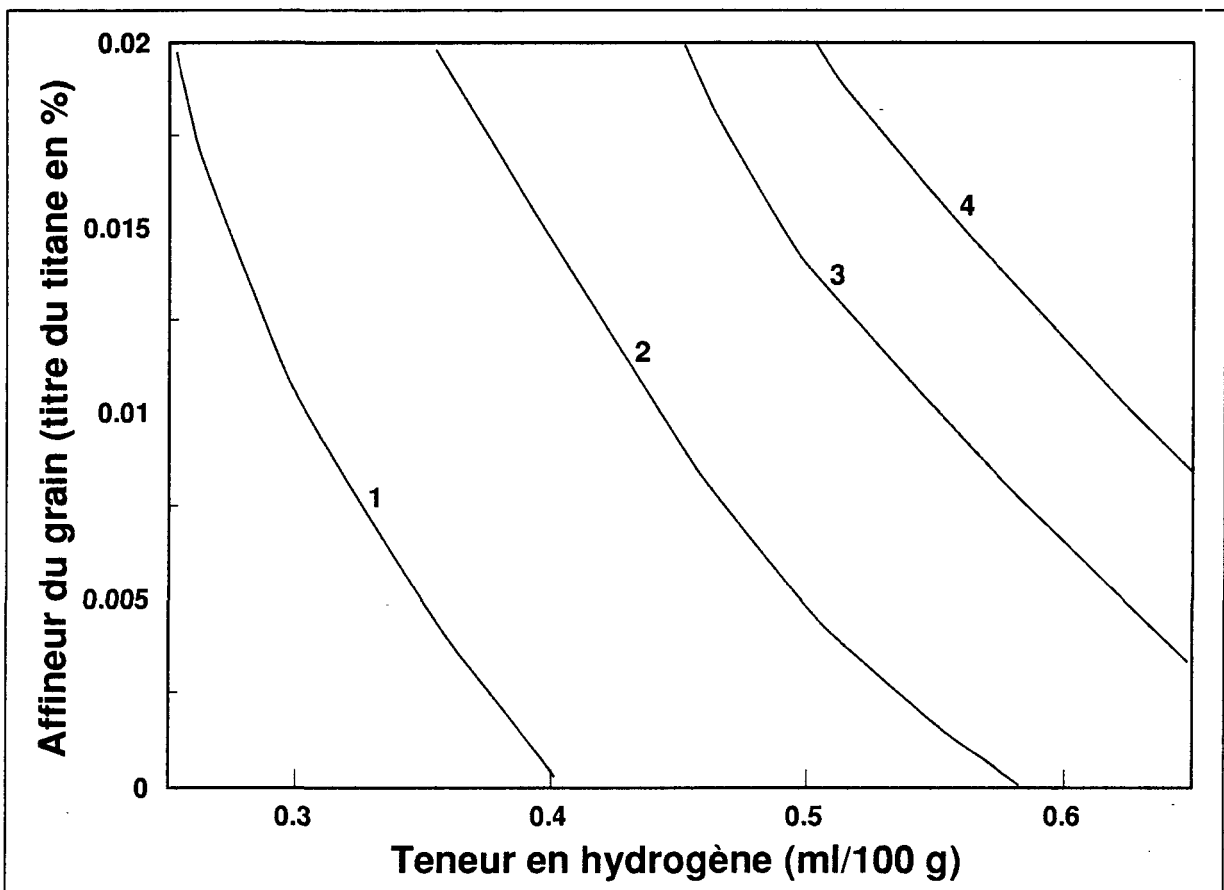
La méthode factorielle montre que l'interaction hydrogène-magnésium a un petit effet pour diminuer la porosité surfacique, la densité de la longueur et de l'aire de la partie irrégulière et l'aire maximale de la partie irrégulière. Au contraire, la méthode de régression lui trouve un petit effet pour augmenter l'aire maximale de la partie irrégulière (figure 56). Ce graphique, comme ceux qui suivront, correspond à l'alliage Al-9%Si-3%Cu-1,5%Zn-0,67%Fe-0,39%Mg-0,3%Mn-0,16%Ti-0,024%Sr-P



**Figure 56** Aire maximale de la partie irrégulière ( $\mu\text{m}^2$ ) en fonction du titre en magnésium et de la teneur en hydrogène.

affiné (0,01% en titane) avec une teneur en hydrogène de 0,37 ml/100 g, subissant un temps de solidification de 42 s et une vitesse de solidification de 0,28 cm/s.

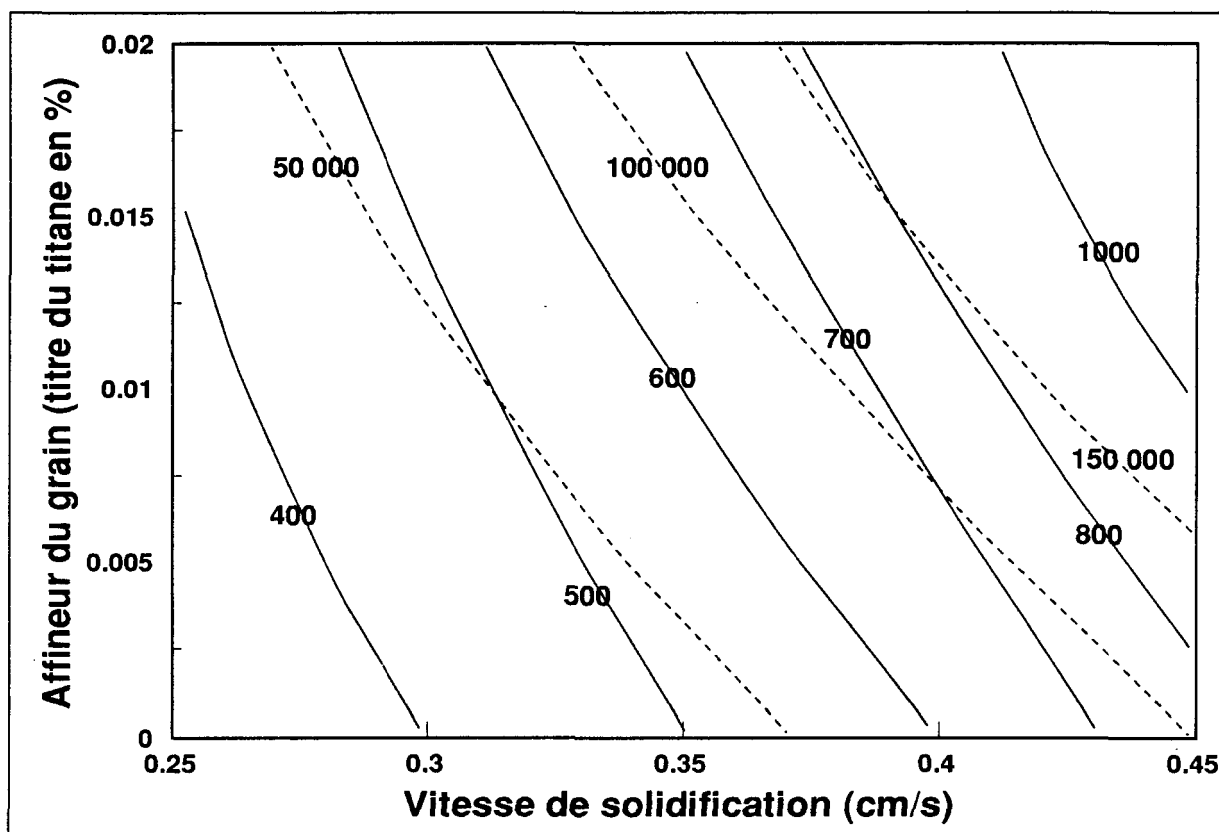
Selon la méthode factorielle, l'interaction hydrogène-affineur du grain a un effet important pour augmenter la densité de la partie irrégulière de la longueur. Elle a un petit effet pour diminuer les aires moyenne et maximale de la partie irrégulière et pour augmenter la densité de la partie irrégulière de l'aire. Selon la méthode de régression, l'interaction hydrogène-affineur du grain a un gros effet pour augmenter la porosité surfacique et, comme l'autre méthode de calcul, un petit effet pour augmenter la densité de la partie irrégulière de l'aire (figure 57).



**Figure 57** Porosité surfacique (%) en fonction de l'affineur du grain et de la teneur en hydrogène.

La méthode de régression a trouvé que l'interaction hydrogène-vitesse de solidification a un effet important pour augmenter la densité de la partie irrégulière de l'aire et que l'interaction affineur du grain-vitesse de solidification a un petit effet pour augmenter la densité de la partie irrégulière de l'aire ainsi que la longueur et l'aire maximales de la partie irrégulière (figure 58).

Les deux méthodes de calcul mesurent un petit effet de l'interaction hydrogène-phosphore pour diminuer la porosité surfacique. L'aire maximale de la partie irrégulière est aussi diminuée selon la méthode factorielle, tandis que pour la méthode de régression, c'est plutôt la densité de la partie irrégulière de l'aire qui est diminuée.



**Figure 58** Longueur ( $\mu\text{m}$ ) (—) et aire ( $\mu\text{m}^2$ ) (----) maximales en fonction de la vitesse de solidification et de l'affineur du grain;  $[\text{H}] = 0,25 \text{ ml}/100\text{g}$ .

#### 5.4.2 Rôle des constituants de l'alliage

On constate tout d'abord pour le zinc que la méthode factorielle décèle un petit effet pour augmenter la porosité surfacique et toutes les densités. Cependant, la méthode de régression ne décèle pas ce phénomène.

Selon la méthode factorielle, le fer a un effet important pour diminuer la porosité surfacique, la densité de la partie irrégulière de la longueur, les aires moyenne et maximale de la partie irrégulière et pour augmenter la densité de la partie irrégulière de l'aire. Il a un petit effet pour diminuer la longueur maximale de la partie irrégulière et pour augmenter la densité de la partie irrégulière de l'aire. Par contre, la méthode de régression ne décèle rien pour le fer et la recherche bibliographique révèle que le fer n'a pas d'influence sur la solubilité de l'hydrogène.

