



UNIVERSITÉ DU QUÉBEC
À CHICOUTIMI

MÉMOIRE

PRÉSENTÉ À

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

PAR

DANY RACINE

**EFFET DU TEMPS ET DE LA TEMPÉRATURE SUR
L'HOMOGÉNÉISATION D'UN ALLIAGE D'ALUMINIUM AA6061
DESTINÉ AU FORGEAGE À CHAUD**

MARS 2009



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 place que prend l'aluminium sur le marché des métaux est de plus en plus importante en raison de ses différentes qualités comme sa légèreté et ses bonnes propriétés mécaniques. Ceci est particulièrement vrai dans le domaine de l'automobile où il remplace de plus en plus l'acier. Cette industrie utilise souvent le forgeage comme méthode de mise en forme pour obtenir un maximum de résistance et de fiabilité des pièces faites d'aluminium. Ces pièces ont l'avantage d'être légères, solides et résistantes à la corrosion mais ont l'inconvénient d'être plus coûteuses à réaliser.

Dans le cas de la fabrication de bras de suspension forgés à chaud, quatre étapes principales permettent de passer de l'aluminium liquide au produit fini. La première étape est la coulée en direct chill (D.C.) de billettes de haute qualité ayant de petits diamètres (50 - 100mm). La deuxième consiste en un traitement d'homogénéisation qui a pour but de rendre les billettes telles que coulées aptes au forgeage en les portant à des températures légèrement sous le point de fusion de l'alliage. Après un refroidissement contrôlé, les billettes sont coupées en lopins qui sont ensuite entreposés. Lors de la troisième étape, les lopins sont préchauffés et maintenus une seconde fois à haute température. Finalement, à la quatrième étape, ils sont transférés vers une presse mécanique de forgeage à chaud et y sont forgés.

Une façon d'optimiser ce procédé est de réduire le nombre d'étapes de fabrication. Ici, les températures atteintes lors des étapes d'homogénéisation et de préchauffe sont similaires. La

préchauffe pourrait donc possiblement être utilisée comme traitement d'homogénéisation, éliminant la nécessité d'un traitement séparé. Pour ce faire, la préchauffe doit remplir les mêmes fonctions que l'homogénéisation, soit diminuer suffisamment la présence de ségrégation d'éléments d'alliage ainsi que de phases à bas point de fusion et transformer les intermétalliques de fer β -AlFeSi indésirables en α -Al(FeMn)Si moins dommageables. Une diminution adéquate de la microségrégation, de la quantité de phase à bas point de fusion et de phase β -AlFeSi permet d'éviter plusieurs problèmes potentiels lors du forgeage : fissuration, bande d'échauffement adiabatique, liquation de certaines phases, etc. Les bénéfices visés par préchauffe seule devront s'obtenir après un temps de maintien minimum raisonnable qui est déterminé, entre autres, par les phases présentes, les éléments d'alliages utilisés ainsi que leur quantité.

Le but de l'étude est de vérifier l'équivalence entre des échantillons tels que coulés ayant eu une homogénéisation formelle suivi d'une préchauffe avant forgeage avec d'autres seulement préchauffés. Les échantillons seront soumis à différents profils de préchauffe avec des temps de maintien variant de 10 à 240 minutes à des températures se situant entre 450 et 565°C. L'équivalence de traitement est évaluée en fonction de quatre critères de comparaison, soit l'avancement de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$, le niveau de microségrégation présent dans l'espace interdendritique, la température de première fusion de l'alliage et finalement la réponse en forgeage libre. Chaque test nécessite une méthode d'investigation appropriée comme la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la calorimétrie et l'essai de compression uniaxial à chaud.

Les tests ont révélé que, pour l'alliage AA6061 (Al-Mg-Si) à l'étude, certaines conditions de préchauffe pouvaient effectivement remplacer le traitement d'homogénéisation. Ils démontrent qu'un niveau adéquat de microségrégation est rapidement atteint et qu'une transformation suffisante ou complète de la phase β -AlFeSi en α -Al(Fe,Mn)Si s'effectue dans des temps raisonnables inférieurs à 120 min pour toutes les températures testées. Les contraintes d'écoulement du matériel coulé - préchauffé sont toutefois légèrement supérieur à celles d'un matériau ayant été homogénéisé. Au final, les résultats ont permis la construction de cartes de procédé, indiquant le degré atteint d'homogénéisation du matériau tel que coulé après préchauffe selon différents critères. Une carte résumé donne l'estimation de la forgeabilité du matériel tel que coulé vs homogénéisé selon différentes conditions de préchauffe.

Remerciements

Je voudrais prendre le temps de temps de nommer les acteurs principaux qui m'ont permis de réaliser ce projet de maîtrise. Je voudrais remercier mon directeur de maîtrise, M. André Charette, qui m'a donné les ressources et le support nécessaire à ce long projet d'étude, mon codirecteur, M. X.G. Chen, pour son soutien ainsi que pour son professionnalisme très apprécié lors de mon parcours universitaire et finalement mon coordonnateur industriel, M. Martin Fortier, qui m'a poussé à approfondir mon raisonnement et qui m'a fait part de ses connaissances très utiles sur le sujet.

Je voudrais aussi remercier les techniciens, Martin Bouchard, Gilles Lemire, Patrice Paquette et Pascal Vandal, sans l'aide de qui mon travail aurait été beaucoup plus difficile. Donc, Martin, Gilles, Patrice et Pascal, je vous dis un gros merci pour l'aide apportée.

Finalement, je voudrais remercier ma famille et mon entourage qui m'ont soutenu et aidé à leur façon, surtout ma belle Lydia qui m'a donné les encouragements si nécessaires aux derniers milles avant la fin de ma maîtrise.

Table des Matières

Résumé	i
Remerciements	iv
Table des Matières	v
Liste des figures	viii
Liste des tableaux	xii
Liste des symboles et abréviations	xiii
Chapitre 1. Introduction	1
Chapitre 2. Revue de la littérature	4
2.1. Le forgeage	4
2.1.1. Introduction	4
2.1.2. Procédé	7
2.1.3. Paramètres	11
2.1.4. Microstructure résultante	16
2.2. Production des billettes	17
2.2.1. L'alliage	18
2.2.2. La coulée D.C.	20
2.2.3. La solidification	21
2.2.4. La microstructure	24
2.3. Traitements thermiques	28
2.3.1. Homogénéisation et préchauffe	28
2.3.2. Cinétique de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$	32

Chapitre 3. Procédure expérimentale	34
3.1. Prélèvements des échantillons	37
3.2. Processus expérimentaux	38
3.3. Cueillettes et traitements des données	40
3.3.1. Microstructure globale	40
3.3.2. Caractérisation des phases et transformation $\beta \rightarrow \alpha$	41
3.3.3. Microségrégation des éléments d'alliage	44
3.3.4. Température de première fusion	45
3.3.5. Le Forgeage	46
Chapitre 4. Résultats et discussion	49
4.1. Microstructure globale	50
4.1.1. Caractérisation des grains	50
4.1.2. Phases typiques de l'alliage après la coulée	54
4.1.3. Microstructure avant et après traitement d'homogénéisation	59
4.2. Caractérisation des phases après préchauffe	61
4.2.1. Transformation $\beta \rightarrow \alpha$	62
4.2.2. Les phases Mg ₂ Si	79
4.3. Température de première fusion	83
4.4. Microségrégation des éléments d'alliage	85
4.5. Courbes de forgeage	93
4.6. Discussion	98
Chapitre 5. Conclusion	106
Chapitre 6. Recommandations	113

Bibliographie **116**

Annexe I : Paramètres expérimentaux **119**

Liste des figures

Figure 1.1 :	Procédé industriel partant de la coulée de la billette au forgeage, avec traitement d'homogénéisation (a) et optimisé sans homogénéisation (b)	3
Figure 2.1 :	Simulation par le logiciel Forge2008 d'une pièce forgée en deux étapes ; En haut : forgeage avec matrices ouvertes simples d'une billette et obtention d'une préforme. En bas : forgeage de la pièce finale à partir de la préforme avec matrices fermées complexes.	5
Figure 2.2 :	Bras de suspension automobile obtenu par forgeage d'une billette coulée en D.C. et extrudée	6
Figure 2.3 :	Courbes de contrainte-déformation vraie d'un 6061 compressé à 300°C (a) et 500°C (b) pour différentes vitesses de déformation [10]	13
Figure 2.4 :	Carte de procédé pour un 6061 déformé à $\varepsilon = 0,5$. Les lignes d'isocontour représentent l'efficacité de la dissipation de puissance et les zones ombrées correspondent à des écoulements instables [10].	15
Figure 2.5 :	Structure fibreuse d'une pièce après forgeage	16
Figure 2.6 :	Vue en coupe de la production d'une billette en coulée D.C.. Vue globale (a) et vue rapprochée de la zone de solidification (b).	21
Figure 2.7 :	Relations de différents facteurs influençant la microstructure finale et les propriétés mécaniques (paramètres de la coulée D.C. en vert et effets sur la microstructure en noir)	22
Figure 2.8 :	Pseudo projection d'un tétraèdre à quatre phases pour différentes compositions en Cu, Mg et Si d'alliages d'aluminium [21] à l'équilibre à 20°C	27
Figure 2.9 :	Étapes et schématisation du profil de l'homogénéisation et de la préchauffe	29
Figure 2.11 :	f_α de différents alliages sans Cr en fonction du temps d'homogénéisation à 580°C. L'alliage à l'étude se situe entre A2 et H3 avec un $C_{Mn} = 0,11\%$ poids [4]. Le temps pour atteindre $f_\alpha = 0,8$ est estimé à ~ 120 min.	33
Figure 3.2 :	Schéma du prélèvement des échantillons dans le cylindre dédié (a) qui sont d'abord prélevés dans la billette (b)	38
Figure 3.3 :	Schéma du déroulement des expériences pour les états tel que coulé et homogénéisé	39
Figure 4.1 :	Attaque chimique d'une section de billette de coulée avec une solution de HF à 0,5% pour révéler les joints de grains (en noir). Micrographie prise à 200x au bord de la billette (taille de grains moyenne de 41µm).	51

Figure 4.2 :	Attaque chimique d'une section de billette de coulée avec une solution de HF à 0,5% pour révéler les joints de grains (en noir). Micrographie prise à 200x à mi-rayon de la billette (taille de grains moyenne de 64µm).	51
Figure 4.3 :	Attaque chimique d'une section de billette de coulée avec une solution de HF à 0,5% pour révéler les joints de grains. Micrographie prise à 200x au centre de la billette (taille de grains moyenne de 60µm).	51
Figure 4.4 :	Moyenne des mesures d'interception le long de l'axe radial. La zone de prélèvement des échantillons, entre 15,5 et 40,5mm présente une taille de grains moyenne de 61µm.	52
Figure 4.5 :	Bord de la billette telle que coulée attaquée avec une solution de HF à 0,5% pour révéler les joints de grains. Micrographie prise à 200x montrant la zone corticale située entre le bord noir et la ligne rouge.	53
Figure 4.6 :	Micrographie optique du matériel de coulée. Montre les phases Mg ₂ Si et β-Al ₅ FeSi.	55
Figure 4.7 :	Micrographie optique du matériel de coulée. Montre les phases Q et/ou θ et α-Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si ₂ .	55
Figure 4.8 :	Micrographie M.E.B. du matériel de coulée avec addition de fausses couleurs. Montre les phases Mg ₂ Si, α (rose pâle) et β (bleu).	55
Figure 4.9 :	Analyse de composition de plaques de β-Al ₅ FeSi adjacentes à de la matrice d'aluminium ainsi qu'à des phases Mg ₂ Si (taches noires)	56
Figure 4.10 :	Analyse de composition de la phase α-Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si ₂ en forme de script chinois	56
Figure 4.11 :	Analyse de composition d'un agrégat d'une ou plusieurs phases de forme sphérique avec de fines structures internes (possiblement une version non stœchiométrique de la phase Q-Al ₁₅ Cu ₂ Mg ₈ Si ₆)	56
Figure 4.12 :	Simulation de la solidification de l'alliage étudié, réalisée à l'aide du logiciel Thermo-Calc. Les résultats donnent la température en fonction de la fraction massique des phases (a). Zoom sur la formation des phases secondaires (b).	58
Figure 4.13 :	Micrographie de 500x de l'état de coulée. Présence de différentes phases.	59
Figure 4.34 :	Ligne d'analyse EDX donnant la variation du % at. de Mg et Si de l'état homogénéisé (Homo) et de coulée (As Cast)	86
Figure 4.35 :	Variation du % at. de Mg et Si après 35 min à 450°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	86
Figure 4.36 :	Variation du % at. de Mg et Si après 245 min à 450°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	86
Figure 4.37 :	Variation du % at. de Mg et Si après 35 min à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	87

Figure 4.38 :	Variation du % at. de Mg et Si après 245 min à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	87
Figure 4.39 :	Variation du % at. de Mg et Si après 45 min à 490°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	89
Figure 4.40 :	Variation du % at. de Mg et Si après 90 min à 490°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	89
Figure 4.41 :	Variation du % at. de Mg et Si après 120 min à 490°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	89
Figure 4.42 :	Variation du % at. de Mg et Si après 30 min à 520°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	90
Figure 4.43 :	Variation du % at. de Mg et Si après 60 min à 520°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	90
Figure 4.44 :	Variation du % at. de Mg et Si après 90 min à 520°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	90
Figure 4.45 :	Variation du % at. de Mg et Si après 20 min à 535°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	91
Figure 4.46 :	Variation du % at. de Mg et Si après 45 min à 535°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	91
Figure 4.47 :	Variation du % at. de Mg et Si après 75 min à 535°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	91
Figure 4.48 :	Variation du % at. de Mg et Si après 15 min à 550°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	92
Figure 4.49 :	Variation du % at. de Mg et Si après 30 min à 550°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	92
Figure 4.50 :	Variation du % at. de Mg et Si après 45 min à 550°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	92
Figure 4.51 :	Variation du % at. de Mg et Si après 10 min à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	93
Figure 4.52 :	Variation du % at. de Mg et Si après 20 min à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)	93
Figure 4.53 :	Contrainte d'écoulement à 450°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 35 et 245 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})	94
Figure 4.54 :	Contrainte d'écoulement à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 35 et 245 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})	94