Le magnésium a lui aussi un effet important selon la méthode factorielle, pour diminuer la porosité surfacique, la densité de la partie irrégulière de la longueur des pores ainsi que l'aire moyenne de la partie irrégulière. Il a aussi un petit effet pour augmenter la densité de la partie exponentielle de la longueur et de l'aire et pour diminuer l'aire maximale de la partie irrégulière. Par contre, la méthode de régression ne trouve pas d'effet au magnésium. De plus, la recherche bibliographique révèle que le magnésium augmente la solubilité de l'hydrogène, ce qui va en sens inverse des résultats obtenus par la méthode factorielle.

Selon la méthode factorielle, le manganèse a un petit effet pour augmenter la longueur et l'aire maximales de la partie irrégulière mais il n'a pas d'effet selon la

méthode de régression. Le titane n'a pas d'effet à la fois pour la méthode du modèle factoriel et celle de régression. Pourtant, la recherche bibliographique révèle que le titane augmente la solubilité de l'hydrogène et qu'il affine le grain.

La méthode factorielle montre que le strontium a un effet important pour augmenter la porosité surfacique et la densité de la partie irrégulière de la longueur et pour diminuer l'aire maximale de la partie irrégulière. Il a aussi un petit effet pour augmenter la densité de la partie irrégulière de l'aire. Selon la méthode de régression, le strontium n'a pas d'effet. La recherche bibliographique révèle que le strontium rend le front de solidification plus lisse ce qui diminue la retassure mais augmente la microretassure. Ceci confirme un peu les résultats de la méthode factorielle.

Le phosphore a un petit effet selon la méthode factorielle, pour diminuer la porosité surfacique, la densité de la partie irrégulière de la longueur ainsi que les aires moyenne et maximale de la partie irrégulière. Pour la méthode de régression, le phosphore n'a pas d'effet seul.

Selon la méthode factorielle, l'affinage du grain a un effet important pour augmenter la densité de la partie irrégulière de la longueur et un petit effet pour augmenter les autres densités. Il a aussi un petit effet pour diminuer les aires moyenne et maximale de la partie irrégulière. Selon la méthode de régression, l'affinage du grain n'a pas d'effet. La recherche bibliographique révèle que la plupart des pores sont localisés au pourtour des grains. L'affinage du grain, ayant pour effet de diminuer la grosseur du grain, distribue plus uniformément la porosité et

rend les pores plus petits. Ceci va dans le même sens que les résultats obtenus avec la méthode factorielle.

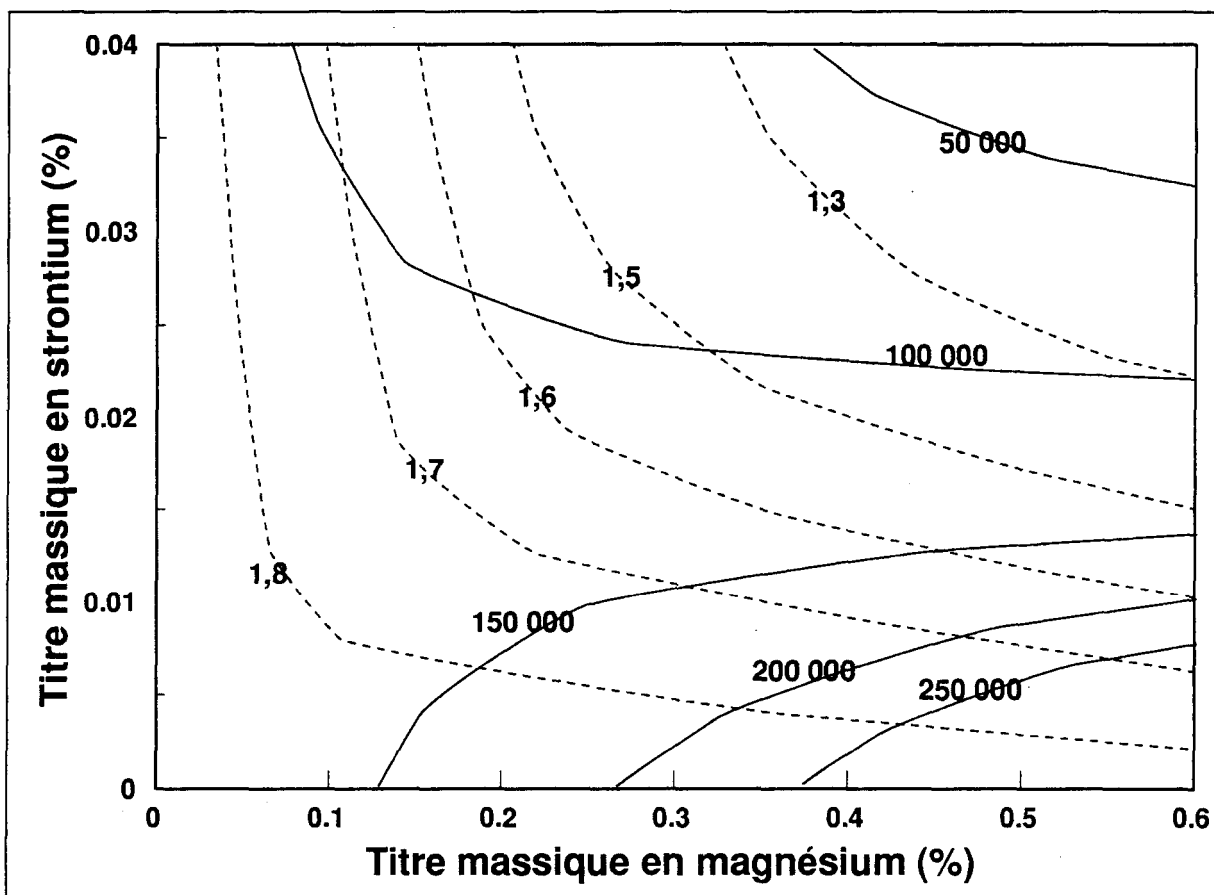
#### 5.4.3 Effets des interactions entre constituants

La méthode factorielle décèle un petit effet de l'interaction fer-manganèse pour diminuer l'aire maximale de la partie irrégulière et pour augmenter la densité de la partie irrégulière de la longueur tandis que la méthode de régression ne décèle rien. Par contre, son interaction confondu avec le modèle factoriel, le zinc-phosphore, a un petit effet pour augmenter la longueur maximale de la partie irrégulière et la densité de la partie irrégulière de l'aire. La recherche bibliographique ne révèle pas d'effet de l'interaction fer-manganèse ou zinc-phosphore sur la porosité. Le diagramme de phase du zinc et du phosphore montre qu'ils réagissent chimiquement pour former du  $Zn_3P_2$ .

Selon la méthode factorielle, l'interaction fer-phosphore a un gros effet pour diminuer l'aire maximale de la partie irrégulière. Elle a un petit effet pour augmenter la porosité surfacique, la densité de la partie irrégulière de la longueur, l'aire moyenne de la partie irrégulière et pour diminuer la longueur maximale de la partie irrégulière. La méthode de régression confirme un peu ces résultats en décelant que l'interaction fer-phosphore a un petit effet pour diminuer la longueur et l'aire maximales de la partie irrégulière.

L'interaction manganèse-phosphore a un petit effet selon la méthode factorielle pour augmenter l'aire maximale de la partie irrégulière mais la méthode de régression ne décèle aucun effet.

Selon la méthode factorielle, l'interaction strontium-magnésium a un gros effet pour diminuer la porosité surfacique et la densité de la partie irrégulière de la longueur. Elle a un petit effet pour diminuer les trois variables dépendantes de la partie irrégulière de l'aire. La méthode de régression confirme ces résultats en montrant que l'interaction strontium-magnésium a un petit effet pour diminuer la porosité surfacique et l'aire maximale de la partie irrégulière (figure 59).



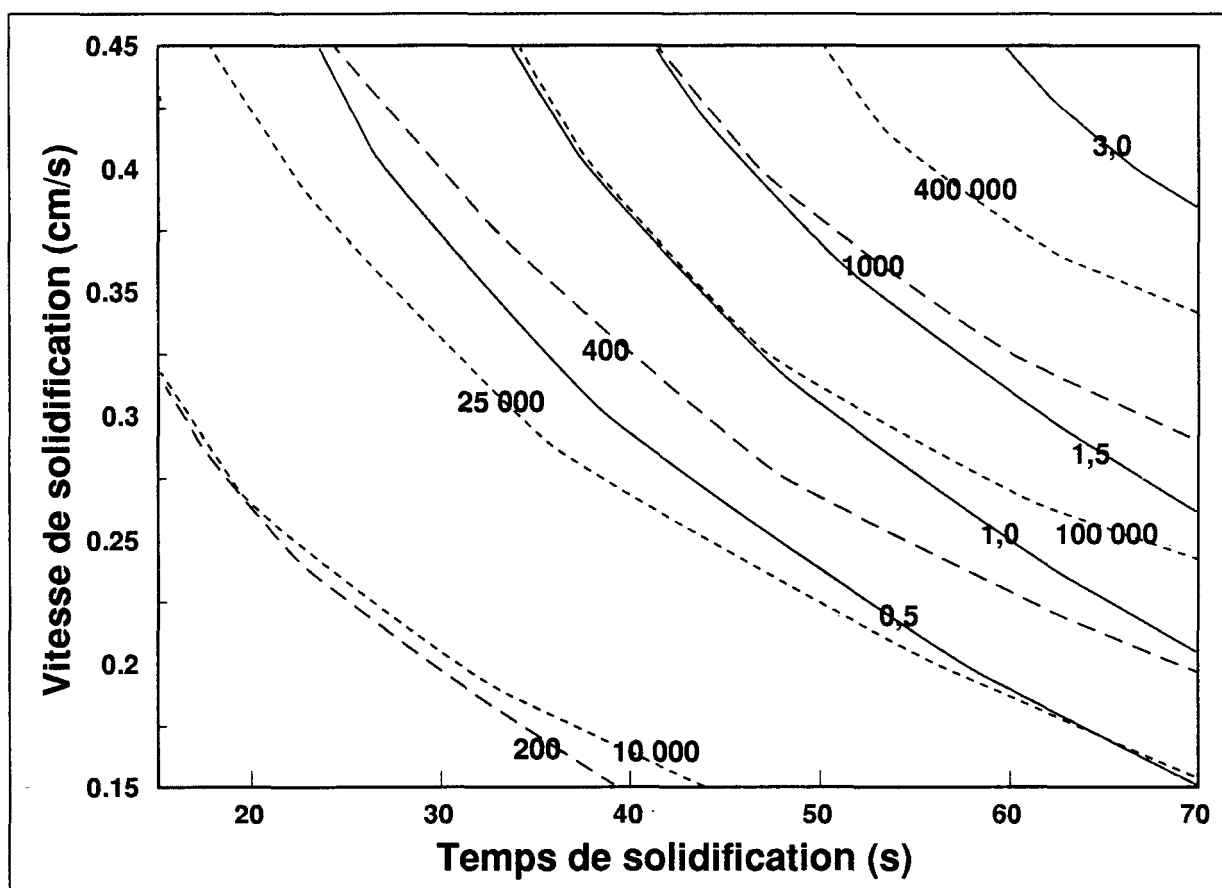
**Figure 59** Porosité surfacique (%) (---) et aire maximale de la partie irrégulière (μm<sup>2</sup>) (—) en fonction du titre en strontium et en magnésium.