Figure 4.55 :	Contrainte d'écoulement à 490°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 45, 90 et 120 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})	95
Figure 4.56 :	Contrainte d'écoulement à 520°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 30, 60 et 90 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})	95
Figure 4.57 :	Contrainte d'écoulement à 535°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 20, 45 et 75 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})	96
Figure 4.58 :	Contrainte d'écoulement à 550°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 15, 30 et 45 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})	96
Figure 4.59 :	Contrainte d'écoulement à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 10 et 20 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})	96
Figure 4.60 :	Pourcentage d'écart entre l'état de coulée et homogénéisé lors d'essais de forgeage à différentes conditions de préchauffe	100
Figure 4.61 :	Écart absolu de contrainte entre l'état de coulée et homogénéisé lors d'essais de forgeage à différentes conditions de préchauffe	101
Figure 5.1 :	Évaluation du niveau de similitude pour la microségrégation entre l'état de coulée vs homogénéisé pour différentes conditions de préchauffe	107
Figure 5.2 :	Évaluation du niveau de similitude pour la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ entre l'état de coulée vs homogénéisé pour différentes conditions de préchauffe	108
Figure 5.3 :	Évaluation du niveau de similitude pour la contrainte d'écoulement entre l'état de coulée vs homogénéisé pour différentes conditions de préchauffe	109
Figure 5.4 :	Estimation de la forgeabilité du matériel tel que coulé vs homogénéisé pour tous les critères d'homogénéité à différentes conditions de préchauffe	110

Liste des tableaux

Tableau 2.1 : Caractéristiques des principaux types de presses utilisées dans l'industrie [9]	9
Tableau 2.2 : Capacités des principaux types de presses utilisées dans l'industrie [9]	10
Tableau 2.3 : Capacités des principales variantes de presses à marteau [9]	10
Tableau 2.4 : Caractéristiques des différents types de matrices fermées utilisées en forgeage	11
Tableau 2.5 : Classification des alliages d'aluminium (durcissement par, TT : Traitement thermiquement, E : écrouissage)	19
Tableau 2.6 : Limite de composition de l'AA6061 avec composition de l'alliage à l'étude	20
Tableau 2.7 : Effets des différents éléments d'alliage [8]	20
Tableau 2.8 : Température de solidification de divers intermétalliques de la série 6xxx [12-15]	24
Tableau 2.9 : Séquence de précipitation du Mg ₂ Si après mise en solution [18, 19]	26
Tableau 2.10 : Phases présentes selon la teneur en Cu d'un AA6061 balancé en Mg et Si lors d'un vieillissement optimum (Peak age) et d'un survieillissement (OA) [11]	27
Tableau 2.11 : Facteurs de diffusions de différents éléments dans l'aluminium solide. Utilisé pour le calcul de la quantité de diffusion $D = D_0 \cdot \exp^{(Qd/RT)}$ (figure 3.1)	28
Tableau 3.1 : Conditions de temps et de températures pour la comparaison des états homogénéisés - préchauffés vs préchauffés	35
Tableau 3.2 : Techniques de mesure et observation du phénomène relié	36
Tableau 3.3 : Mesures obtenues à l'aide du microscope optique pour chaque phase	43
Tableau 4.1 : Espace interdendritique, temps de solidification et vitesse de refroidissement estimée (D.A.S.=7,5*t ^{0,39} [8] avec une intervalle de solidification de 38°C)	50
Tableau 4.2 : Position, dimension et volume approximatif des différentes zones	53
Tableau 4.6 : Résultats préliminaires de la quantité de Mg ₂ Si pour différentes conditions de préchauffe	80
Tableau 4.7 : Quantité de Mg ₂ Si pour différentes conditions de préchauffe	82
Tableau 4.8 : Température de première fusion de l'alliage pour différentes conditions de préchauffe (phase préliminaire). Essais de DSC fait de 520°C à 680°C avec une montée en température de 30°C/min.	84
Tableau 4.9 : Résumé des données importantes à l'étude	98
Tableau 4.10 : Liste des principaux phénomènes influençant la contrainte d'écoulement	101

Liste des symboles et abréviations

α :	Abréviation de $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$
β :	Abréviation de $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$
f_α :	Fraction de la phase α par rapport au total des phases $\alpha+\beta$
e :	Déformation d'ingénierie
ε :	Déformation vraie
$\dot{\varepsilon}$:	Taux de déformation
σ_E :	Contrainte d'ingénierie
σ_T :	Contrainte vraie
π :	Constante Pi (3.14159...)
A :	Aire
D :	Diamètre
D_0 :	Facteur préexponentiel de diffusion indépendant de la température (m^2/sec)
D_{Mg} :	Coefficient de diffusion du magnésium dans l'aluminium (m^2/sec)
H_0 :	Hauteur initial
H_1 :	Hauteur au temps 1
H_2 :	Hauteur au temps 2
H_f :	Hauteur final
Q_d :	Énergie d'activation de la diffusion (J/mol)
R :	Constante des gaz parfait (8,314472 J/[mol·K])
T :	Température (Kelvin ou Celsius selon indication)
T_1 :	Temps 1
T_2 :	Temps 2

D.A.S. :	Dendrite Arm Spacing ou espace interdendritique
D.C. :	Direct-Chill ou coulée en refroidissement continu
DSC :	Differential Scanning Calorimetry ou calorimétrie différentielle à balayage
EDX :	Energy Dispersive X-rays spectroscopy ou analyse dispersive en énergie d'un spectre de rayon X
MEB :	Microscope Électronique à Balayage

Légende des figures avec condition de préchauffe.

Les lettres au début indique l'état de l'échantillon avant préchauffe, soit tel que coulé (AC pour As Cast) ou homogénéisé (H), ensuite vient la température de forgeage cible en Celsius, puis vient le temps de maintien à cette température en minute.

Exemple pour un échantillon tel que coulé préchauffé à 490°C avec un temps de maintien de 45 min

État avant préchauffe	Température de forgeage	Temps de maintien
AC	490	45

Chapitre 1. Introduction

Dans leur quête de rendement, les industriels cherchent toujours de nouveaux moyens pour augmenter les gains et diminuer les pertes. Un effort soutenu existe donc pour optimiser les étapes et coûts associés aux processus de production qui amènent le matériel tel que reçu au produit fini. Certains procédés comportent plusieurs étapes qui peuvent se révéler, après évaluation, superflues et/ou désuètes. En les éliminant ou les améliorant, le temps et les coûts de manutention diminuent tout en préservant ou augmentant la qualité désirée des produits.

Le procédé en cours d'optimisation dans la présente étude est l'utilisation de billettes d'aluminium AA6061 (Al-Mg-Si) comme matière brute dans l'industrie du forgeage. Il comporte quatre étapes majeures. D'abord, l'alliage est coulé en billettes de grands diamètres (#1), typiquement de 180 à 250mm. Ensuite, elles doivent être homogénéisées (#2) avant d'être extrudées (#3) à un diamètre convenant au forgeage (environ 100mm) et sont finalement coupées en lopins de longueur appropriées puis forgées (#4). Des progrès au niveau de la coulée D.C. (Direct-Chill) assistée par gaz, permettent l'obtention de billettes de plus petits diamètres (entre 50 et 100mm) ayant une excellente qualité de surface. Ceci autorise l'utilisation directe du matériel pour le forgeage sans passer par l'extraction et constitue une première amélioration. L'utilisation de ce type de billettes est actuellement en augmentation dans l'industrie.

Afin de pousser l'optimisation du procédé un peu plus loin, une étude a examiné la possibilité d'éliminer le traitement d'homogénéisation lors du forgeage à froid de billettes telles que coulées [1]. Il s'est avéré que sans ce traitement, la présence de réseaux d'intermétalliques de

β -AlFeSi fragilisant autour des joints de grains et dans l'espace interdendritique menait à l'initiation et la propagation de fissures. Les pièces ainsi forgées avaient de mauvaises propriétés mécaniques en plus de donner une performance médiocre lors du forgeage. Ce problème, engendré par ces intermétaliques en forme de plaque, n'est pas récent et est mentionné un peu partout dans la littérature pour divers alliages de la série 6xxx [1-5].

L'homogénéisation a pour but de corriger ce problème par un maintien à haute température entre $\sim 500^{\circ}\text{C}$ et 600°C . La diffusion est alors facilitée, permettant la transformation et la fragmentation des phases β -AlFeSi en phases α -Al(Fe,Mn)Si plus sphériques et moins néfastes. Cette transformation est largement dépendante du temps et de la température de maintien ainsi que de la composition de l'alliage [4]. Le maintien, qui ne dépasse généralement pas 6h, permet aussi la dissolution de phases à bas point de fusion, principalement le Mg₂Si ainsi que l'élimination de gradients de microségrégation, tous deux pouvant mener à différents problèmes. L'homogénéisation des billettes telles que coulées demeure donc une étape préalable essentielle aux procédés à déformations sévères comme le forgeage ou l'extrusion [1, 5, 6].

Néanmoins, dans le cas du forgeage à chaud, un maintien à haute température est fait lors de la préchauffe du matériel à la température de forgeage. Ce maintien se situe généralement entre 450°C et 565°C et chevauche partiellement la plage de température de l'homogénéisation. De plus, sa durée est compatible au temps de maintien requis pour effectuer l'homogénéisation des petites billettes, soit un peu plus d'une heure. Il serait donc envisageable d'omettre l'homogénéisation si ces effets bénéfiques se produisent en quantité suffisante lors de la préchauffe.

La présente étude a ainsi pour but de déterminer si certaines conditions de préchauffe peuvent effectivement remplacer le traitement d'homogénéisation de la figure 1.1a lorsque le matériel est destiné au forgeage à chaud. Le procédé optimisé, illustré à la figure 1.1b, n'aurait plus que deux étapes majeures, soit la coulée de l'alliage et son forgeage à chaud. Il en résulterait un abaissement notable des coûts et des temps de production tout en augmentant l'efficacité du procédé pour une qualité de produit similaire. Cependant, s'il s'avère que l'homogénéisation est tout de même requise, la nécessité de cette étape n'en sera que confirmée.

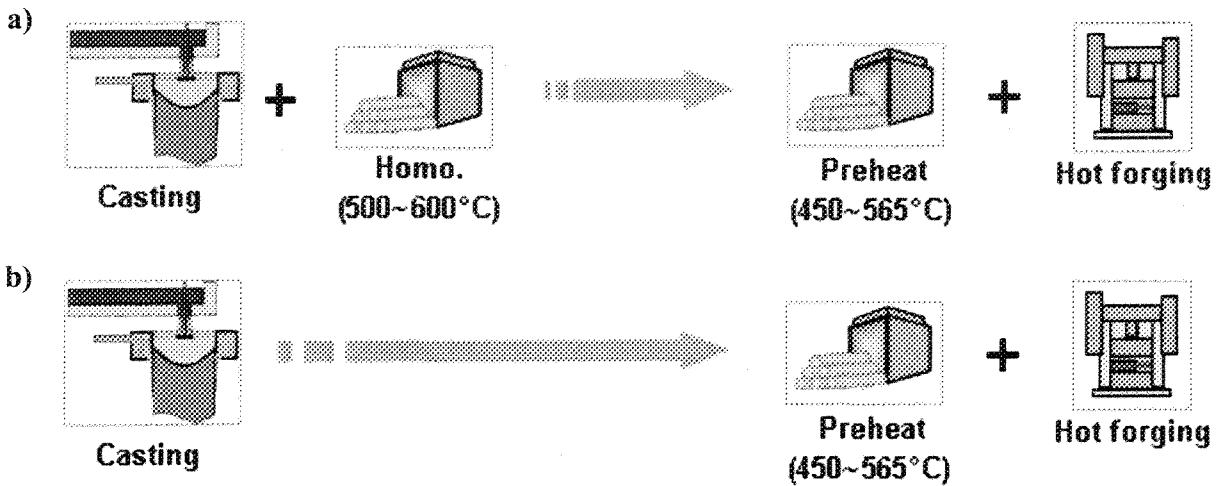


Figure 1.1 : Procédé industriel partant de la coulée de la billette au forgeage, avec traitement d'homogénéisation (a) et optimisé sans homogénéisation (b)

Chapitre 2. Revue de la littérature

Les différentes étapes de production permettant l'obtention de pièces forgées est présentée dans cette section. Une description globale, accompagnée d'une analyse de leurs impacts sur le matériau, permettra une meilleure compréhension des phénomènes influençant les propriétés mécaniques et la qualité des pièces obtenues. Tout d'abord, un survol du procédé de forgeage, des équipements employés et des paramètres critiques sera effectué. Ensuite, la confection des billettes de forgeage est exposée puis analysée pour mieux comprendre l'origine des défauts présents. Les correctifs adéquats à appliquer avant forgeage sont ensuite expliqués et une estimation de leurs temps d'application est avancée.

2.1. Le forgeage

2.1.1. Introduction

Le forgeage est un procédé de mise en forme à grande déformation au même titre que l'extrusion et le laminage. Il consiste à déformer plastiquement le métal en lui appliquant une force de compression suffisante par l'intermédiaire de matrices simples ou complexes qui lui donneront la forme désirée. L'obtention de pièces peut nécessiter plusieurs étapes successives de forgeage (figure 2.1).

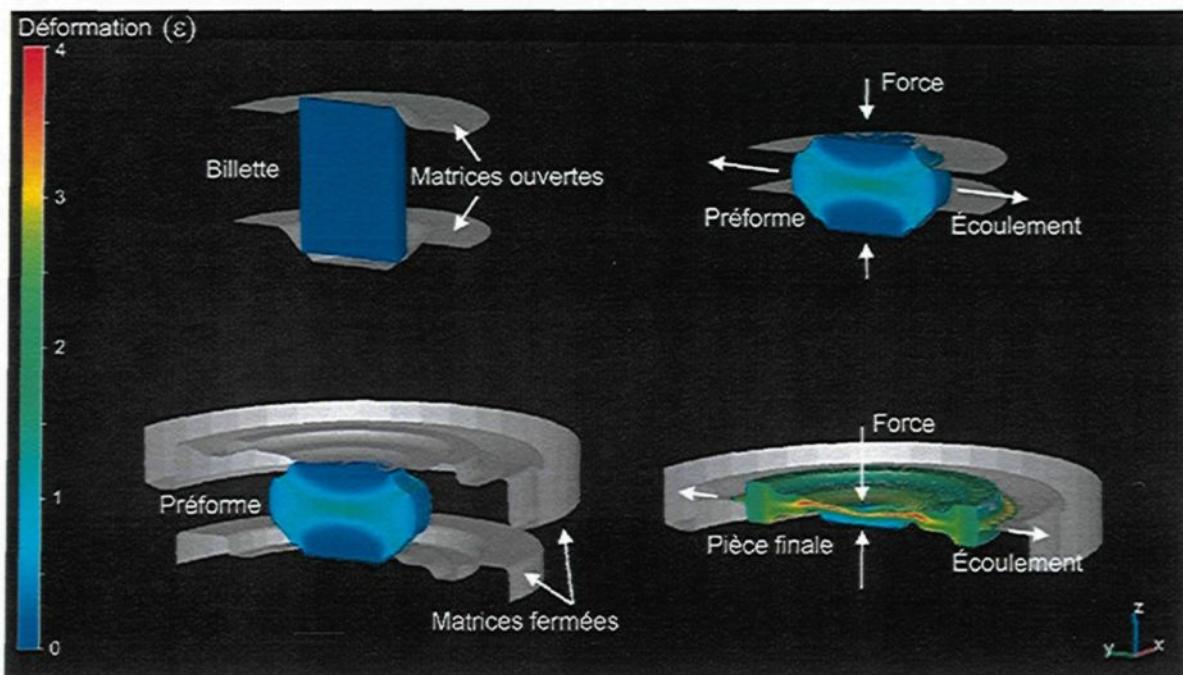


Figure 2.1 : Simulation par le logiciel Forge2008 d'une pièce forgée en deux étapes ;

En haut : forgeage avec matrices ouvertes simples d'une billette et obtention d'une préforme.