La méthode factorielle décèle de l'interaction strontium-titane un petit effet pour augmenter la densité de la partie irrégulière de la longueur mais la méthode de régression ne décèle rien.

La méthode factorielle décèle de l'interaction magnésium-titane un petit effet pour diminuer l'aire maximale de la partie irrégulière mais la méthode de régression ne décèle rien.

#### 5.4.4 Rôle des paramètres thermiques

On a déjà mentionné que le rôle de la vitesse de solidification était important et qu'il était renforcé par la présence d'hydrogène. La méthode de régression montre que l'interaction temps de solidification-vitesse de solidification a un effet important pour augmenter la porosité surfacique et la longueur et l'aire maximales de la partie irrégulière (figure 60).



**Figure 60** Porosité surfacique (%) (—), longueur ( $\mu\text{m}$ ) (---) et aire ( $\mu\text{m}^2$ ) (....) maximales en fonction de  $v_s$  et de  $t_s$ ;  $[H]=0,25$  ml/100 g.

## CONCLUSION

## CONCLUSION

### Résumé du travail

Avec l'apparition dans l'industrie de l'aluminium des logiciels de modélisation de la solidification, il devient possible de maîtriser, et par conséquent d'éliminer, les défauts d'origine thermique dans les pièces. L'étape suivante est la modélisation de la formation de la porosité. Celle-ci ne peut être menée à bien que si l'effet des principaux facteurs influant sur la porosité est bien compris et quantifié en tenant compte de leur interaction mutuelle. Le travail présenté ici est une contribution à cet effort.

Un ensemble de 72 expériences de solidification a été réalisé en faisant varier adéquatement les titres des constituants de l'alliage, la teneur en hydrogène et les deux paramètres de solidification (temps et vitesse).

Les échantillons correspondant à ces expériences ont été traités par un analyseur d'image pour l'étude de la distribution des pores. Une analyse de la distribution statistique des pores a été développée pour un ensemble de treize observations relatives à la géométrie des pores (longueur et aire).

Pour toutes les observations, on a identifié que la partie correspondant aux pores de petite taille pouvait être décrite par une distribution exponentielle. Les pores de grande taille sont, par contre, distribués de façon irrégulière entre la limite exponentielle et la taille maximale.

Pour chaque observation, les paramètres statistiques caractérisant la distribution des pores ont donc été déterminés afin de permettre un calcul de modélisation pour identifier le rôle des différents facteurs pouvant influencer sur la formation de porosité.

Deux approches de calcul ont été utilisées en parallèle pour quantifier l'importance des effets des paramètres de contrôle: une méthode factorielle à deux niveaux et une méthode de régression multiple. Selon cette étude, les principaux paramètres agissant sur la porosité, confirmés par les deux méthodes de calcul, sont: l'hydrogène, l'hydrogène-phosphore, le magnésium-strontium et le fer-phosphore. Le titane n'a pas d'effet d'après les deux méthodes d'analyse utilisées.

### Synthèse des résultats

L'hydrogène augmente tous les paramètres d'observation de la porosité de façon très significative sauf pour les petits pores (partie exponentielle). L'hydrogène-phosphore diminue un peu la porosité surfacique et probablement l'aire des gros pores (partie irrégulière).

Le magnésium-strontium diminue sensiblement la porosité surfacique et un peu l'aire maximale. Le fer-phosphore diminue la longueur et l'aire maximales.

L'effet de l'interaction temps de solidification-vitesse de solidification ne fut évalué qu'avec la méthode de régression multiple. Il ressort que cette interaction augmente beaucoup la porosité surfacique ainsi que la longueur et l'aire maximales, ce qui confirme les résultats de l'analyse d'image qui a montré qu'un temps de solidification moyen avec une vitesse de solidification rapide procure le plus de porosité.

Les effets des autres paramètres de contrôle ne concordent pas pour les deux méthodes de calcul et il est donc difficile d'établir de façon formelle leur effet sur la porosité.

### Recommandation

Certaines recommandations pourraient augmenter la précision des résultats et permettre ainsi de mieux quantifier les différents effets. La première, et la plus importante, est d'améliorer les mesures de la teneur en hydrogène et de la composition chimique des alliages.

La dissolution du phosphore est très difficile et le titre varie donc beaucoup d'un alliage à l'autre. Cette imprécision est d'autant plus préoccupante que le phosphore en interaction avec certains éléments influe passablement sur la porosité.

Il aurait été plus précis et plus simple de faire un alliage de base pour chacun des trois groupes dans lesquels il ne resterait plus que quatre éléments à ajuster pour les huit expériences.

Il serait peut-être avantageux d'ajouter le magnésium sous forme d'alliage Al-Mg. Cela diminuerait la perte par oxydation et il ne serait pas nécessaire d'agiter le bain pour bien le diluer.

Finalement, la dernière recommandation, concerne la coulée de l'alliage de base. L'alliage de base est coulé en plusieurs petits lingots qui seront refondus plus tard avec les additifs pour faire les expériences. Pour cette étude, la masse des petits lingots variait aux alentours de 1,3 kg. Étant donné que 3,6 kg d'alliage de base est utilisé à chaque coulée, il fallait parfois deux, trois ou quatre petits lingots pour atteindre 3,6 kg. Le nombre de lingots utilisé affecte probablement la propreté du métal. La propreté serait donc moins aléatoire et la préparation des coulées plus pratique si l'alliage de base était coulé en petits lingots de 1,2 kg ou 1,8 kg pour en utiliser toujours le même nombre à chaque coulée de 3,6 kg d'alliage.

Les propositions envisagées pour enrichir cette étude sont de mieux connaître les paramètres thermiques. Le montage pour l'analyse thermique qui fut utilisé donne d'excellentes mesures et il serait probablement opportun de mesurer d'autres paramètres thermiques en plus du temps de solidification et de la vitesse de solidification, par exemple le gradient thermique et le taux de refroidissement.

La méthode factorielle à deux niveaux est très performante pour obtenir le plus d'informations utiles avec le moins d'expériences possibles. Les paramètres thermiques pourraient être intégrés au modèle, ce qui optimiserait davantage l'étude.

La quantité d'inclusions (oxydes) présente dans le métal n'est pas mesurée et est difficilement contrôlable. La mesure de ce paramètre pourrait lever le doute sur la variation trop grande de propreté d'une coulée à l'autre.

L'étude de l'imprécision due à la mesure de la porosité avec l'analyseur d'image a permis d'améliorer la méthode de mesure et de connaître la précision que l'on pouvait espérer sur les résultats. Il serait donc intéressant de faire plusieurs mesures de la porosité pour différentes épaisseurs d'un même échantillon. Il suffit de le polir entre chaque mesure pour l'amincir d'environ 100  $\mu\text{m}$ . Faire cette étape trois ou quatre fois permettrait de mieux connaître l'imprécision due au polissage.

Dans un même esprit, un même alliage pourrait être coulé plusieurs fois. Une mesure des paramètres d'observation de la porosité pour chaque coulée permettrait de mieux connaître l'imprécision due à la coulée.

## BIBLIOGRAPHIE

## BIBLIOGRAPHIE

APELIAN, D., G.K. SIGWORTH et K.R. WHALER. «Assessment of grain refinement and modification of Al-Si foundry alloys by thermal analysis», AFS Transactions, vol. 92, 1984, p. 297-307.

ARGO, D. et J.E. GRUZLESKI. «Porosity in modified aluminum alloy castings», AFS Transactions, vol. 96, 1988, p. 65-74.

BOX, G.E.P., W.G. HUNTER et J.S. HUNTER. Statistics for experimenters, John Wiley & Sons, inc., USA, 1978, 653 p.

CHARBONNIER, J. «Gaz dans les alliages d'aluminium de fonderie», Techniques de l'Ingénieur, traité métallurgie, 1991, p. m218-1 à m218-15.

CHEN, X.-G. et S. ENGLER. «Hydrogen and porosity in aluminum-silicon and aluminum-silicon-magnesium alloys. Part I: Aluminum-silicon alloys», Metal, vol. 45, n° 10, octobre 1991, p. 995-1000.