En bas : forgeage de la pièce finale à partir de la préforme avec matrices fermées complexes.

Le forgeage permet la création de pièces plus résistantes en contrainte, en impact, en fatigue et qui est plus fiable que toutes autres méthodes de travail des métaux (usinage, soudage, fonderie ...) [7]. Ces pièces ne présentent pas de porosités qui pourraient causer leur rupture accidentelle en service. Leur intégrité structurelle exceptionnelle les rendent pratiquement indispensables lorsque la fiabilité et la sécurité sont des facteurs critiques du design. Les produits forgés possèdent certains avantages lorsque comparés à d'autres méthodes de fabrication : présence moindre de défauts (porosité, réseaux d'intermétalliques ...), comportement plus prédictible, meilleur rapport résistance/poids, surface de qualité permettant le plaquage, le

polissage et l'application d'un revêtement protecteur ou décoratif. De plus, certains avantages spécifiques s'ajoutent selon la méthode de forgeage utilisée ; pièces prêtes à l'emploi avec dimensions à la côte, pièces complexes diminuant la quantité d'assemblage nécessaire, grande cadence de production de pièces simples, etc.

L'industrie utilise l'aluminium en forgeage pour sa facilité de mise en forme et parce qu'il combine faible densité avec un bon rapport résistance/poids [7]. Les produits en aluminium forgés se retrouvent principalement dans les applications de structure et de moteur dans l'industrie aéronautique et du transport où les températures de service n'excèdent pas 200°C. Quelques exemples de produits types : bloc moteur, roue de voiture et de camion, piston (compresseur, moteur), roue de soufflante, châssis de voiture, bras de suspension (figure 2.2), support de hublots pour avion, etc.

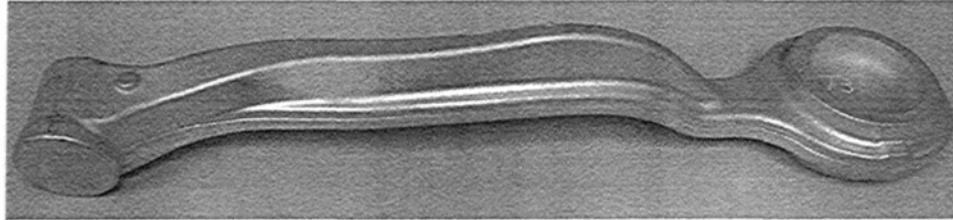


Figure 2.2 : Bras de suspension automobile obtenu par forgeage d'une billette coulée en D.C. et extrudée

2.1.2. Procédé

Le forgeage est un procédé relativement simple qui possède peu d'étapes avant l'obtention du produit fini ou semi fini. Il existe principalement deux types de forgeage, soit le forgeage à chaud, qui se passe au dessus de la température de recristallisation de l'alliage, et le forgeage à froid, qui lui se passe à température ambiante. Il y a aussi le forgeage tiède moins utilisé qui se pratique entre ces deux températures. Pour simplifier l'exposé, seul le forgeage à chaud qui concerne la présente étude est présenté, bien que la plupart de ses étapes constituantes sont communes aux autres types de forgeage. Généralement, la fabrication de produits forgés à chaud se déroule comme suit [7, 8, 9] :

1) Préparation du matériel de forgeage

- ✓ coupe des billettes trop longues en billettes ou lopins plus courts

2) Préchauffe des billettes

- ✓ généralement entre 315 à 480°C
- ✓ 10 à 20min de montée en température par section de 25mm d'épaisseur
- ✓ maintien de 1 à 2h suffisant

3) Lubrification

- ✓ base d'eau (émulsion, eau graphitée)
- ✓ à forte consistance (MoS₂, BN, pâte de graphite, verres, ...)

4) Forgeage

- ✓ type de presse (hydraulique, à vis, mécanique, marteau & enclume, ...)
- ✓ matrices utilisées (ouvertes ou fermées, à rouleaux ou ring rolling, ...)
- ✓ température des matrices (~95 à 430°C ± <15°C selon la presse utilisée)

5) Nettoyage

- ✓ le plus tôt possible après le forgeage
- ✓ enlève les résidus de lubrifiant pour laisser une surface de qualité

6) Post traitement (optionnel)

- ✓ traitements thermiques (relaxation, mise en solution, vieillissement, etc.)
- ✓ taille des pièces aux dimensions finales par machinage, coupage, ...
- ✓ formage
- ✓ répare les discontinuités de surface par fraisage, meulage, machinage, ...

L'étape 4 du forgeage est très vaste et nécessite de faire plusieurs choix au niveau du procédé qui détermineront le type de pièces réalisables. L'énergie de déformation est fournie par trois types de machines. Elles sont classées selon leur limitation respective, soit en force maximale appliquée (presses hydrauliques), en course imposée (presses mécaniques) ou en énergie disponible (presses à vis et marteau/enclume). Ces machines présentent différentes caractéristiques selon le type de presse utilisée, résumées aux tableaux 2.1, 2.2 et 2.3.

Une fois l'énergie générée, elle doit être transférée à la pièce par l'intermédiaire de matrices. Ce sont elles qui donnent forme à la pièce et sont critiques dans l'obtention d'un forgeage de qualité. Les matrices sont énormément sollicitées lors du forgeage (impact, fatigue, contraintes élevées, fluage à chaud, stress thermique, abrasion, ...) et beaucoup de soins vont dans leur conception et fabrication. Plusieurs versions d'un même modèle peuvent être nécessaires avant d'être aux points dépendamment de la complexité de la pièce, ce qui peut représenter un coût considérable. Elles sont généralement faites en acier faiblement alliés, en acier au tungstène ou en acier au chrome. Les deux types les plus utilisés sont les matrices ouvertes et les matrices fermées [7, 8, 9].

Tableau 2.1 : Caractéristiques des principaux types de presses utilisées dans l'industrie [9]

Presse	Principe	Avantage(s)	Désavantage(s)
Hydraulique	Pompe hydraulique avec ou sans réservoir actionnant un piston qui est contrôlée par un réseau de valves.	- Contrôle de la pression et de la vitesse de déformation en tout temps - Haute pression	- Cadences et vitesses peu élevées
Mécanique	Énergie fournie par un volant d'inertie transmise à la pièce par un ensemble d'engrenages, de bielles excentriques et de leviers.	- Cadence de production élevée (30 à 100 coups/min) - Machines fiables	- Coûts initiaux élevés
À vis	Énergie fournie par un volant d'inertie qui transpose son mouvement de rotation en mouvement de translation par l'intermédiaire d'une vis.	- Plusieurs coups sur une même pièce possible dans une même matrice - Ajustement en hauteur de la pièce non critique	- Force maximale exercée seulement vers le centre des deux traverses (entre point-mort haut et point-mort bas)
À marteau	Marteau d'un certain poids qui est laissé tomber d'une certaine hauteur sur la pièce à forger. Variantes de presses classifiées par la façon d'actionner le marteau.	- Versatile - Grande cadence de production - Peu dispendieuse	- jusqu'à 80% de l'énergie peu aller dans la déformation du bâti - Marteaux et dalles d'assise très lourds (assise jusqu'à 455 000 tonnes !)

Tableau 2.2 : Capacités des principaux types de presses utilisées dans l'industrie [9]

Presse	Force exercée	Vitesse de course
	MN (10^6 Newton)	(m/s)
Mécanique	2,2 à 142	0,06 à 1,5
À vis	1,3 à 280	0,5 à 1,2
Hydraulique	2,2 à 623	0,03 à 0,8

Tableau 2.3 : Capacités des principales variantes de presses à marteau [9]

Variante	Poids du	Énergie	Vitesse de	Cadence
	marteau (kg)	maximum (kJ)	course (m/s)	(coups/min)
Gravité	45 à 9980	47,5 à 108,5	3,4 à 4,9	45 à 75
Chute forcée	680 à 31 750	1153	4,5 à 9	60 à 100
Marteaux opposés	450 à 27 215	1220	4,5 à 9	50 à 65

Dans le forgeage à matrices ouvertes, les matrices ne couvrent qu'une partie de la pièce forgée à la fin du forgeage (figure 2.1 en haut). Cette méthode peut produire des formes simples ou complexes et est utilisée pour la production de petites séries ou de prototypes mais rarement de grandes séries. Le plus souvent, elle permet l'obtention de préformes pour optimiser la distribution du métal lors du forgeage en matrices fermées (figure 2.1).

Le forgeage à matrices fermées est le plus souvent utilisé. À la fin du forgeage, les matrices entourent la pièce presque entièrement et parfois complètement (figure 2.1 en bas) ce qui demande plus de pression qu'en matrices ouvertes. Il existe quatre types de matrices fermées, soit à ébauche, conventionnelle, à haute définition et de précision. Le tableau 2.4 décrit brièvement les caractéristiques de chacune.

Tableau 2.4 : Caractéristiques des différents types de matrices fermées utilisées en forgeage

Type de matrices fermées	Quantité de rebus	Détails et coûts	Sollicitations des matrices	Autres
À ébauche	Jusqu'à 90%, préforme	Faibles	Faibles	- Machinage et rebuts importants - Angles de dépouille importants (~5°)
Conventionnelle				- Le plus utilisé
À haute définition				- Utilisation d'un jeu de matrices plus important (>2)
De précision	~ 0 %, forme finale	Élevés	Élevés	- Utilisation d'un jeu de matrices plus important (>2) - Angles de dépouille faibles (entre 1 et 0°)

2.1.3. Paramètres

Beaucoup de paramètres peuvent influencer le comportement du matériau en forgeage ainsi que sa qualité. Les premiers paramètres sont internes au matériau utilisé et à sa microstructure avant forgeage et sont primordiaux pour la détermination de ses propriétés mécaniques. Dans le cas présent, la microstructure de l'alliage d'aluminium utilisé est déterminée par les paramètres de coulée et par son histoire thermomécanique (voir section 2.2 "Production des billettes"). Les principales caractéristiques microstructurales influençant le forgeage sont :

- la texture, le type et la taille des grains,
- le degré de ségrégation des éléments d'alliage et leurs quantités en solution solide,
- les phases secondaires,
 - fragilisantes (notamment β -AlFeSi),
 - non fragilisantes (dispersoïdes de Cr, Mn, phase de fer tel que α -AlFeSi),
 - durcissantes (précipités de Mg_2Si , Q, θ ...),
 - à bas point de fusion (Mg_2Si , Q, θ ...).

Ces caractéristiques peuvent avoir des conséquences bénéfiques ou néfastes sur le comportement du matériel lors du forgeage à chaud. Un effet bénéfique est la présence d'une certaine quantité de dispersoïdes qui aide à bien distribuer les déformations. En effet, les dislocations ne peuvent les cisailler et doivent les contourner, ce qui augmente localement la contrainte d'écoulement et assure une non localisation des déformations. Il est à noter qu'une grande quantité de dispersoïdes tend à augmenter la contrainte d'écoulement et peut retarder significativement la recristallisation lors de la déformation. Parmi les effets néfastes, il y a les fissurations aux joints de grains, la formation de cavités, la refonte des phases à bas point de fusion, l'instabilité plastique et des bandes de cisaillement adiabatique, etc. qui sont associés à différentes microstructures.

Pour obtenir un produit forgé de qualité, la microstructure doit réduire au minimum les caractéristiques néfastes liées principalement aux ruptures prématurées et favoriser les caractéristiques bénéfiques qui permettent entre autre une répartition de la déformation. Une microstructure idéale possédant ces caractéristiques (détaillées à la section 2.3 "Traitements thermiques") montrerait :

- un minimum de phases/eutectiques à bas point de fusion (refonte de phases limitée),
- un minimum de phases fragilisantes (amorce de fissure minimisée),
- une distribution uniforme des éléments d'alliages en solution solide (comportement mécanique uniforme),
- une distribution homogène de dispersoïdes (déformation uniformisée évite les bandes de cisaillement adiabatique, retarde la recristallisation et la croissance des grains).

Les deuxièmes paramètres importants sont ceux servant au procédé de forgeage soient principalement la quantité et vitesse de déformation ainsi que la température de la billette lors du forgeage. Ils ont tous une influence notable sur la réponse du matériau en déformation, plus particulièrement dans le cas de l'aluminium qui y est généralement plus sensible. La figure 2.3 montre l'influence de ces deux paramètres sur la contrainte d'écoulement d'un alliage AA6061.

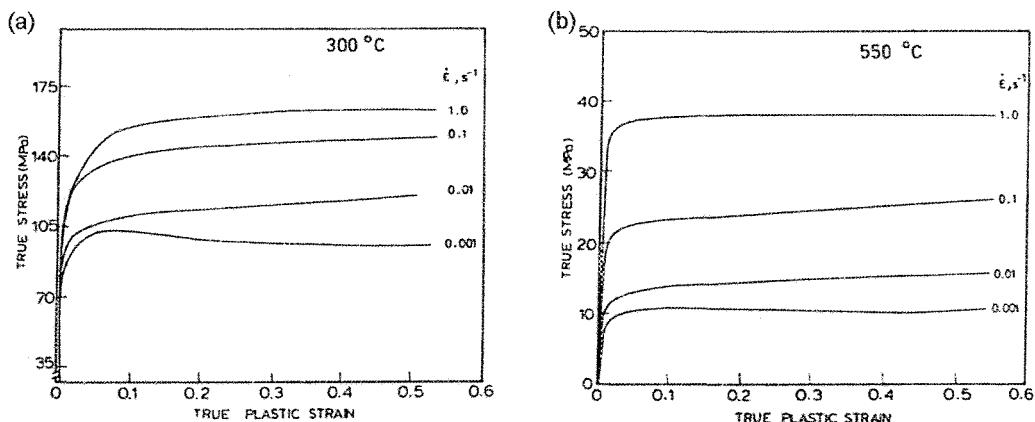


Figure 2.3 : Courbes de contrainte-déformation vraie d'un 6061 compressé à 300°C (a) et 500°C (b) pour différentes vitesses de déformation [10]

La vitesse de déformation a un effet plutôt linéaire sur la contrainte d'écoulement en fonction de la température. En gros, une déformation imposée lente donnera une contrainte plus faible qu'une déformation plus rapide. Ce phénomène est plus marqué avec l'augmentation de la température où plusieurs phénomènes, particulièrement le fluage, facilitent la déformation avec de bas niveau de contraintes.