CHIOU, I.J. et H.L. TSAI. «Modeling of porosity formation in castings», AFS Transactions, vol. 98, 1990, p. 823-830.

CIBULA, A. et R.W. RUDDLE. «The effect of grain-size on the tensile properties of high-strength cast aluminum alloys», Journal of the Institute of Metals, vol. 76, 1949-50, p. 361-376.

COLLINGS, R.K. et P.R.A. ANDREWS. Summary report No. 5: Mica and vermiculite, Canadian communication group-publishing, Ottawa, Canada, 1991, 38 p.

DENTON, J.R. et J.A. SPITTLE. «Solidification and susceptibility to hydrogen adsorption of Al-Si alloys containing strontium», Materials Science and Technology, vol. 1, 1985, p. 305-311.

DIMAYUGA, F.C., N. HANDIAK et J.E. GRUZLESKI. «The degassing and regassing behavior of strontium-modified A356 melts», AFS Transaction, vol. 96, 1988, p. 83-88.

DROSSEL, G., R. MAI et O. LIESENBERG. «The influence of melt treatment on the density of castings made from Al-Si cast alloys», Giessereitechnik, vol. 27, n° 6, 1981, p. 167-170.

DUDYK, M., B. FICEK, B. SUCHANEK et P. WASILEWSKI. «The influence of modification, using strontium and antimony, on the properties of AlSi6Cu2Mg and AlSi8Cu4MgMn aluminum alloys used for automobile castings», Cast Metals, vol. 3, n° 3, 1990, p. 157-162.

DUPUIS, C., Z. WANG, J.-P. MARTIN et C. ALLARD. «An analysis of factors affecting the response of hydrogen determination techniques for aluminum alloys», Light Metals, CA, USA, mars 1992, s.p.

ENTWISTLE, R.A., J.E. GRUZLESKI et P.M. THOMAS. «Development of porosity in aluminum-base alloys», Solidification and Casting of Metals, The metals society, publication n° 192, 1979, p. 345-349.

FANG, Q.T., P.N. ANYALEBECHI et D.A. GRANGER. «Measurement of hydrogen porosity in unidirectionally solidified aluminum alloys», Light Metals, A.I.M.E., 1988, p. 477-486.

FANG, Q.T. et D.A. GRANGER. «Porosity formation in modified and unmodified A356 alloy castings», AFS Transactions, vol. 97, 1989, p. 989-1000.

FLEMMINGS, M.C. «Dendrite arm spacing in aluminum alloys», AFS Transactions, vol. 99, 1991, p. 501-506.

FLOOD, S.C. et J.D. HUNT. «Modification of Al-Si eutectic alloys with Na», Metal Science, vol. 15, 1981, p. 287-293.

FORTIN, G. Détermination du coefficient transitoire de transfert de chaleur à l'interface moule/métal lors de la solidification de l'aluminium pur commercial, mémoire, Université du Québec à Chicoutimi, novembre 1992, 221 p.

GRUZLESKI, J.E. et B. CLOSSET. The treatment of liquid aluminum-silicon alloys, American Foundrymen's Society, inc., Des Plaines, Illinois, 1990, 256 p.

GRUZLESKI, J.E., P.M. THOMAS et R.A. ENTWISTLE. «An experimental study of the distribution of microporosity in cast aluminum base alloys», British Foundryman, vol. 71, n° 4, 1978, p. 69-78.

GUZOWSKI, M.M., G.K. SIGWORTH et D.A. SENTER. «The role of boron in the grain refinement of aluminum with titanium», Metallurgical Transaction A, vol. 18A, 1987, p. 603-619.

HANNA, M.D., S. LU et A. HELLAWELL. «Modification in the aluminum-silicon system», Metallurgical Transactions A, vol. 15A, 1984, p. 459-469.

HARADA, M., T. SUZUKI et I. FUKUI. «Effects of microporosity and microstructure on mechanical properties of aluminum casting alloys», Transactions of the Japanese Foundrymen's Society, vol. 4, 1985, p. 47-50.

HATCH, J.E. Aluminum: properties and physical metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984, 395 p.

HESS, P.D. «An empirical equation for calculating the solubility of hydrogen in molten aluminum alloys», Light Metals, vol. 2, 1974, p. 591-596.

IWAHORI, H., K. YONKURA, Y. YAMAMOTO et M. NAKAMURA. «Occuring behavior of porosity and feeding capabilities of sodium- and strontium modified Al-Si alloys», AFS Transactions, vol. 98, 1990, p. 167-173.

LASLAZ, G. et P. LATY. «Gas porosity and metal cleanliness in aluminum casting alloys», AFS Transactions, vol. 99, mai 1991, Birminham, Alabama, USA, s.p.

LESSITER, M.J. «Understanding inclusions in aluminum castings», Modern Castings, vol. 83, n° 1, janvier 1993, p. 29-31.

LIN, R.Y. et M. HOCH. «The solubility of hydrogen in molten aluminum alloys», Metallurgical Transactions A, vol. 20A, septembre 1989, p. 1785-1791.

MARTIN, J.-P., F. TREMBLAY et G. DUBÉ. «AISCAN: a new and simple technique for on-line analysis of hydrogen in aluminum alloys», Light Metals, 1989, p. 903-912.

MICHEL, F. Influence des paramètres de fonderie sur le transfert de chaleur au cours de la solidification pour des alliages aluminium-silicium, mémoire, Université du Québec à Chicoutimi, février 1994, 128 p.

MICHELS, W. et S. ENGLER. «Speisungsverhalten und porosität von aluminium-silicium-gußwerkstoffen», Giessereiforschung, vol. 41, n° 4, 1989, p. 174-187.

OPIE, W.R. et N.J. GRANT. «Hydrogen solubility in aluminum and some aluminum alloys», Transactions AIME, vol. 188, octobre 1950, p. 1237-1241.

PAINCHAUD, F. et J.-P. MARTIN. «The new AISCAN analyser: easy to use, reliable, on-line, measurement of hydrogen in liquid aluminum alloys», 2<sup>nd</sup> International Conference on Molten Aluminum Processing, Orlando, 6-7 novembre 1989, p. 20.1-20.21.

PAN, E.N., C.S. LIN et C.R. LOPER, Jr. «Effects of solidification parameters on the feeding efficiency of A356 aluminum alloy», AFS Transactions, vol. 98, 1990, p. 735-746.

RANSLEY, C.E. et H. NEUFELD. «The solubility of hydrogen in liquid and solid aluminum», Journal of the Institute of Metals, vol. 74, 1948, p. 599-620.

SHAHANI, H. «Effect of hydrogen on the shrinkage porosity of aluminum copper and aluminum silicon alloys», Scandinavian Journal of Metallurgy, vol. 14, 1985, p. 306-312.

SHINADA, Y., Y. UEDA et S. NISHI. «Effect of morphologies of macroscopic solid-liquid interface on origination and growth of pores in unidirectionally solidified Al-Si alloys», Journal of Japanese Institute Light Metal, vol. 33, n° 9, 1983, p. 508-517.

SIGWORTH, G.K. «A scientific basis for degassing aluminum», AFS Transactions, vol. 95, 1987, p. 73-78.

TALBOT, D.E.J. «Effects of hydrogen in aluminum, magnesium, copper and their alloys», International Metallurgical Reviews, vol. 20, 1975, p. 166-184.

TATUR, A. «La solidification des alliages légers, étude de la retassure», Fonderie, n° 116, septembre 1955, p. 4681-4692.

TENEKEDJIEV, N. et J.E. GRUZLESKI. «Thermal analysis of strontium treated hypoeutectic and eutectic aluminum-silicon casting alloys», AFS Transactions, vol. 99, 1991, p. 1-6.

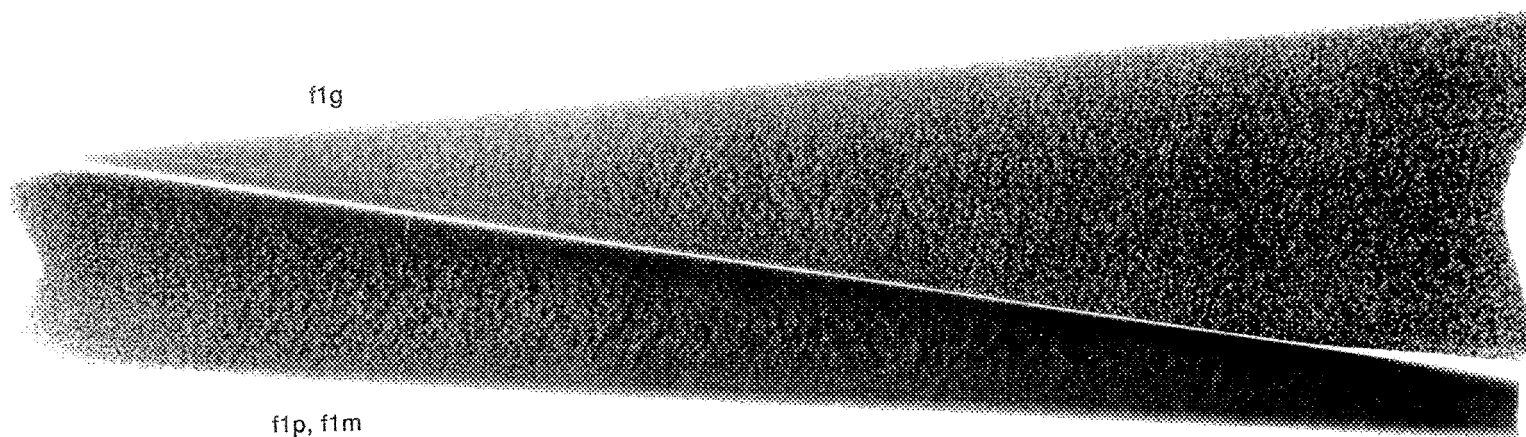
TYNELIUS, K.E. A parametric study of the evolution of microporosity in Al-Si foundry alloys, Ph. D. Thesis, Drexel University, Philadelphie, 1992, 208 p.