La température est particulièrement critique car elle peut varier au cours du procédé, ce qui peut donner des différences de contraintes notables. En effet, un écart de 100°C peut l'augmenter ou la diminuer d'un facteur 2. Le temps de forgeage, la température extérieure et la température des matrices ont une influence importante, mais la quantité et la vitesse de déformation y jouent un rôle non négligeable. En effet, plus de 95% de l'énergie mécanique apportée à la billette se dissipe sous forme de chaleur. Pour une déformation lente, cette chaleur a le temps de se dissiper par les matrices car le temps de contact est important. Par contre, la chaleur produite lors d'une déformation rapide n'a pas le temps de se dissiper et augmente la température de la billette. Cette chaleur se produit aux endroits subissant de fortes déformations, donnant une distribution de température non homogène au travers de la billette qui engendre différents problèmes (instabilité plastique, bande de cisaillement adiabatique, ...).

Même avec une microstructure idéale, tous les paramètres de forgeage ne donneront pas nécessairement un produit de qualité. Un outil utile pour déterminer les conditions d'opération adéquates est obtenu par l'observation du comportement de l'alliage à l'écoulement. Ceci permet de définir des cartes de procédé (figure 2.4) qui délimitent les paramètres donnant une déformation contrôlée (écoulements stables) et non contrôlée (écoulements instables) lors du

forgeage à chaud. Les instabilités peuvent être causées par un échauffement adiabatique, une texture plus douce de déformation, un grossissement ou une sphéroïdisation des grains. Il en résulte une fluidification locale et des problèmes de mise en forme peuvent alors survenir. Certaines régions de déformations localisées développent alors des propriétés et des structures différentes pouvant devenir le site de rupture lors du service. Cela peut être si sévère qu'il peut y avoir rupture lors de la mise en forme.

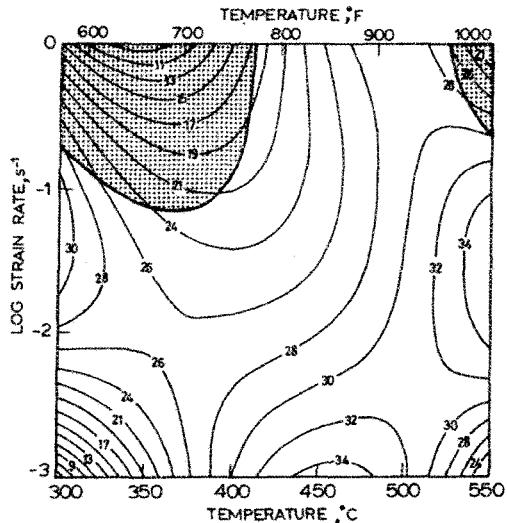


Figure 2.4 : Carte de procédé pour un 6061 déformé à $\epsilon = 0,5$. Les lignes d'isocontour représentent l'efficacité de la dissipation de puissance et les zones ombrées correspondent à des écoulements instables [10].

D'après la figure 2.4, l'alliage devrait avoir un comportement adéquat jusqu'à une température d'environ 530°C. Au-delà de cette température, des instabilités dans l'écoulement devraient commencer à apparaître et diminuer la qualité des pièces forgées.

2.1.4. Microstructure résultante

La microstructure finale de la pièce dépend des paramètres utilisés lors du forgeage à chaud ainsi que des différentes caractéristiques du matériau de base. Elles montrent cependant toutes une microstructure avec de petites phases secondaires (phases grossières brisées) de forme plutôt sphérique. Le type de microstructure le plus recherché montre une absence de grain recristallisé. Les déformations subies par la pièce produisent alors un allongement des grains dans la direction de l'écoulement. Ce fibrage rend la pièce anisotrope, améliorant considérablement la résistance mécanique le long de l'axe des fibres mais la diminuant dans l'axe transverse. L'art du design des matrices et des préformes consiste en partie à enligner ces fibres dans l'axe des forces qu'aura à supporter le produit forgé en service pour améliorer les performances. La figure 2.5 montre un exemple de fibrage pour une pièce quelconque après forgeage.

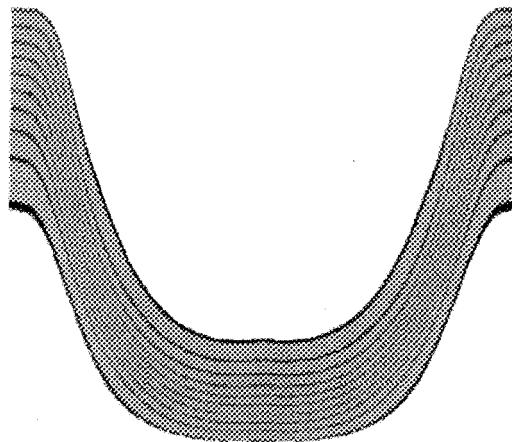


Figure 2.5 : Structure fibreuse d'une pièce après forgeage

Un second type de microstructure, moins recherché, présente une majorité de grains recristallisés. Ils sont issus de grains très déformés contenant une grande quantité de dislocations. Lorsque certaines conditions sont remplies (déformation rapide et très importante, température élevée, temps à haute température élevé, etc.), l'énergie stockée dans ces dislocations sert à germer et à faire croître de nouveaux grains non déformés. Cette microstructure est moins désirable que la première car l'effet de fibrage est perdu. Par contre, certaines propriétés comme la ductilité et l'allongement à la rupture sont améliorées. Le phénomène assurant la meilleure qualité de microstructure est la recristallisation dynamique qui se produit en continu lors de la mise en forme. Elle donne au matériau un écoulement stable ainsi qu'une bonne ductilité.

2.2. Production des billettes

Pour avoir une idée de la réponse du matériau lors de sa déformation, il est essentiel d'avoir une base de compréhension des étapes de production et de leurs impacts sur la microstructure avant son forgeage à chaud. Ces bases permettront de répondre aux questions "Comment se forme la microstructure de la billette lors de la coulée?", "En quoi n'est-elle pas apte au forgeage de pièces?" et "Comment l'homogénéisation rend cette microstructure apte au forgeage?". Ensuite, des méthodes expérimentales adéquates pourront être choisies pour caractériser les changements apportés par l'homogénéisation. Elles permettront de juger de l'équivalence des deux traitements et de déterminer quelles conditions de préchauffe rendent la microstructure apte au forgeage.

2.2.1. L'alliage

L'élaboration des alliages d'aluminium s'effectue à partir d'aluminium pur auquel est ajouté certains éléments comme le cuivre, le magnésium, le zinc, le silicium, etc. Ces ajouts lui confèrent des propriétés mécaniques bien supérieures qu'à l'état pur et quelques alliages peuvent même atteindre des niveaux de résistance comparables à certains aciers. La quantité d'éléments ajoutés permet de les partager en deux grandes catégories (tableau 2.5) :

- Ceux fortement alliés sont les alliages de fonderie et une fois solidifiés, ils ne peuvent généralement pas être mis en forme par déformation plastique. Ils doivent donc être coulés dans ou près de leur forme finale (bloc moteur, jante de roue).
- Les alliages corroyés contiennent comparativement peu d'éléments d'alliage et peuvent être déformés plastiquement. Ils sont généralement vendus sous forme de tôles et profilés issus de la coulée en lingots et billettes de grandes dimensions.

De plus, dans les deux catégories, certains éléments d'alliage permettent à l'aluminium d'être traité thermiquement afin d'en améliorer les propriétés mécaniques par précipitation de phases durcissantes.

Tableau 2.5 : Classification des alliages d'aluminium (durcissement par, TT : Traitement thermiquement, E : écrouissage)

Série d'aluminium de fonderie avec les principaux éléments d'alliage	Série d'aluminium corroyé avec les principaux éléments d'alliage
1xx.x Aluminium pur (>99,0%)	1xxx Aluminium pur (>99,0%) E
2xx.x Cu (4% à 4,6%) TT	2xxx Cu (1,9% à 6,8%) TT
3xx.x Si (5% à 17%) + Cu et/ou Mg (TT)	3xxx Mn (0,3% à 1,5%) E
4xx.x Si (5% à 12%)	4xxx Si (3,6% à 13,5%) E
5xx.x Mg (4% à 10%)	5xxx Mg (0,5% à 5,5%) E
	6xxx Mg (0,4%...1,5%), Si (0,2%...1,7%) TT
7xx.x Zn (6,2% à 7,5%) TT	7xxx Zn (1% à 8,2%) TT
8xx.x Sn	8xxx Autre
9xx.x Autre	

L'alliage de cette étude est un AA6061 (dénomination faite par l'Aluminum Association) qui appartient à la série 6xxx (Al-Mg-Si). C'est l'un des alliages les plus utilisés de la série 6xxx pour sa facilité de mise en forme et ses bonnes propriétés mécaniques ce qui en fait l'un des plus versatiles. Il a une excellente soudabilité, possède une bonne résistance à la corrosion, peut subir un durcissement structural par précipitation de phases durcissantes (Mg_2Si) et les différents traitements de surface comme l'anodisation et le brillantage donnent de bons résultats. Comme il possède une bonne ductilité, il est très utilisé pour l'extrusion sous diverses formes ; tôles, plaques, fils, tiges, profilés, tubes et tuyaux, etc. Pour ces mêmes raisons, il est aussi utilisé pour le forgeage. La composition de l'alliage est donnée dans le tableau 2.6 ainsi que les effets de certains éléments d'addition sur sa microstructure dans le tableau 2.7.

Tableau 2.6 : Limite de composition de l'AA6061 avec composition de l'alliage à l'étude

	Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Zn	Cr	Ti	Autre	Total autre	Al
Max.	1,20	0,80	0,40	0,70	0,15	0,25	0,35	0,15	0,05	0,15	Bal.
Min.	0,80	0,40	0,15	---	---	---	0,04	---	---	---	Bal.
Actuelle	0,98	0,73	0,25	0,24	0,11	n.d.	0,12	<0,01	n.d.	n.d.	Bal.

Tableau 2.7 : Effets des différents éléments d'alliage [8]

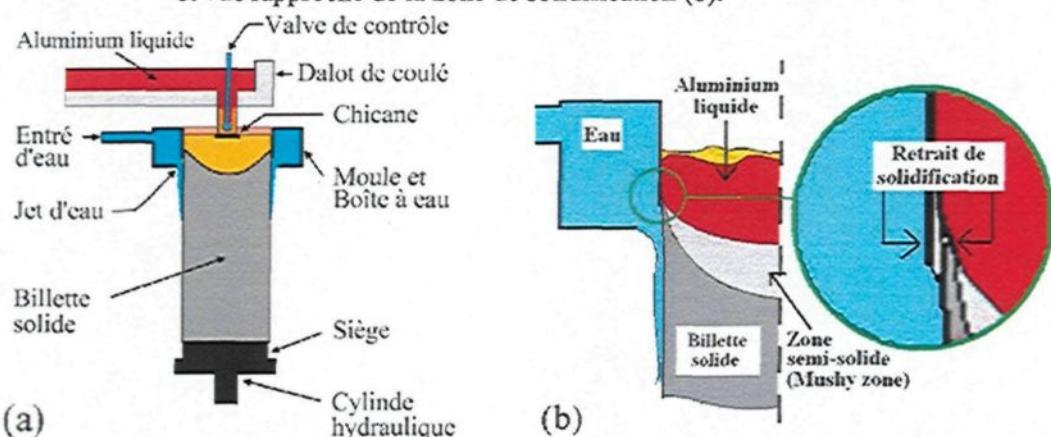
Élément d'alliage	Effets sur la microstructure de l'alliage
Mn, Cr	<ul style="list-style-type: none"> - Forme des dispersoïdes qui augmentent la température de recristallisation lors d'opérations thermomécaniques - Augmente la sensibilité à la vitesse de trempe - Favorise la phase α ($\text{Al}_{12}(\text{Fe,Cr})_3\text{Si}$ [11] et $\text{Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$)
Cu	<ul style="list-style-type: none"> - Améliore la résistance par solution solide et précipitation (θ, Q) - Augmente l'énergie des fautes d'empilement (cisaillement difficile)
Fe	<ul style="list-style-type: none"> - Formation d'intermétalliques, de dispersoïdes et d'eutectiques
Mg et Si	<ul style="list-style-type: none"> - Améliore la résistance par solution solide et par précipitation (Mg_2Si)
Si	<ul style="list-style-type: none"> - Formation d'intermétallique entre Si et Fe - Si tend à stabiliser la phase β-AlFeSi [4]

2.2.2. La coulée D.C.

Les billettes étudiées sont formées par un procédé de coulée en refroidissement continu ou Direct Chill casting (D.C. casting, figure 2.6) qui s'effectue en semi continu. En bref, ce procédé amène l'alliage d'aluminium liquide jusqu'à un moule refroidi à l'eau dont le fond (siège) n'est pas solidaire. Lorsqu'une mince croûte se solidifie sur le bord du moule, le siège descend dans une

fosse profonde. La nouvelle croûte se détache du moule lors du retrait de solidification et est entraînée dans le mouvement du siège. À sa sortie du moule, elle est aspergée par des jets d'eau et forme ainsi en continu les nouveaux murs du moule. L'extraction de chaleur se fait rapidement et des refroidissements globaux de l'ordre de 1 à 10 kelvins par seconde sont atteints. Les billettes résultantes ont généralement une longueur de 9m (dépendamment de la profondeur de la fosse) et un diamètre variant de 50 à plus de 500mm. La coulée peut se faire par technologies conventionnelles ou assistées par gaz.

Figure 2.6 : Vue en coupe de la production d'une billette en coulée D.C.. Vue globale (a) et vue rapproché de la zone de solidification (b).



2.2.3. La solidification

La grande majorité des propriétés thermomécaniques de l'alliage sont issues du type de microstructure obtenue par l'interaction de différents paramètres physicochimiques lors de la solidification. Ces paramètres proviennent d'une part des conditions physiques de solidification et d'autre part de la chimie de l'alliage (éléments d'alliage ajoutés tableau 2.6 et 2.7), résumés sur la figure 2.7.