VISWANATHAN, S., V.K. SIKKA et H.D. BRODY. «Using solidification parameters to predict porosity distributions in alloy castings», The Journal of the Minerals, Metals and Materials Society, vol. 44, n° 9, septembre 1992, p. 37-40.

VISWANATHAN, S., R.A. STOEHR et H.D. BRODY. Electric furnace proceedings, 45<sup>th</sup>, Warrendale, PA:ISS, 1987, p. 421.

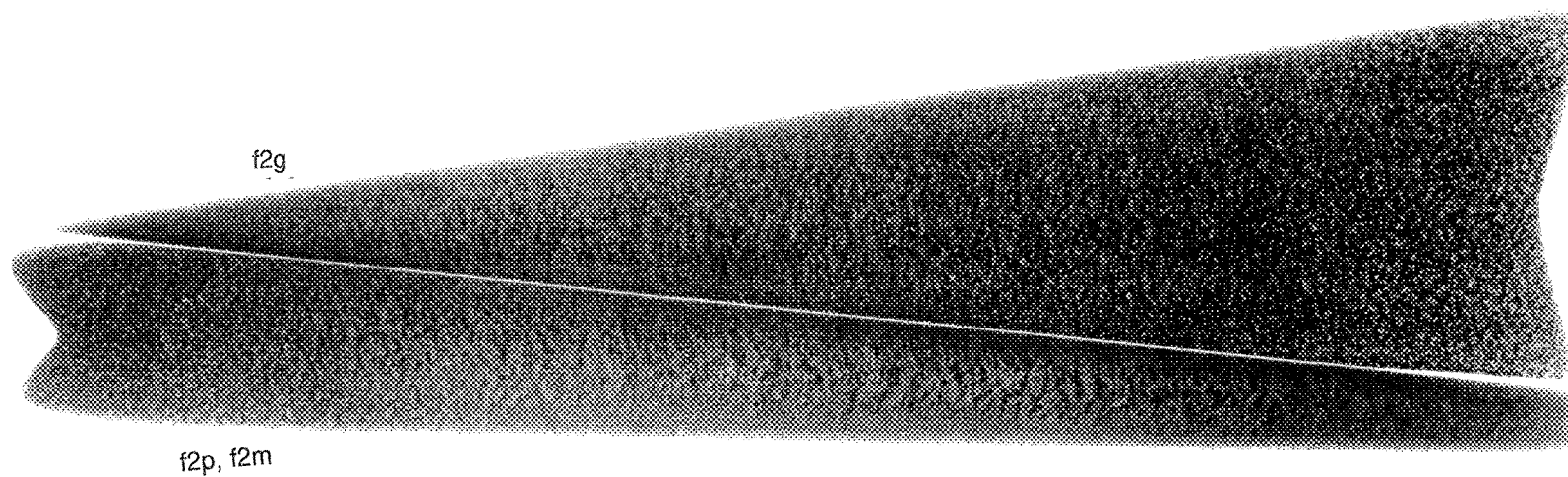
ZOU, J., K.E. TYNELIUS, S. SHIVKUMAR et D. APELIAN. «Microporosity formation in A356.2 castings», Production, refining, fabrication and recycling of light metals, Hamilton, Ontario, Canada, août 1990, p. 323-332.