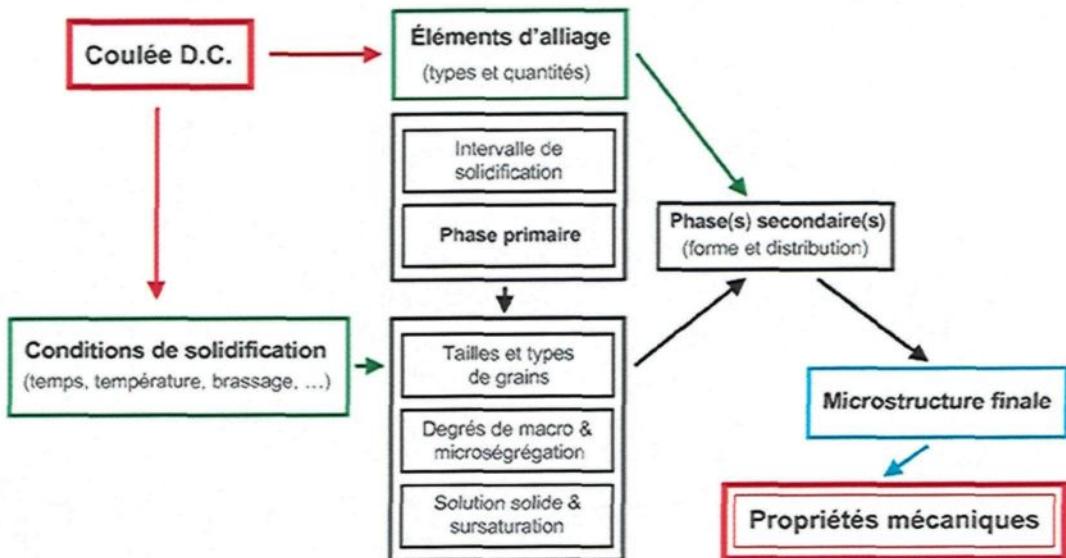


Figure 2.7 : Relations de différents facteurs influençant la microstructure finale et les propriétés mécaniques (paramètres de la coulée D.C. en vert et effets sur la microstructure en noir)

Pour comprendre cette figure, il est utile de rappeler la nécessité de l'homogénéisation. Elle a pour but, entre autre, de dissoudre les phases à bas point de fusion, d'éliminer la microségrégation et de transformer certaines phases intermétalliques fragilisantes en d'autres moins dommageables. La cause de ces phénomènes indésirables est la solidification hors équilibre.

Dans un alliage typique hypoeutectique en cours de solidification, le solide en croissance rejette du soluté dans le liquide en accord avec son diagramme d'équilibre. La fraction solide devient alors pauvre en soluté tandis que la fraction liquide s'enrichie. D'après ce même diagramme, la composition de la fraction solide et liquide évoluerait en cours de solidification.

Ceci n'est vrai qu'en supposant un temps de diffusion infini du soluté dans les deux phases, soit à l'équilibre. Or, dans une situation normale, la vitesse de diffusion des espèces chimiques est considérablement plus lente dans la phase solide que dans la phase liquide. Ces conditions sont donc hors équilibre.

Dans ces circonstances, les germes de α -Al croissent par couches successives et un gradient de concentration apparaît entre elles, les couches précédentes contenant moins d'éléments d'alliage que les suivantes: c'est la microségrégation. Ces couches ont toujours une concentration inférieure à celle prévue par l'état d'équilibre ce qui a pour effet d'enrichir progressivement le liquidus au-delà des concentrations prévues par le diagramme. Il arrive même que l'alliage atteigne localement l'eutectique alors que la composition globale en est loin. Il y a alors formation de phases à basse température de fusion et d'eutectiques dans l'espace interdendritique et intergranulaire.

L'homogénéisation a pour but de rétablir ce déséquilibre en favorisant la diffusion des espèces chimiques à l'aide d'un maintien à haute température. Cependant, un tel traitement ne peut pas toujours donner une microstructure homogène. Un autre moyen d'atténuer ces phénomènes indésirables pour une composition fixe est de diminuer la taille des grains et de leurs cellules (distance entre bras dendritiques plus petit). Leur surface collective augmente alors, ce qui donne une meilleure répartition de l'eutectique et diminue la microségrégation, facilitant d'autant l'homogénéisation. Dans le cas présent, le facteur principal causant cette diminution est un diamètre de billettes plus faible qui augmente la vitesse de refroidissement et donne une taille de grain et de cellule plus petite.

2.2.4. La microstructure

La présence d'une certaine quantité de microségrégation, d'eutectique et de phases à bas point de fusion reste toutefois inévitable. Après la solidification, trois phases principales sont présentes dans la microstructure, soit la phase α -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si₂, β -Al₅FeSi et Mg₂Si. Les autres phases (Q, θ , Si...) sont de moindre importance en vue de leur instabilité à haute température ($>450^{\circ}\text{C}$) et de leur faible quantité. Le tableau 2.8 montre la température de solidification de divers intermétalliques présents pour des alliages de composition similaire.

Tableau 2.8 : Température de solidification de divers intermétalliques de la série 6xxx [12-15]

Réaction	Température de solidification
L \rightarrow L + α -Al	651°C
L \rightarrow Al + Al ₁₃ Fe ₄	631°C
L + Al ₁₃ Fe ₄ \rightarrow Al + α_c -Al ₈ Fe ₅ Si	627°C
L \rightarrow Al + α_c -Al ₈ Fe ₅ Si	611°C
L + α_h -Al(FeMn)Si \rightarrow Al + β -AlFeSi	612°C
L \rightarrow Al + α_c -Al ₈ Fe ₅ Si + Mg ₂ Si	587°C
L \rightarrow Al + Mg ₂ Si	587°C
L + α_h -Al(FeMn)Si \rightarrow Al + β -AlFeSi + Mg ₂ Si	576°C
Diverses réactions eutectiques donnant les phases Q, Si, ...	~ 557 à 475°C

Lors de la solidification, les premières phases à se former, après le α -Al primaire, sont les intermétalliques contenant du fer [12-15]. La présence de fer dans l'alliage est inhérente au procédé d'électrolyse et provient en partie de l'alumine, des pieds d'anodes, des caissons de cuves usées, etc. Sa faible solubilité dans l'aluminium solide fait qu'il génère un maximum de phases

pour un minimum de quantité. Les phases formées ont un haut point de mise en solution et sont impossibles à dissoudre par traitement d'homogénéisation dû à la faible solubilité du fer et à sa très lente vitesse de diffusion dans l'aluminium solide [5, 16].

La phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ est la plus dommageable au point de vue des propriétés mécaniques. C'est une phase dure non cohérente avec la matrice qui se retrouve aux joints de grains et dans l'espace interdendritique sous forme de grandes plaques [1]. En plus de se retrouver dans ces zones de transition, son interface avec la matrice est très bien définie et sa décohésion relativement aisée, ce qui en fait un site privilégié d'initiation de fissures et de formation de vides [17]. Sa forme et sa grande taille provoquent des concentrations de contraintes et bloquent le déplacement des dislocations ce qui diminue d'autant la ductilité de l'alliage.

La présence de la phase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ est de loin préférable. Elle se retrouve aussi aux joints de grains ainsi que dans l'espace interdendritique et a une apparence plus globulaire avec une interface phase/matrice plus diffuse. Elle se forme à la solidification grâce à l'ajout de Mn mais peut aussi venir de la transformation de $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. Cette transformation se fait à haute température et fractionne les grandes plaques de β en longues guirlandes de petites particules rondes de α . Cette surface plus petite permet un meilleur mouvement des dislocations et sa forme ronde diminue les concentrations de contraintes, donnant une meilleure ductilité.

Un autre élément jouant sur la ductilité de l'alliage est la quantité et la distribution de Mg et Si. Ces deux éléments forment la phase Mg_2Si , très connue pour ses propriétés durcissantes lorsque présente sous forme de petits précipités. Le tableau 2.9 montre les différents types de précipités formés à différentes températures à la suite d'un traitement de mise en solution pour des alliages comparables à l'alliage étudié.

Lors de la solidification, il y a formation de la phase β - Mg_2Si (que l'on nommera simplement Mg_2Si pour éviter toute confusion avec β - Al_5FeSi) aux joints de grains et dans l'espace interdendritique. Elle est présente sous forme de script chinois et a un pouvoir durcissant très faible. Sa présence n'engendre pas de problème particulier à moins que la température interne de l'alliage ne dépasse celle de la fusion de la phase à $587^{\circ}C$, provoquant une perte de propriétés mécaniques. Lors du forgeage à froid, une meilleure ductilité est atteinte avec une distribution uniforme de petits précipités de β' - Mg_2Si non durcissant. En forgeage à chaud, les températures atteintes en industrie chevauchent celle du solvus de la phase Mg_2Si , qui peut ou non être présente lors du forgeage. La quantité d'éléments en solution solide est plus grande lorsque le Mg_2Si est dissous ce qui augmente la contrainte d'écoulement. À l'inverse, la précipitation de Mg_2Si diminue d'autant la quantité d'éléments en solution et le durcissement correspondant.

Tableau 2.9 : Séquence de précipitation du Mg_2Si après mise en solution [18, 19]

Précipité	zone G.P.	β''	β'	β	Dissolution
Domaine d'existence ($^{\circ}C$) pour un maintien de 1h	<100	[100-250]	[210-325]	[325-425]	> 425
Propriété durcissante	modéré	élevé	très faible	très faible	Faible

L'addition de cuivre complique passablement le diagramme de phase et la séquence de précipitation principale [19, 20] du tableau 2.9. Elle dépend principalement du ratio Mg/Si par rapport au ratio stoechiométrique nécessaire à la formation de Mg_2Si ($Mg/Si = 1,73$). L'alliage étudié a un léger excès de Si (ratio de 1,34) par rapport au ratio stoechiométrique afin de compenser pour la portion entrant dans les phases α et β . L'alliage est donc pratiquement balancé en Mg et Si, (figure 2.8) et sa séquence de précipitation est donnée par le tableau 2.10. Lors de la solidification, il devrait y avoir formation de la phase Q avec soit du Si, soit du θ . Comme la concentration en cuivre est peu élevée, l'alliage devrait suivre une des deux séquences du haut du tableau 2.10 (low Cu) et la fraction volumique occupée par ces phases devrait être faible. La phase précurseur de Q, nommée L, est plus durcissante que la phase β'' du tableau 2.9.

Figure 2.8 : Pseudo projection d'un tétraèdre à quatre phases pour différentes compositions en Cu, Mg et Si d'alliages d'aluminium [21] à l'équilibre à 20°C

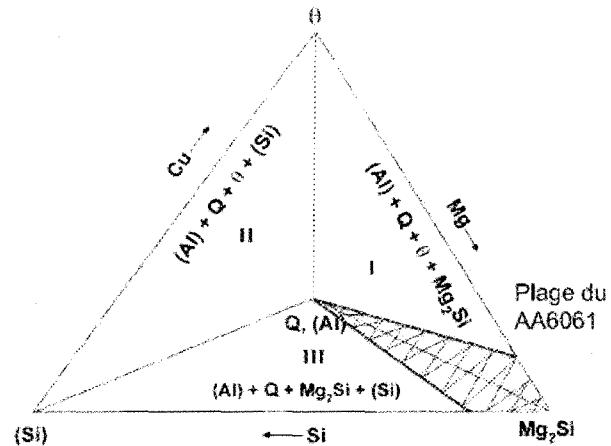


Tableau 2.10 : Phases présentes selon la teneur en Cu d'un AA6061 balancé en Mg et Si lors d'un vieillissement optimum (Peak age) et d'un survieillissement (OA) [11]

Composition	Peak age	OA 1	OA 2	OA 3	Equilibrium
Balanced + low Cu (1)	β''			$\beta'' + \beta'$	$(\beta) + (Q) + (\theta)$
Balanced + low Cu (2)	$\beta'' + L$	$L + \beta'' + \beta''$	$L + \beta''$	$\beta'' + L$	$\beta + \lambda$ or $Q + (\theta)$
Balanced + high Cu	$\beta'' + L$	$L + \beta''$		L	λ or $Q + \beta + (\theta)$

2.3. Traitements thermiques

2.3.1. Homogénéisation et préchauffe

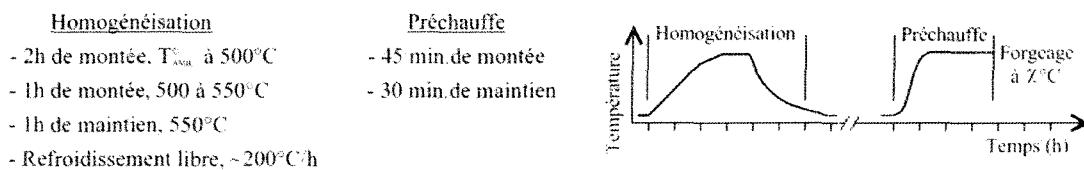
L'homogénéisation est un traitement thermique couramment appliqué aux alliages d'aluminium corroyés. Elle a pour but de former une solution solide homogène en amenant l'alliage à de hautes températures près ou dans le domaine monophasé. La diffusion des éléments d'alliage devient alors beaucoup plus importante ce qui permet la dissolution des phases présentes (notamment le Mg₂Si) et permet une atténuation de la microségrégation. La microstructure résultante est alors beaucoup plus homogène. Par contre, les éléments comme le Fe, Cr et Mn ont une vitesse de diffusion très faible dans l'aluminium solide (tableau 2.11) et les phases qu'ils forment sont difficiles, voire impossibles à dissoudre [5, 16]. Dans le cas de la phase β-Al₅FeSi, la diffusion peut quand même permettre sa transformation en phase α Al₁₂(Fe,Mn)₃Si₂. Celle-ci est beaucoup plus lente que la dissolution de Mg₂Si ou que l'atténuation de la microségrégation.

Tableau 2.11 : Facteurs de diffusions de différents éléments dans l'aluminium solide. Utilisé pour le calcul de la quantité de diffusion $D = D_0 \cdot \exp^{(Qd/RT)}$ (figure 3.1).

Élément	Domaine de température	D ₀ (m ² s ⁻¹)	Q _d (kJ/mol)	D (m ² s ⁻¹) à 520°C
Si	480°C – 620 °C [22]	2,02 x10 ⁻⁴	136	7,95 x10 ⁻¹⁰
Mg	500°C – 580 °C [23]	1,06 x10 ⁻⁴	133	6,58 x10 ⁻¹⁰
Cu	500°C – 580 °C [24]	6,5 x10 ⁻⁵	136	2,56 x10 ⁻¹⁰
Fe	520°C – 649 °C [25]	5,3 x10 ⁻³	183	1,67 x10 ⁻¹¹
Mn	500°C – 650 °C [26]	1,275 x10 ⁻¹	229	3,74 x10 ⁻¹³

La transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est le facteur principal qui contrôle la durée de l'homogénéisation. Son déroulement, illustré avec celui de la préchauffe à la figure 2.9, est expliqué plus en détail.