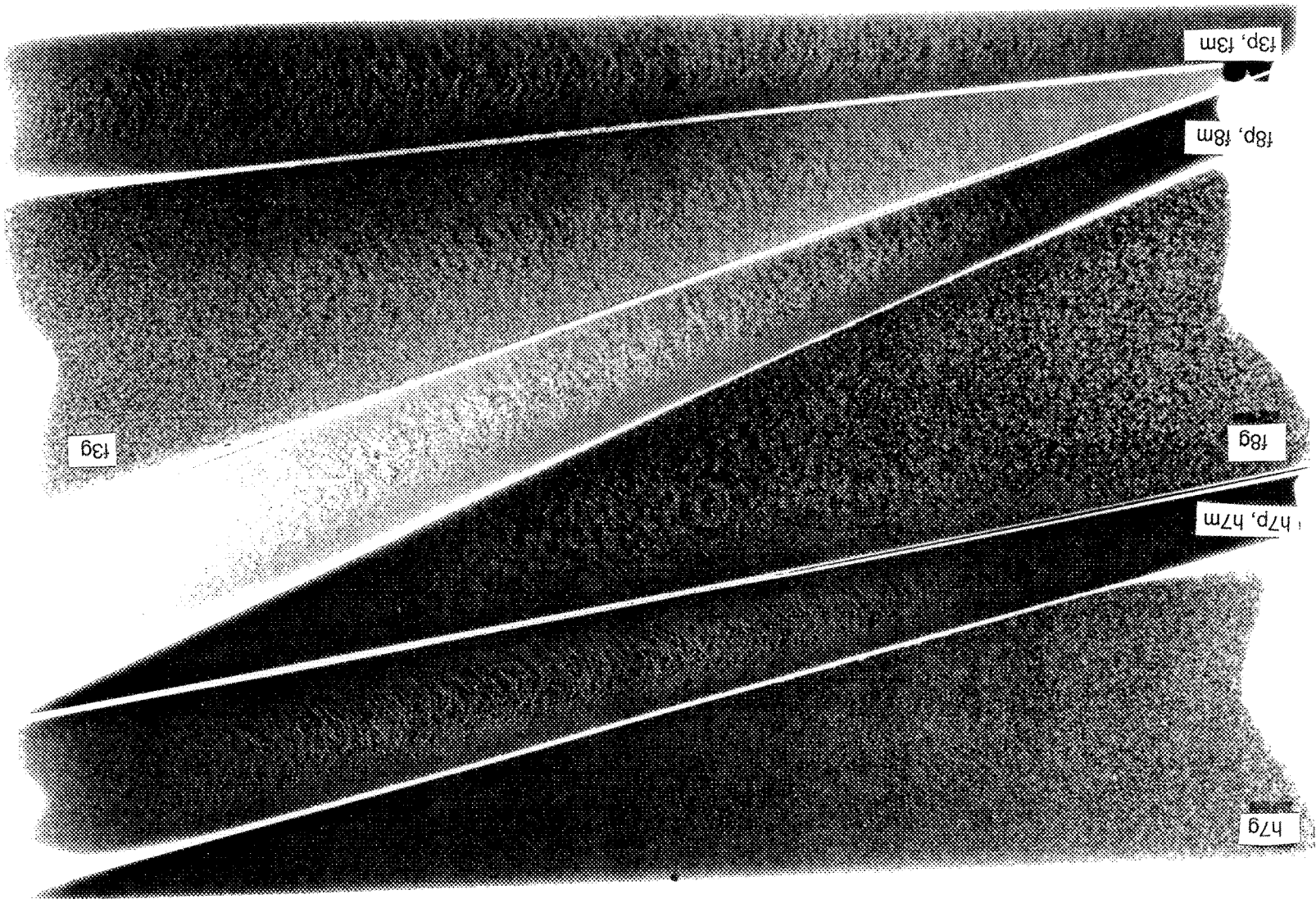
## ANNEXE 1



f1g

f1p, f1m





f3p, f3m

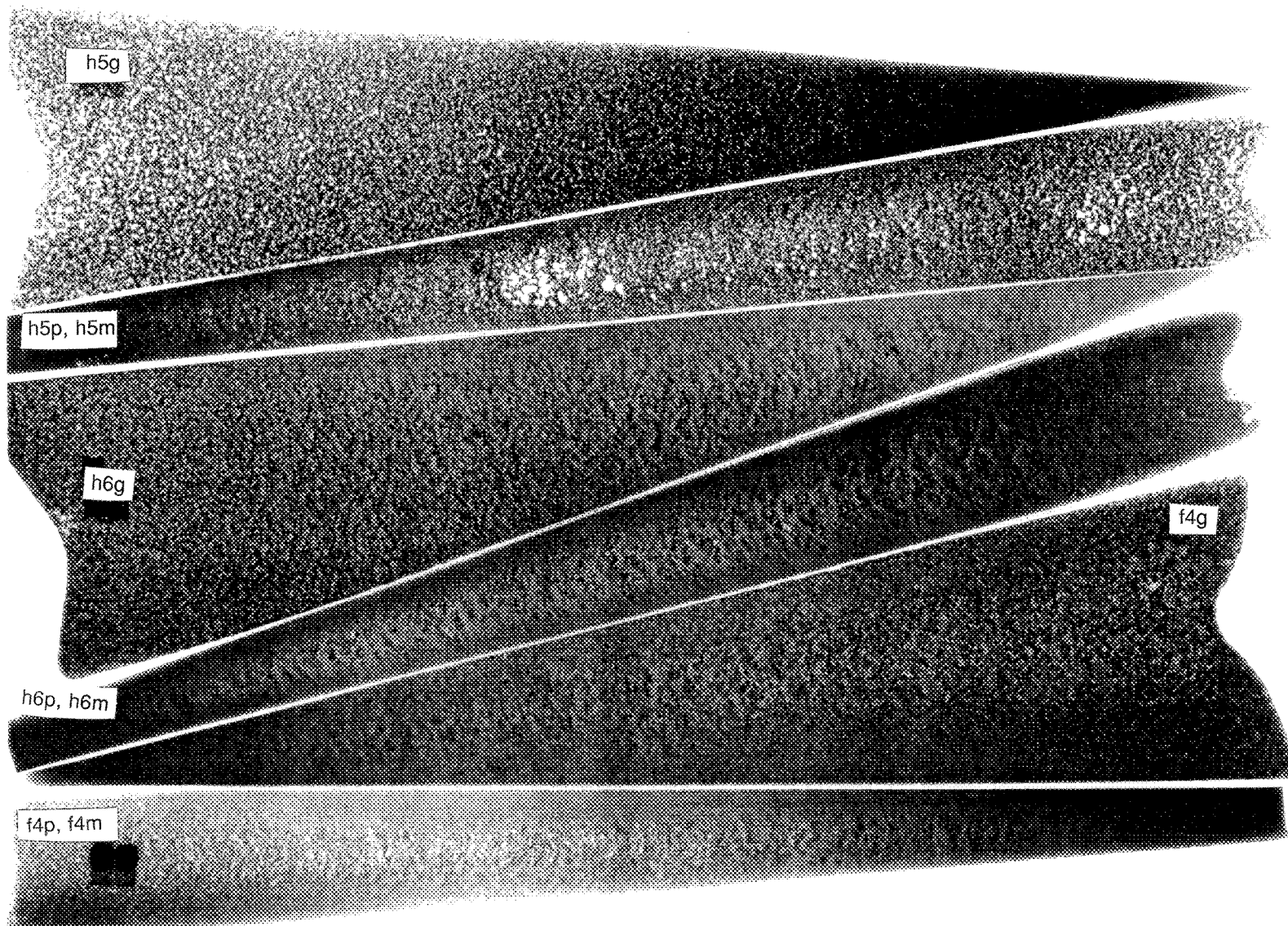
f8p, f8m

f3g

f8g

h7p, h7m

h7g



s6g

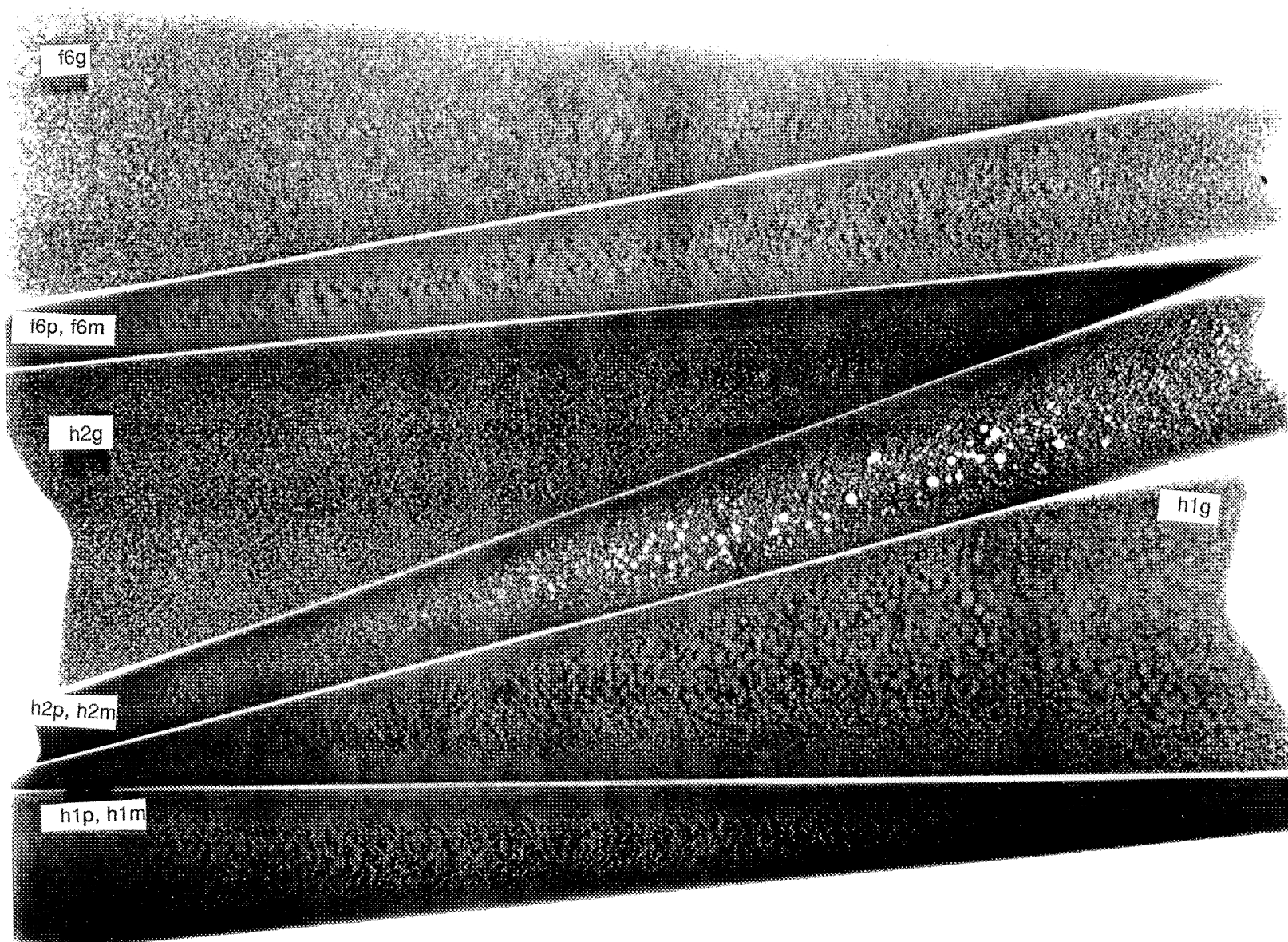
s6p,s6m

43 s7g

f5g

s7p, s7m

f5p, f5m



f6g

f6p, f6m

h2g

h1g

h2p, h2m

h1p, h1m

f7g

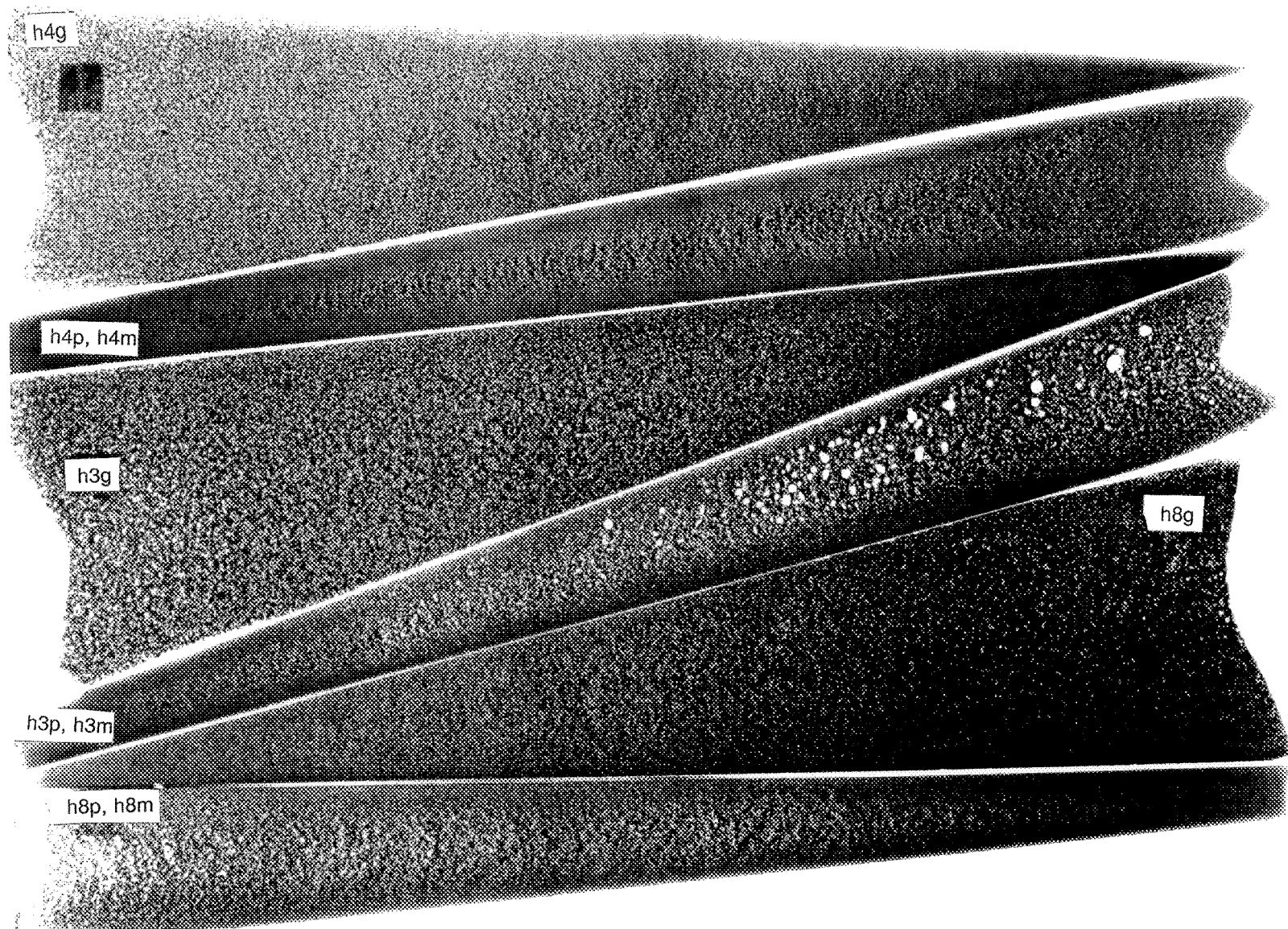
f7p, f7m

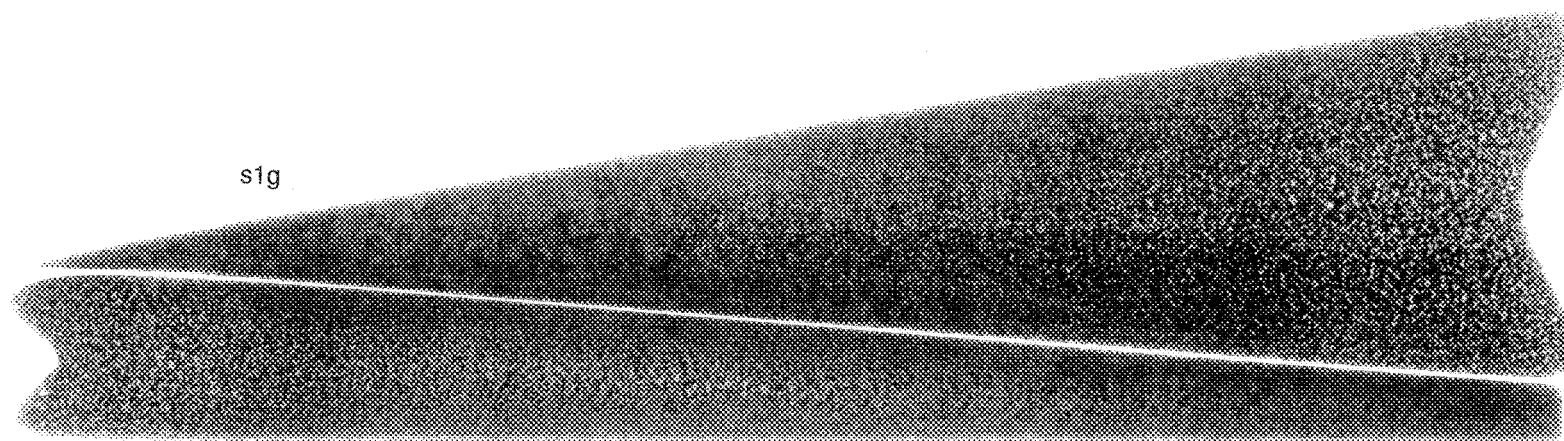
s5g

s8g

s5p, s5m

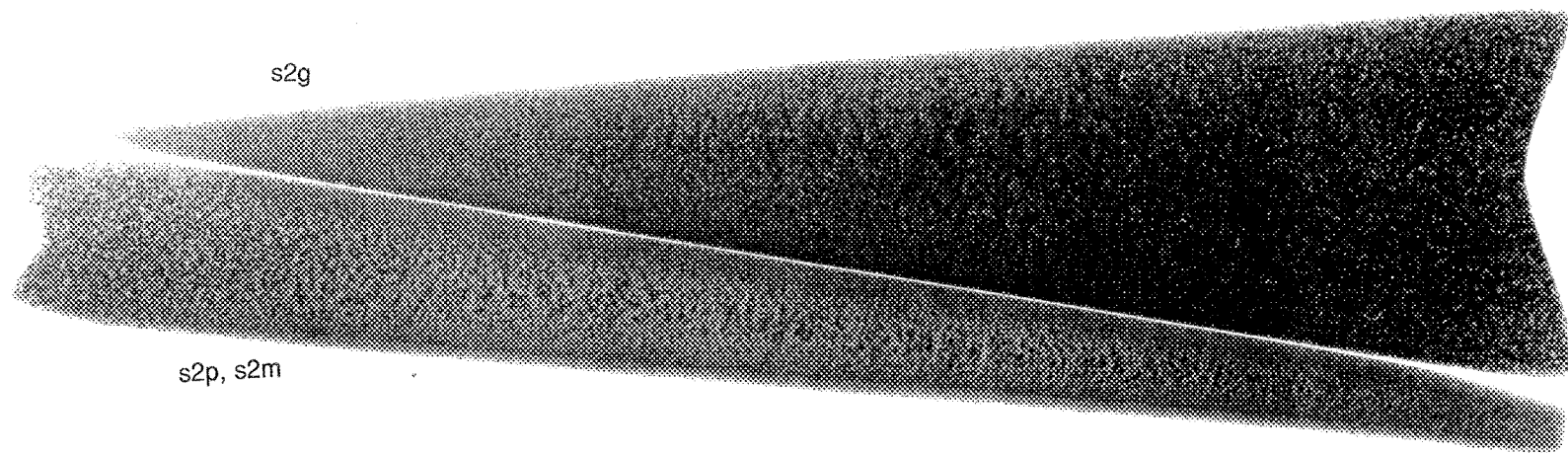
s8p, s8m

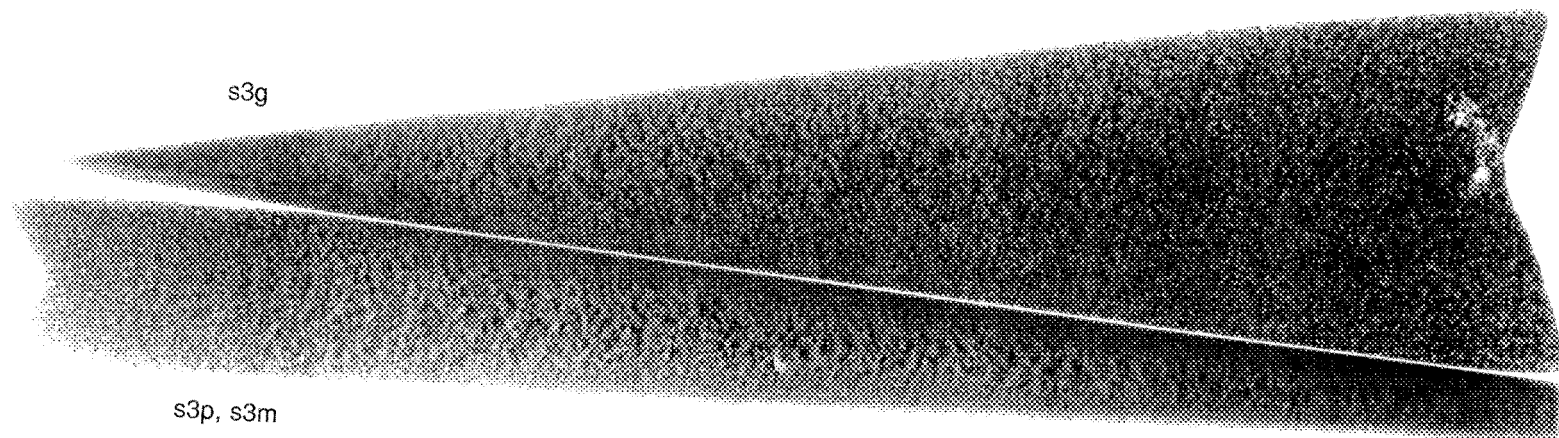




s1g

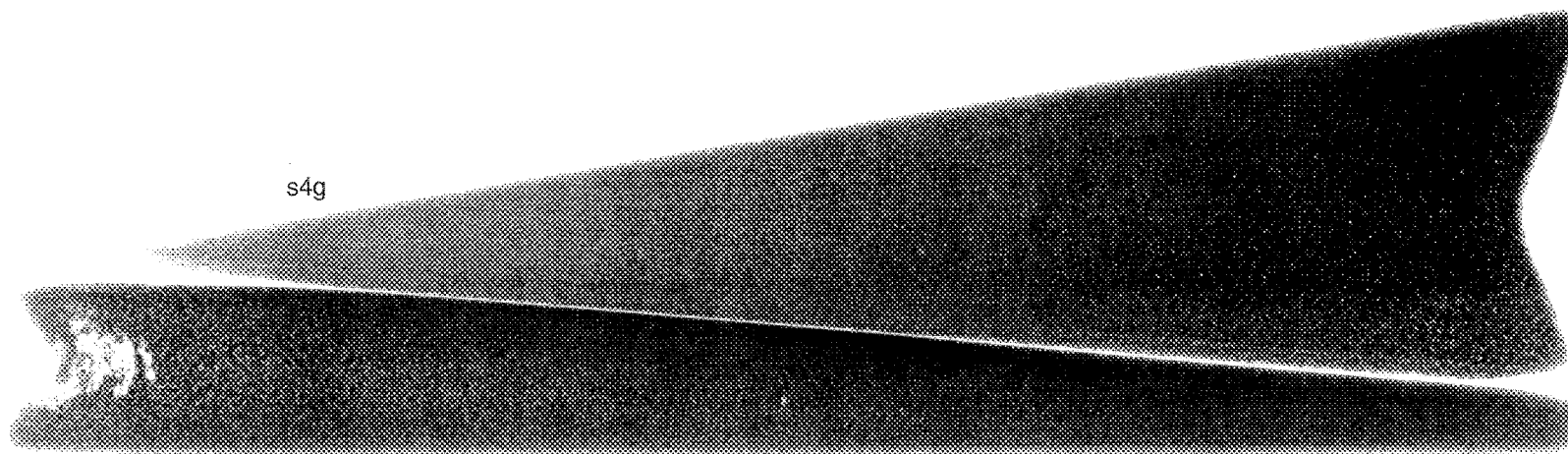
s1p, s1m





s3g

s3p, s3m



s4g

s4p, s4m

## ANNEXE 2

## MESURES DES PARAMÈTRES DE LA POROSITÉ

f1p		porosité surfacique : %0,451		
dimension des pores	longueur (μm)		aire (μm <sup>2</sup> )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	16,7	122	54	4902
valeur maximale	73,9	209	258	22601
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	213	58,4	181	90,1

f1m		porosité surfacique : %1,263		
dimension des pores	longueur (μm)		aire (μm <sup>2</sup> )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	17,4	171	55	9022
valeur maximale	83,6	415	248	67607
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	358	79,9	300	138

f1g		porosité surfacique : %1,264		
dimension des pores	longueur (μm)		aire (μm <sup>2</sup> )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	26,7	200	94,5	15913
valeur maximale	113	338	362	57630
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	121	56,3	98,3	78,8

f2p		porosité surfacique : %0,236		
dimension des pores	longueur (μm)		aire (μm <sup>2</sup> )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,8	150	66	4666
valeur maximale	86,8	598	258	142348
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	208	11,3	171	48,1

f2m		porosité surfacique : %0,392		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	19,4	173	67	3269
valeur maximale	100	354	321	24441
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	537	26,6	453	111