Figure 2.9 : Étapes et schématisation du profil de l'homogénéisation et de la préchauffe



La première étape de ce processus est une montée relativement rapide en température, considérant l'inertie thermique et la dimension des fours employés ainsi que la charge à traiter. Dans le cas présent, deux heures sont requises pour passer de la température ambiante à 500°C. La vitesse moyenne est de 250°C/h.

La seconde étape amène la charge de 500°C à 550°C en une heure, soit 50°C/h. Cette fois, la vitesse est beaucoup plus lente pour éviter que le four dépasse la température cible (overshooting) ce qui ferait fondre les phases à basses températures de fusion. Comme ces phases se solidifient en dernier dans l'espace interdendritique et aux joints de grains, une fusion partielle des phases à ces endroits avant leur dissolution pourrait sévèrement compromettre les propriétés mécaniques de l'alliage. Si ces phases ne sont pas trop nombreuses aux joints de grains, l'effet sera minimisé. Par contre, si elles sont nombreuses, la liquation sera importante et l'effet maximum. L'alliage est alors appelé "brûlé". Ce phénomène est insidieux car il n'est pas toujours détectable à l'examen visuel ou lors d'essais non destructifs.

La troisième étape du traitement consiste à maintenir la charge une heure à 550°C. Pour une composition d'alliage donnée, la température cible choisie pour l'homogénéisation doit se trouver dans le domaine monophasé et/ou aussi près que possible sous la température de première fusion. Les conditions sont alors optimales pour permettre une diffusion rapide et suffisante pour dissoudre, sphéroïdiser et/ou transformer les différentes phases en partie ou en totalité [16]. La majorité des éléments passe ainsi en solution solide dans la matrice d'aluminium et diffuse, atténuant du coup la microségrégation. Un maintien d'une heure est nécessaire pour transformer suffisamment de β en α et rendre l'alliage apte aux déformations sévères. Un maintien trop long à haute température pourrait avoir comme conséquences néfastes un grossissement des phases stables (β - Al₅FeSi dans le pire cas) et la formation de porosité d'hydrogène. Un maintien approprié forme aussi des dispersoïdes (0,1 ~ 1 μm) qui aide au contrôle de la microstructure lors d'opérations thermomécaniques mais augmente la contrainte d'écoulement.

Finalement, la quatrième étape permet un retour de la charge du four à la température ambiante. La vitesse de refroidissement doit aussi être choisie et contrôlée pour obtenir la microstructure voulue. Lors du refroidissement, la limite de solubilité en éléments d'alliage de l'aluminium solide diminue. Les éléments dissous, majoritairement Mg et Si, finissent par atteindre et dépasser le point de saturation. Cette solution solide sursaturée (SSS) est instable et tend à former différentes phases métastables pour se rapprocher de l'état d'équilibre de saturation. Dans le cas présent, un refroidissement trop rapide ne donnerait pas un temps suffisant à la diffusion et les précipités résultant seraient petits et durcissants, ce qui n'est pas désirable pour la mise en forme, surtout à froid. Un refroidissement trop lent formerait des précipités trop gros qui risqueraient d'être dommageable lors de la mise en forme et demanderait plus de temps à

dissoudre lors d'une préchauffe ultérieure. Une vitesse intermédiaire, entre 200 et 300°C/h, est le meilleur compromis [5]. Les précipités formés sont peu ou pas durcissants et leur taille ne risque pas d'endommager la microstructure lors de la mise en forme.

Pour bien comparer les deux traitements thermiques à l'étude, soit l'homogénéisation et la préchauffe, il est nécessaire de bien connaître leur but premier. Ainsi, le traitement d'homogénéisation vise une modification de différents aspects de la microstructure alors que la préchauffe vise seulement à amener le matériel à la température de forgeage. Cette différence s'illustre dans le profil de température qu'utilise chaque procédé (figure 2.9). Alors que l'homogénéisation amène lentement l'alliage à de hautes températures pour éviter une liquation des joints de grains, la préchauffe ne s'en préoccupe pas et considère uniquement le diamètre de la billette pour déterminer le temps de monté (~11min par 25mm, voir section 2.1.2.). Elle atteint donc rapidement la température de forgeage (~ 650°C/h), risquant la fusion prématurée des phases à bas point de fusion (Mg_2Si , Q, θ , ...) et une baisse des propriétés mécaniques. De plus, le maintien en température qui s'ensuit garantit seulement que la température cible du matériel est bien atteinte et/ou n'est qu'une mise en attente avant forgeage. L'homogénéisation par contre s'assure qu'un minimum de temps s'écoule pour transformer les intermétalliques de fer, laissant amplement de temps pour dissoudre les phases Mg_2Si , Q, etc. Ceci permet une redistribution homogène de leurs éléments (Mg, Si et Cu), atténuant ainsi la microségrégation.

Au final, pour que le traitement de préchauffe puisse se comparer avantageusement au traitement d'homogénéisation, il doit pouvoir présenter les même modifications microstructurales à des niveaux suffisants. Il doit principalement :

- 1) Éviter la fusion prématuée des phases à bas point de fusion,
- 2) Transformer suffisamment de phases β en phase α ,
- 3) Redistribuer de façon uniforme les éléments d'alliages en solution solide.

2.3.2. Cinétique de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$

Pour savoir si un traitement de préchauffe permet une homogénéisation suffisante, il faut pouvoir estimer quelle sera la vitesse de la réaction la plus lente, soit la transformation de β -Al₅FeSi en α -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si₂. Celle-ci varie en fonction des paramètres temps – températures mais de façon plus importante selon la composition de l'alliage. De tous les éléments d'alliage, la quantité de Mn a le plus d'influence [4, 17] (jusqu'à 0,2% poids) suivi du Si avec une influence plus modérée [4]. Le fer (Fe) n'a qu'une influence limitée à ces faibles concentrations en ne jouant que sur la quantité et l'épaisseur de phases formées et non pas sur la cinétique de transformation [4]. Un autre élément, le Cr, a aussi une influence notable sur sa conversion en α -Al₁₂(Fe, Cr)₃Si [11] mais son impact, lors de l'homogénéisation, est moins bien documenté. Cet élément accroît aussi la stabilité de la phase α à la solidification et augmente la quantité présente par rapport à des alliages sans Cr.

Une modélisation et une expérimentation avec des alliages similaires sans Cr (entre A2 et H3), illustrées à la figure 2.10 et 2.11 [4], montrent le temps de transformation estimé selon la composition de l'alliage. Avant extrusion, il est nécessaire d'avoir un f_α d'au moins 0,8 et préféablement de 0,9 pour obtenir un produit de qualité [27]. Comme le forgeage est un procédé

similaire à grandes déformations, cette limite est considérée comme directement applicable. En considérant ces faits, il est envisageable qu'une transformation suffisante de β en α s'effectue en un temps raisonnable (en dessous de 120 min) pour certaines conditions de préchauffe. De plus, ce temps peut s'avérer moindre en raison de la présence de Cr qui favorise un f_α plus élevé à la solidification.

Figure 2.10 :

Simulation par éléments finis du temps estimé pour la transformation de $\beta \rightarrow \alpha$ à 580°C en fonction de la teneur en Si pour un alliage avec $C_{Mn} = 0,10\%$ sans Cr [4]. Le temps pour atteindre $f_\alpha = 0,8$ est estimé à ~ 110 min.

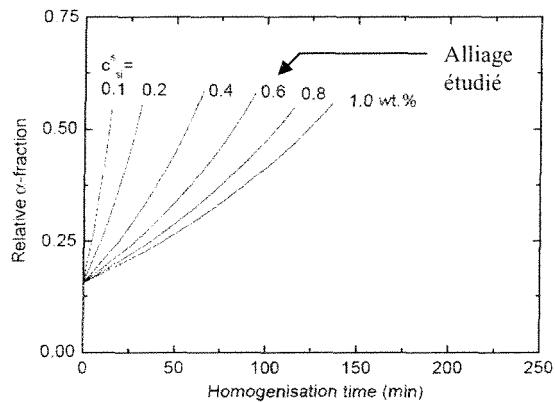
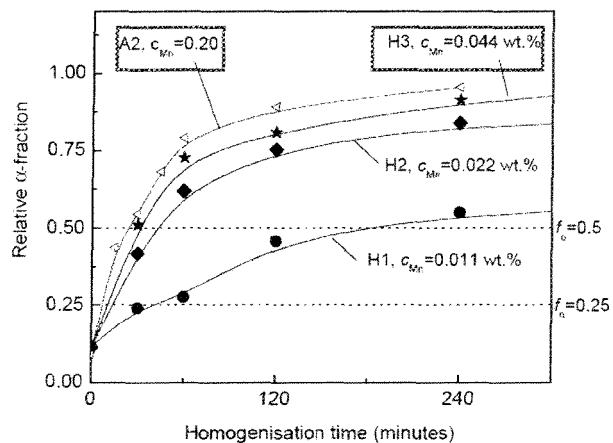


Figure 2.11 :

f_α de différents alliages sans Cr en fonction du temps d'homogénéisation à 580°C. L'alliage à l'étude se situe entre A2 et H3 avec un $C_{Mn} = 0,11\%$ poids [4]. Le temps pour atteindre $f_\alpha = 0,8$ est estimé à ~ 120 min.



Chapitre 3. Procédure expérimentale

Le but de l'étude est de déterminer s'il est possible d'éliminer l'homogénéisation lorsque le matériel est destiné au forgeage à chaud. Pour y parvenir, des tests comparatifs entre les deux états de base (tel que coulé + homogénéisé Vs. tel que coulé) sont effectués sous différentes conditions de préchauffe. Ces tests permettront d'observer les changements qui accompagnent l'homogénéisation aux niveaux mécanique et microstructural.

Afin de se familiariser avec le matériel de base, une caractérisation générale fut effectuée sur une section de billette telle que coulée et sur une section homogénéisée pour déterminer le type de microstructure en présence. Ensuite, 4 conditions exploratoire (tableau 3.1) comparant les états homogénéisés - préchauffés ainsi que seulement préchauffés furent testées afin de peaufiner la méthode expérimentale et de définir les bornes des conditions expérimentales principales.

Les résultats initiaux (déjà publiés [28]) ont ainsi servi de base pour déterminer les conditions de préchauffe principales. Elles ont été fixées à l'aide d'un calcul de première approximation, utilisant les coefficients de diffusion du tableau 2.11, qui donne la quantité de diffusion requise pour atteindre l'homogénéisation. L'espace décrit par le graphique de l'intégrale du flux de diffusion en fonction du temps ($D \cdot t$, figure 3.1) a été divisé en cinq températures pour explorer de façon convenable la zone de transition non homogène / homogène estimée par les tests préliminaires. Ainsi, 14 conditions principales de temps et températures ont été choisies (tableau 3.1).

E -10

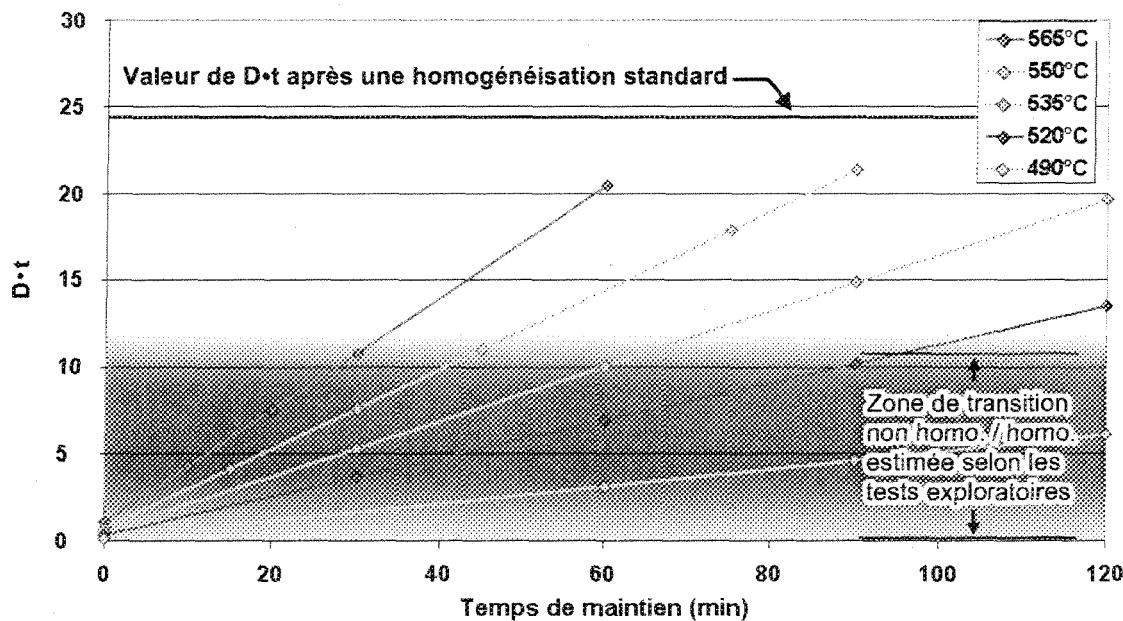


Figure 3.1 : Intégrale de $D_{Mg} = D_0 \cdot \exp^{-Qd/RT}$ en fonction du temps pour définir les conditions expérimentales principales (cas du Mg), la zone de couleur étant celle à explorer. La montée en température est supposé linéaire. La température cible est atteinte en 45 min (temps 0) suivie d'un maintien en température variable.

Tableau 3.1 : Conditions de temps et de températures pour la comparaison des états homogénéisés - préchauffés vs préchauffés

	Température de forgeage (°C)	Montée en température (min)	Temps de maintien (min)		
Conditions exploratoires	565	45	35		245
	450	45	35		245
Conditions expérimentales principales	565	45	10	20	
	550	45	15	30	45
	535	45	20	45	75
	520	45	30	60	90
	490	45	45	90	120

Au final, 18 conditions de temps et températures ont permis de comparer les états homogénéisés - préchauffés ainsi que seulement préchauffés (tableau 3.1) afin de vérifier si une équivalence existait entre la préchauffe et le traitement d'homogénéisation.