f2g		porosité surfacique : %0,444		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	17,9	224	64	8988
valeur maximale	109	884	269	105665
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	206	19,5	177	48,1

f3p		porosité surfacique : %0,068		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	15,2	135	54	741
valeur maximale	103	135	271	3465
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	525	1,0	469	57,3

f3m		porosité surfacique : %0,377		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	17,0	181	59	2521
valeur maximale	103	341	269	39040
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	935	18,4	823	130

f3g		porosité surfacique : %0,169		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,5	170	72	1406
valeur maximale	129	215	341	15963
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	750	4,1	669	86,0

f4p		porosité surfacique : %0,152		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,7	137	64	1213
valeur maximale	106	203	291	11061
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	552	10,2	461	101

f4m		porosité surfacique : %0,643		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,9	262	65	5922
valeur maximale	116	939	291	174475
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	564	17,4	478	103

f4g		porosité surfacique : %0,383		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,7	164	58	2569
valeur maximale	113	376	248	29208
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	601	30,7	493	138

f5p		porosité surfacique : %0,280		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,6	143	62	3085
valeur maximale	90,0	286	248	35277
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	295	22,5	231	86,0

f5m		porosité surfacique : %0,995		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,9	166	59	5989
valeur maximale	90,0	653	269	97569
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	537	68,6	444	162

f5g		porosité surfacique : %0,632		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	24,6	185	99	7517
valeur maximale	129	392	434	68972
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	292	32,8	244	80,9

f6p		porosité surfacique : %0,611		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	16,8	154	50	7200
valeur maximale	83,9	323	250	48148
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	173	52,2	141	83,9

f6m		porosité surfacique : %1,152		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,3	207	64	10850
valeur maximale	103	416	281	78450
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	345	53,4	295	104

f6g		porosité surfacique : %1,506		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,8	224	61	16824
valeur maximale	100	458	250	60198
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	143	62,4	117	89,1

f7p		porosité surfacique : %0,207		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	20,4	157	66	1581
valeur maximale	100	296	300	24958
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	534	14,3	436	113

f7m		porosité surfacique : %0,982		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	22,9	237	77	4303
valeur maximale	129	932	343	137326
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	923	34,8	743	215

f7g		porosité surfacique : %0,479		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	19,0	153	63	3192
valeur maximale	96,5	312	289	33043
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	641	43,2	545	139

f8p		porosité surfacique : %0,260		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	15,6	158	55	2093
valeur maximale	103	367	269	32216
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	794	18,4	707	105

f8m		porosité surfacique : %0,441		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,7	164	73	2673
valeur maximale	106	306	312	32497
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	685	28,7	564	149

f8g		porosité surfacique : %0,396		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,7	169	81	2989
valeur maximale	119	260	352	21702
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	611	23,5	516	119

h1p		porosité surfacique : %0,061		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	19,2	173	65	972
valeur maximale	123	184	271	6087
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	271	2,0	225	48,1

h1m		porosité surfacique : %0,134		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	20,6	188	63,5	2358
valeur maximale	103	248	281	13455
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	218	10,2	176	52,2

h1g		porosité surfacique : %0,019		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	15,6		85,5	692
valeur maximale	113		354	2248
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	146	0	135	11,3

h2p		porosité surfacique : %2,991		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,6	175	52	8781
valeur maximale	90,3	458	219	83819
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	641	173	476	338

h2m		porosité surfacique : %5,783		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,2	269	71	27820
valeur maximale	103	1094	323	721051
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	511	113	417	207

h2g		porosité surfacique : %3,030		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,5	216	66,5	20163
valeur maximale	93,6	371	343	73632
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	266	120	237	149

h3p		porosité surfacique : %2,202		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,1	229	58	15847
valeur maximale	93,3	431	248	83911
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	255	86,0	203	138

h3m		porosité surfacique : %2,934		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	19,4	285	65,5	24773
valeur maximale	119	606	271	207097
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	332	60,4	274	118

h3g		porosité surfacique : %2,866		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	14,5	321	58,5	43615
valeur maximale	96,5	675	248	153917
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	159	55,3	148	65,5

h4p		porosité surfacique : %0,044		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	14,4		50,5	644
valeur maximale	103		248	3588
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	362	0	319	43,0

h4m		porosité surfacique : %0,180		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,9	183	71	2184
valeur maximale	119	424	310	50692
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	457	9,2	396	69,6

h4g		porosité surfacique : %0,033		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	15,1		56	714
valeur maximale	100		258	2088
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	269	0	243	26,6

h5p		porosité surfacique : %1,837		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,6	224	66	13522
valeur maximale	106	468	271	105494
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	422	63,5	351	134

h5m		porosité surfacique : %3,691		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	20,2	263	69	19514
valeur maximale	116	1132	291	818148
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	616	72,7	502	187

h5g		porosité surfacique : %2,035		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	15,3	357	63	31225
valeur maximale	122	691	310	191282
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	365	39,9	340	64,5

h6p		porosité surfacique : %0,145		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	17,9	147	59,5	1218
valeur maximale	113	199	248	11704
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	539	10,2	453	97,3

h6m		porosité surfacique : %0,382		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,7	219	78	2772
valeur maximale	122	527	321	88988
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	644	14,3	535	123

h6g		porosité surfacique : %0,055		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	16,0		68	820
valeur maximale	119		321	2667
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	445	0	412	33,6

h7p		porosité surfacique : %0,032		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	12,9		49,5	486
valeur maximale	87,1		250	1821
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	340	0	305	34,8

h7m		porosité surfacique : %0,175		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,2	129	51,5	1107
valeur maximale	93,6	213	229	9272
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	613	16,4	495	135

h7g		porosité surfacique : %0,053		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	14,3		61	735
valeur maximale	103		331	1840
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	497	0	464	33,8

h8p		porosité surfacique : %1,804		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	19,9	175	57,5	7837
valeur maximale	93,3	386	269	45750
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	488	135	396	227

h8m		porosité surfacique : %3,597		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	20,4	241	66	14689
valeur maximale	106	848	271	229074
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	620	120	497	243

h8g		porosité surfacique : %1,448		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	15,7	247	57,5	15683
valeur maximale	103	558	281	78668
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	365	56,3	331	91,1

s1p		porosité surfacique : %0,061		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	27,3	179	83	2620
valeur maximale	113	235	321	23170
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	65,0	2,3	45,4	21,9

s1m		porosité surfacique : %0,608		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	29,2	190	97	4088
valeur maximale	132	302	383	36435
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	421	29,7	309	141

s1g		porosité surfacique : %0,753		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	27,5	245	120	9860
valeur maximale	161	338	486	58302
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	272	23,5	222	73,7

s2p		porosité surfacique : %0,340		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,5	127	64	3784
valeur maximale	88,5	192	283	20042
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	247	36,2	197	86,7

s2m		porosité surfacique : %1,455		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,8	183	59	7406
valeur maximale	93,3	450	258	44995
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	592	96,2	495	193

s2g		porosité surfacique : %1,162		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,3	217	75	14406
valeur maximale	119	408	341	69706
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	188	48,1	157	79,9

s3p		porosité surfacique : %0,021		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	12,9		42	507
valeur maximale	90,0		196	2512
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	193	0	166	27,6

s3m		porosité surfacique : %0,327		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	19,7	193	65	2786
valeur maximale	106	540	258	48211
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	468	22,5	382	109

s3g		porosité surfacique : %0,105		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	26,7	206	98	1552
valeur maximale	171	206	364	10343
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	249	1	195	55,3

s4p		porosité surfacique : %0,062		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	19,7	215	78,5	2497
valeur maximale	116	215	331	26458
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	128	1	107	21,5

s4m		porosité surfacique : %0,233		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	19,4	157	72	2773
valeur maximale	103	312	321	28929
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	382	16,4	323	75,8

s4g		porosité surfacique : %0,332		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	18,0	159	63	4011
valeur maximale	96,5	399	289	26168
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	429	24,6	377	76,8

s5p		porosité surfacique : %0,358		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenné	22,5	158	63	3178
valeur maximale	103	273	279	26561
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	336	26,6	255	107
s5m		porosité surfacique : %1,376		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	24,5	198	66,5	7748
valeur maximale	103	587	260	75036
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	401	70,6	297	175
s5g		porosité surfacique : %0,909		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	20,3	173	64	8956
valeur maximale	103	322	269	44261
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	206	59,4	165	100
s6p		porosité surfacique : %0,042		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,5	141	67	2320
valeur maximale	113	141	248	13399
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	69,6	1,0	54,3	16,4

s6m		porosité surfacique : %2,009		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	30,4	367	130	7091
valeur maximale	209	1058	507	391952
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	1064	28,7	824	268

s6g		porosité surfacique : %0,624		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	22,3	214	83	6536
valeur maximale	129	344	352	43879
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	328	29,7	265	92,1

s7p		porosité surfacique : %0,110		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	19,0	173	58	1515
valeur maximale	100	350	227	18011
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	262	7,2	205	64,5

s7m		porosité surfacique : %0,993		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	19,6	236	61,5	4458
valeur maximale	113	743	248	216592
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	892	31,7	711	213

s7g		porosité surfacique : %0,357		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	21,8	198	89,5	3925
valeur maximale	154	283	372	39216
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	381	13,3	310	83,9

s8p		porosité surfacique : %0,060		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	15,7	144	52	918
valeur maximale	90,3	200	239	5036
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	330	6,1	287	49,1

s8m		porosité surfacique : %0,537		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	20,8	222	73	3499
valeur maximale	123	490	312	86181
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	645	25,6	528	142

s8g		porosité surfacique : %0,241		
dimension des pores	longueur ( $\mu\text{m}$ )		aire ( $\mu\text{m}^2$ )	
partie	exponentielle	uniforme	exponentielle	uniforme
valeur moyenne	20,5	142	67	1859
valeur maximale	103	299	269	11797
densité (pores/cm <sup>2</sup> )	507	21,5	414	115