Pour détecter cette éventuelle équivalence, des techniques ont été choisies pour mesurer les changements de microstructure subis à la suite d'une homogénéisation. Les principaux étant la transformation de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ en phase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$, le niveau de microségrégation et la température de refonte de phases à bas point de fusion. Les contraintes d'écoulements résultantes ont aussi été mesurées et comparées. La sélection des techniques de mesure employées est présentée dans le tableau 3.2. Les paramètres expérimentaux complets utilisés avec ces techniques pour les conditions principales sont fournis dans l'annexe I.

Tableau 3.2 : Techniques de mesure et observation du phénomène relié

Phénomène	Technique d'observation
Transformation de $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ en $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$	Microscopie optique
Niveau de microségrégation	Microscope électronique équipé d'un E.D.X.
Température de refonte des différentes phases (Mg_2Si , Si, θ , Q, ...)	Calorimétrie ou DSC (phase exploratoire seulement)
Comportement lors du forgeage	Presse de compression à enceinte chauffée

3.1. Prélèvements des échantillons

La billette, qui a un diamètre de 101mm, est la matière première de cette étude sur laquelle tous les tests sont faits. Le matériel est considéré homogène sur sa longueur avec les zones de début et de fin de coulée retirées. D'abord, deux petits segments de 25mm sont découpés pour analyser la microstructure globale. Après analyse, les échantillons servant aux conditions exploratoires et principales devaient être prélevés.

La prise de ces échantillons devait maximiser le matériel disponible et minimiser l'erreur systématique due au prélèvement. En regroupant le matériel nécessaire aux quatre tests sur un même échantillon, les conditions subies par tous sont identiques et de petites variations entre les tests ne pourront être imputables à la provenance du matériel.

La forme optimale répondant à ces critères s'est révélée être un cylindre de 25mm de diamètre par 101mm de long donnant tous les échantillons nécessaires pour une condition donnée (figure 3.2a). De plus, pour s'assurer d'une grande reproductibilité des résultats, l'endroit de prélèvement des échantillons devait être le plus homogène possible. En vue de la distribution de la taille de grains (voir section 4.1.1) et afin d'obtenir un maximum d'échantillons, le meilleur endroit de prélèvement s'est révélé proche du mi-rayon de la billette. L'emplacement situé entre 12 et 37mm (total 25mm) du centre de la billette permet d'obtenir 5 cylindres par sections de 101mm (figure 3.2b). La découpe des échantillons s'est faite à l'état de coulée de façon à minimiser les impacts de l'usinage sur le matériau.

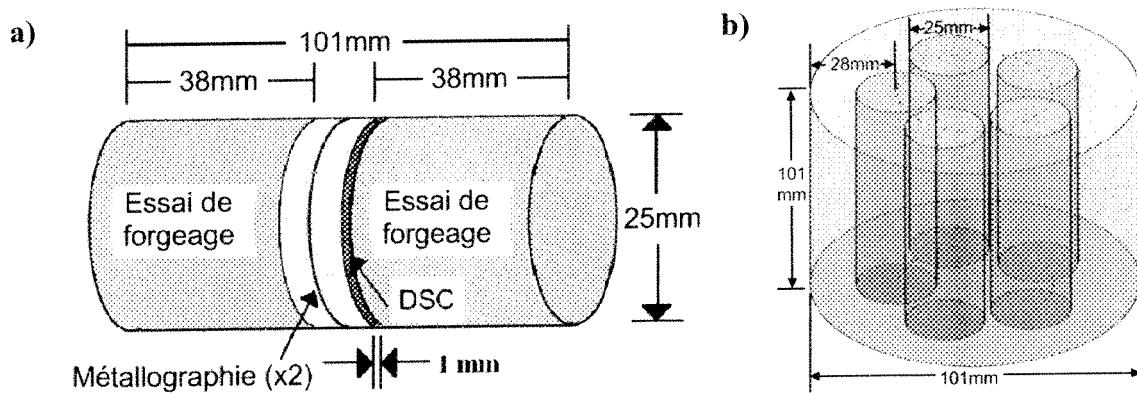


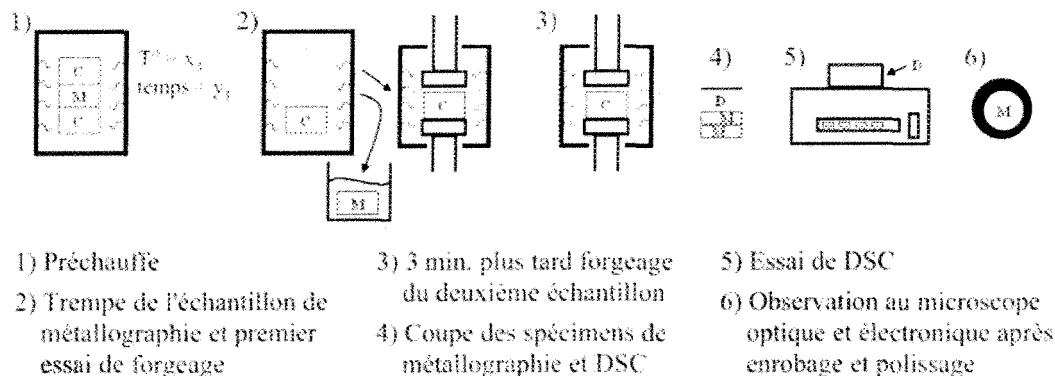
Figure 3.2 : Schéma du prélèvement des échantillons dans le cylindre dédié (a) qui sont d'abord prélevés dans la billette (b)

3.2. Processus expérimentaux

Dans un premier temps, la microstructure globale est analysée sur deux tranches de billette de 25mm telle que coulée. Une est polie jusqu'au 500grit et attaquée 60 secondes à l'aide d'une solution de 0,5% HF pour révéler les joints de grains afin de mesurer la taille des grains et déterminer leur morphologie. L'autre est polie jusqu'au 0,05 µm pour observer les intermétalliques présents dans la microstructure.

Ensuite, les cylindres usinés sont identifiés et coupés en trois morceaux. Deux d'entre eux servent aux essais de forgeage et sont usinés avec une grande précision (25.4mm x 38.1mm ±0.127mm) puis contrôlés. Le dernier segment restant sert à la métallographie et à la DSC. Ces trois morceaux sont soit homogénéisés ou laissés à l'état de coulée, puis se suivent tout le long du processus expérimental, schématisé à la figure 3.3.

Figure 3.3 : Schéma du déroulement des expériences pour les états tel que coulé et homogénéisé



Avant la préchauffe, les échantillons à forger sont enduits de nitrure de bore (BN) puis sont empilés verticalement dans le four (étape 1). Une fois la préchauffe terminée, l'échantillon de métallographie et un spécimen de forgeage sont rapidement sortis avec des pinces isolées. L'échantillon de métallographie est plongé dans un bac d'eau froide et le spécimen de forgeage est placé dans l'enceinte chauffée d'une presse de compression MTS 810, le tout en moins de 15 sec (étape 2). Après un temps de stabilisation de deux minutes, le spécimen est déformé à un taux de 1 s^{-1} pour une déformation vraie de 1 mm/mm (voir eq. 3.4 et 3.5). Lorsque l'essai est terminé, le spécimen forgé est trempé dans l'eau et le cycle recommence pour le deuxième échantillon (étape 3). Le temps séparant le forgeage des deux tests est de trois minutes.

L'échantillon de métallographie est coupé en trois tranches (étape 4) ; une pour effectuer les mesures de calorimétrie (< 1mm d'épaisseur) et deux de dimensions similaires pour la métallographie. Pour mesurer la température de refonte du Mg₂Si à l'aide de la calorimétrie, un petit disque de 4 mm de diamètre est poinçonné de la mince tranche puis poli au 500 grit, pesé et

finalement passé dans un calorimètre (étape 5) Perkin Elmer DSC 7 à un taux de chauffe de 30°C/min. Quant aux deux rondelles, elles sont enrobées, une dans de la bakélite et l'autre dans de la résine conductrice, puis sont polies jusqu'au 0,05 µm (étape 6). Comme α et β sont de même couleur, une attaque de 15sec avec une solution de 0,5% HF est effectuée sur l'échantillon de bakélite pour foncer la phase β et mieux la départager de la phase α .

3.3. Cueillettes et traitements des données

Pour tirer le meilleur parti des différents tests, il est important d'obtenir des données exploitables de qualité pour chaque test ainsi que de les traiter de façon adéquate pour en extraire les informations utiles.

3.3.1. Microstructure globale

La microstructure générale de la billette telle que coulée est observée à l'aide de deux techniques. Elles permettent de mieux connaître le matériau de base de l'étude et de se familiariser avec sa microstructure.

La première est une analyse au microscope optique de la forme et de la taille des grains. L'évolution de ces caractéristiques est mesurée du bord de la billette jusqu'à son centre. Pour ce faire, une tranche de billette est polie jusqu'au 500 grit puis attaquée 60 secondes avec une solution de 0,5% HF pour bien distinguer les joints et cellules des grains. Des mesures

d'interception sont faites à partir du bord de la billette jusqu'en son centre tout les 500 μm sur quatre droites de 500 μm ainsi qu'un cercle de 500 μm de diamètre. La mesure est inspirée de la norme ASTM E112-96 pour la mesure des interceptes mais les dimensions des lignes et du cercle ont été diminuées pour avoir une plus grande précision spatiale. Un profil de la taille moyenne des grains sur 500 microns en fonction de la distance du bord de la billette est ensuite tracé. Il est alors possible de bien connaître la distribution de la taille des grains et de détecter différentes zones dans la billette où la microstructure diffère.

La deuxième méthode est une analyse sommaire des phases présentes à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB). Pour ce faire, une autre tranche de billette de 101mm est polie jusqu'au 0,05 μm et est placée dans l'enceinte sous vide du microscope. Des photos des phases rencontrées au bord, à mi-rayon et au centre sont ensuite prises. Une analyse de composition chimique accompagne parfois ces photos afin de pouvoir identifier les phases présentes.

3.3.2. Caractérisation des phases et transformation $\beta \rightarrow \alpha$

La microstructure est observée à l'aide d'un microscope optique Nikon eclipse ME 600 muni d'une caméra Sony Power HAD pour la capture d'image. Il est utilisé avec le logiciel d'analyse d'image Clemex Vision PE version 4.0. Lors des essais exploratoires, la caractérisation des phases s'est effectuée de façon manuelle à l'aide du logiciel de dessin Paint.Net. Cinq photos attaquées et cinq non attaquées prises à 500x ont été caractérisées.

Pour les principaux essais, une routine pour la capture d'image et deux pour leur analyse ont été programmées et utilisées sur les deux échantillons de métallographie par conditions. Due à la faible quantité relative des différentes phases (< 1%) et afin d'avoir une bonne précision, 6 photos mosaïques de 3x3 à 1000x de grossissement ($\sim 350\ 000\ \mu\text{m}^2$) sont prises par échantillon. Ces photos sont d'abord nettoyées numériquement avec le logiciel Paint.Net et ensuite analysées. La première routine d'analyse d'image, exécutée sur les échantillons non attaqués, permet une identification semi-automatique et une caractérisation des phases présentes. La seconde routine, exécutée sur les échantillons attaqués est semi automatique et donne aussi une caractérisation de ces phases.

Le type de données obtenues une fois les routines terminées sont résumées au tableau 3.3. Les données extraites les plus utiles pour l'échantillon sans attaque chimique sont entre-autre le pourcentage de surface de $\alpha + \beta$ et de Mg_2Si (β' , β). Pour l'échantillon attaqué, le pourcentage de surface de α , le nombre et la longueur de β ainsi que la surface collective de toutes les particules confondues (exempt de poussière et porosité) sont retenus. Les données nombre et surface totale de particules sont ramenées en (unité) / $100\ 000\mu\text{m}^2$.

Une donnée importante à extraire est le pourcentage de α et de β . Normalement, ce procédé devrait être simple en ne divisant que la surface de α (surface attaquée) sur la surface de α et β (sans attaque). Néanmoins, cette façon de faire est très imprécise car l'attaque chimique atteint aussi la phase α qui peut ainsi atteindre jusqu'à 150% de sa surface initiale. Il est aussi impossible de dire de combien la surface attaquée augmente pour chaque échantillon. Il faut donc un autre calcul, expliqué par les étapes 3.1 à 3.3.

Tableau 3.3 : Mesures obtenues à l'aide du microscope optique pour chaque phase

Mesure	Échantillon sans attaque			Avec attaque		
	$\alpha + \beta$	β' , β_{Mg_2Si}	Porosité Poussière	α	β	Particules
Nombre	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Surface de la particule (μm^2)	✓	✓		✓		
Sphéricité [(4* π *Aire)/Périmètre ²]	✓	✓		✓		
Longueur (μm)	✓	✓		✓	✓	
Largeur (μm)	✓	✓		✓		
Ratio longueur / largeur	✓	✓		✓		
Surface totale (μm^2)	✓	✓	✓	✓		✓

$$\frac{\alpha}{\text{SurfaceTotalPhases}} \quad (\text{échant. attaqué}) \quad (\text{étape 3.1})$$

$$\frac{\alpha + \beta}{\text{SurfaceTotalPhases}} \quad (\text{échant. normal}) \quad (\text{étape 3.2})$$

$$\frac{\text{Etape3.1}}{\text{Etape3.2}} \times 100 \quad (\text{étape 3.3})$$

Cette méthode contourne le problème de l'attaque en se basant sur 2 hypothèses, soit une érosion identique des phases et une surface observée suffisante pour obtenir un nombre de phases très similaires entre l'échantillon attaqué et non attaqué. En ramenant la quantité de phases mesurées sur le total de phases présentes pour les deux échantillons (étape 3.1 et 3.2) et en les simplifiant (étape 3.3), on retrouve $\alpha/(\alpha+\beta)$, contournant ainsi l'effet d'érosion. Ce calcul n'est toutefois pas très précis (erreur ~ 10%) en raison du respect partiel de ces deux hypothèses (voir

section 4.2.1) et n'est donc utilisé qu'à titre indicatif. Un meilleur moyen de déterminer l'homogénéité du matériel est de mesurer directement la longueur totale des plaques de β . Il est logique de penser qu'une mesure absolue de la quantité de β est au moins aussi représentative de la forgeabilité du matériel qu'une mesure relative de pourcentage. En effet, pour une même valeur, cette dernière peut donner des quantités variables selon l'alliage utilisé. Dans ces conditions, il est plus indiqué d'utiliser la longueur totale de β pour déterminer si le matériel tel que coulé se compare au matériel homogénéisé.

3.3.3. Microségrégation des éléments d'alliage

L'analyse de la microségrégation est réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (S.E.M. Jeol JSM-6480LV) muni d'un détecteur E.D.X. (Energy Dispersive X-rays spectroscopy). L'élément choisi pour indiquer l'homogénéité est le Mg. C'est l'élément d'alliage que l'on retrouve en plus grande quantité et qui a le plus grand pouvoir de durcissement par solution solide (donc son homogénéité est importante). Le Si est aussi utilisé pour déterminer si la présence d'un pic de Mg est dû à la phase Mg₂Si ou non. Un échantillon non attaqué enrobé dans de la résine de carbone conductrice est épousseté et inséré sur un porte échantillon. Il est ensuite placé dans le sas du microscope puis transféré dans l'enceinte sous vide. L'observation de l'échantillon débute une fois le faisceau d'électron stabilisé à un courant de $\sim 70\mu\text{A}$ et à une tension d'accélération de 20kV. D'abord, une région où des dendrites sont visibles est sélectionnée puis une analyse de composition est faite sur une ligne traversant les dendrites (soit 150 μm lors des essais principaux). Le processus est répété une seconde fois pour un autre

endroit. Lors de la mesure, il y a interaction entre le faisceau d'électrons et la surface observée à l'intérieur d'un volume en forme de poire. Celle-ci à une largeur d'environ $0,85\mu\text{m}$ par $1,10\mu\text{m}$ de haut pour une tension d'accélération de 20kV [29].

La matrice de données obtenue indique le nombre de fois qu'un élément donné est détecté tous les $0,6\mu\text{m}$. Le pourcentage atomique de chaque élément (Al, Mg, Si, Cu, Fe et O) est calculé en tout point et puis un profil est tracé. La distribution des éléments Mg et Si indique le niveau de microségrégation restant selon que le profil est uniforme (solution solide homogène) ou en forme de vague (solution solide non-homogène). Les deux lignes d'analyses sont mises bout à bout puis une moyenne mobile sur 5 points ($3\mu\text{m}$) est faite pour ces deux éléments afin de diminuer le bruit de fond. Les pics formés par les phases sont ensuite tronqués à un maximum de 5% at. de Mg et $\sim 1,6\%$ at. de Si pour faciliter l'analyse subséquente des graphiques tracés.

3.3.4. Température de première fusion

La température de liquéfaction des phases à bas point de fusion donne un maximum à ne pas dépasser lors de tous procédés. Pour la mesurer, un calorimètre Perkin Elmer DSC 7 soumet des petits disques minces de 4mm de diamètre à une montée contrôlée en température. Ils sont poinçonnés dans une mince tranche prévue à cet effet, polis au 500 grit, lavés aux ultrasons dans un bêcher remplis d'alcool, séchés et finalement pesés (poids final entre 15 et 30 mg). Chaque condition est testée 2 fois pour s'assurer de la reproductibilité des résultats. L'appareil dispose de deux cellules, une de référence avec un creuset de carbone vide et l'autre de test avec un creuset

identique contenant l'échantillon. Le test est réalisé lors d'une montée en température imposée de 30°C/min où le calorimètre compare la puissance électrique nécessaire pour maintenir une différence de température nulle entre la cellule de test et d'échantillon. Toutes les variations internes d'enthalpie de l'échantillon sont ainsi détectées (ex. : fusion, précipitation, ...) en fonction de la température. Ces variations se traduisent graphiquement par la présence de pics endo ou exothermiques qui fournissent, après analyse, la température de transformation et le transfert d'énergie nécessaire à la réaction (l'enthalpie). Les données enregistrées sont la puissance (mW), le temps et la température et sont traitées à l'aide du logiciel Pyris. Après soustraction de la réponse à vide de l'appareil et redressement de la courbe, le pic endothermique de la fusion des phases est mesuré pour obtenir la température de fusion (°C).

3.3.5. Le Forgeage

Avec les essais de forgeage, il est possible de comparer la réponse mécanique des échantillons homogénéisés et coulés soumis à différentes conditions de préchauffe. Lors d'un test, la presse de compression suit un profil de position en fonction du temps créé par l'utilisateur. Ce profil décrit la position des plateaux à chaque milliseconde pour la compression d'un échantillon de 38 mm de haut à une vitesse de 1 s^{-1} pour une déformation total de 1 mm/mm (éq. 3.1 à 3.5). Deux tests par condition sont effectués et les résultats obtenus sont le temps, la position et la force exercée. En plus de ces données, la hauteur et le diamètre initial sont mesurés pour chaque échantillon ainsi que la température de l'échantillon juste avant forgeage.

Des courbes de calibration à vide de la presse de compression sont réalisées pour chaque température afin de pouvoir enlever la réponse élastique de la presse qui se déforme légèrement sous la contrainte. Une fois les mesures de position étalonnées, la contrainte et la déformation vraie sont calculées à l'aide des équations 3.1 à 3.4.

$$\text{Contrainte d'ingénierie } (\sigma_E) \quad \sigma_E = \frac{\text{Force}}{\text{Surface initiale}} = \frac{4 * \text{Force}}{\pi * D^2} \quad (3.1)$$

$$\text{Déformation d'ingénierie } (e) \quad e = \left(\frac{H_f}{H_0} \right) \quad (3.2)$$

$$\text{Contrainte vraie } (\sigma_T) \quad \sigma_T = \sigma_E (1 - e) \quad (3.3)$$

$$\text{Déformation vraie } (\varepsilon) \quad \varepsilon = \ln \left(\frac{H_0}{H_f} \right) \quad (3.4)$$

$$\text{Taux de déformation } (\dot{\varepsilon}) \quad \dot{\varepsilon} = \frac{\ln \left(\frac{H_1}{H_2} \right)}{(T_2 - T_1)} \quad (3.5)$$

avec D : diamètre, H_0 : hauteur initial, H_f : hauteur final, H_1 : hauteur au temps 1,
 H_2 : hauteur au temps 2, T_1 : temps 1, T_2 : temps 2

Finalement, lors des principaux essais, les variations de contraintes engendrées par un écart entre la température de forgeage cible et expérimentale sont corrigées, tenant compte de l'adoucissement ou du durcissement apporté par les degrés en trop ou en moins. Cependant, les courbes ne sont pas corrigées pour tenir compte de l'échauffement adiabatique causé par la

déformation lors du forgeage. Pour compenser l'écart entre la température et expérimentale, une moyenne de la contrainte vrai ($\bar{\sigma}_T$) est calculée lorsque l'écoulement est stable entre 0,59 et 0,63 de déformation vraie pour chaque condition homogénéisée ayant des microstructures similaires. Ces valeurs sont ensuite placées dans un graphique de la contrainte en fonction de la température et les points sont reliés par une courbe de régression de deuxième degré. Le processus est illustré par les étapes 3.4 à 3.8.

Construction du graph de la contrainte vraie moyenne ($\bar{\sigma}_T$ entre $e = 0,59$ et $0,63$) en fonction de la température $\bar{\sigma}_T = f(T^\circ)$ (3.4)

Calcul de la courbe de régression quadratique (3.5)

Estimation de l'écart de contrainte moyenne dû à l'écart de température à l'aide de la quadratique $\Delta \bar{\sigma}_T = \bar{\sigma}_T$ à T° cible - $\bar{\sigma}_T$ à T° expérimentale (3.6)

Estimation de la contrainte expérimentale moyenne à température cible
 $\bar{\sigma}_T$ exp. à T° cible = $\Delta \bar{\sigma}_T + \bar{\sigma}_T$ expérimentale (3.7)

Correction de la contrainte expérimentale (σ_T) en tout point
 σ_T exp. à T° cible = σ_T expérimentale * $\bar{\sigma}_T$ exp. à T° cible / $\bar{\sigma}_T$ à T° cible (3.8)

Si l'écart entre les deux tests d'une même condition est de plus de 2.5% et que l'un d'entre eux dévie significativement de la tendance observée, alors seulement celui le plus près de la tendance est comptabilisé.

Chapitre 4. Résultats et discussion

Pour faciliter à la compréhension et à la synthèse, les résultats sont placés dans un certain ordre. D'abord, une caractérisation globale de la billette à l'état de coulée permettra de mieux connaître la microstructure du matériau de base. Ensuite, une analyse des phases en présence dans la microstructure va permettre de mesurer l'avancement de la transformation de $\beta \rightarrow \alpha$ de l'état de coulée et la quantité des phases Mg₂Si présentes à l'état homogénéisé et de coulée. La microstructure ayant subit une préchauffe seulement pourra ainsi être qualifiée ou non d'homogène. Une comparaison des mesures de microségrégation va permettre d'établir un diagnostic similaire au niveau de la distribution du Mg dans la matrice. Aussi, des tests de calorimétrie permettront de déterminer la température de première fusion de l'alliage qui définit la limite maximale d'opération. Finalement, les tests de forgeage vont permettre de déterminer le niveau d'équivalence entre les états homogénéisé et de coulée pour chaque condition de préchauffe.

4.1. Microstructure globale

4.1.1. Caractérisation des grains

La billette a été étudiée dans son ensemble afin de déterminer sa microstructure globale. Une observation en plusieurs endroits a indiqué, que généralement, la billette était constituée presqu'entièrement de grains à structure équiaxe. Leur population a montré une grande variabilité de taille pour un même endroit, pouvant passer d'environ 30 à 100 μm . Ces grains possèdent très peu de bras dendritiques, allant rarement jusqu'à cinq et la distance les séparant est faible. Les quelques grains à structure basaltique observés montrent une distance de séparation dendritique similaire. Cette faible distance interdendritique indique une vitesse de refroidissement rapide. Le tableau 4.1 indique une approximation de cette vitesse de solidification basée sur l'espace interdendritique (D.A.S.) mesuré au centre, à mi-rayon et au bord de la billette. La formule $D.A.S.=7,5*t^{0,39}$ [8] utilisée est dérivée de la solidification d'un alliage Al-Cu de la série 2xxx. Les figures 4.1, 4.2 et 4.3 montrent la microstructure de ces trois régions.

Tableau 4.1 : Espace interdendritique, temps de solidification et vitesse de refroidissement estimée ($D.A.S.=7,5*t^{0,39}$ [8] avec une intervalle de solidification de 38°C)

Profondeur (à partir du bord)	D.A.S. (μm)	Temps de solidification (s)	Vitesse de refroidissement ($^{\circ}\text{C/s}$)
Centre (47-52mm)	19,5	11,5	3,3
Mi-rayon (22-27mm)	17,5	8,8	4,3
Bord (0,5-4,5mm)	16,5	7,5	5,1

Figure 4.1 : Attaque chimique d'une section de billette de coulée avec une solution de HF à 0,5% pour révéler les joints de grains (en noir). Micrographie prise à 200x au bord de la billette (taille de grains moyenne de 41µm).

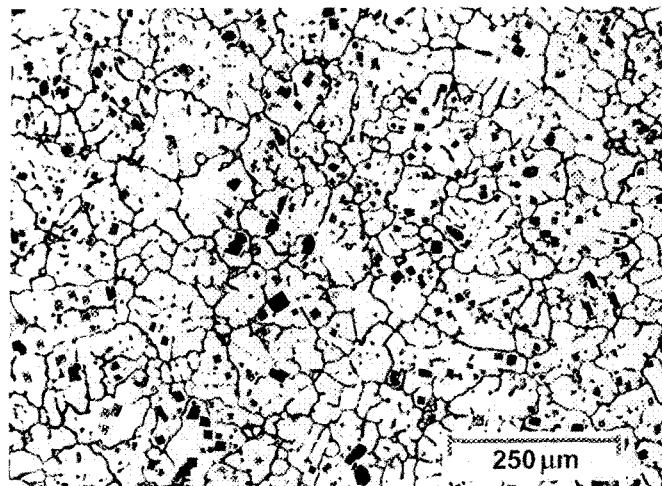


Figure 4.2 : Attaque chimique d'une section de billette de coulée avec une solution de HF à 0,5% pour révéler les joints de grains (en noir). Micrographie prise à 200x à mi-rayon de la billette (taille de grains moyenne de 64µm).

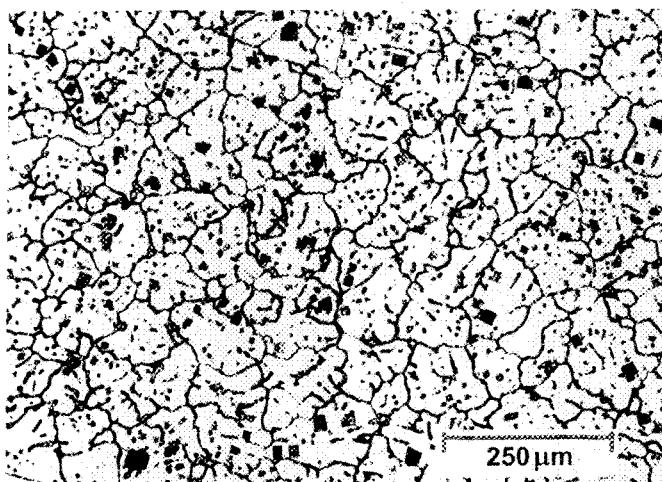
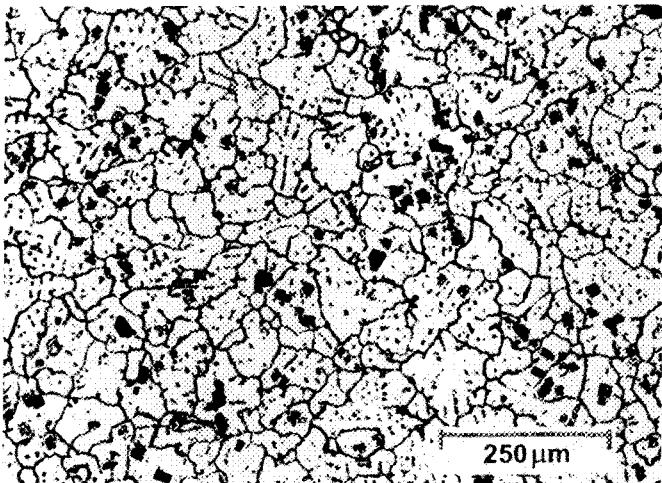


Figure 4.3 : Attaque chimique d'une section de billette de coulée avec une solution de HF à 0,5% pour révéler les joints de grains. Micrographie prise à 200x au centre de la billette (taille de grains moyenne de 60µm).



Une mesure de la taille moyenne des grains a aussi été effectuée à l'aide de mesures d'interception depuis le bord de la billette jusqu'en son centre. À partir de la courbe de tendance de la taille de grains obtenue (figure 4.4), il est possible de définir trois zones ; la zone de bord où les grains sont très petits dû au refroidissement important, la zone de croissance où les grains grossissent et la zone de plateau où la taille de grain est relativement stable. C'est la zone de plateau, ayant la taille de grains la plus constante, qui a été choisie pour le prélèvement des échantillons. Une quatrième zone s'ajoute après observation au microscope optique, la zone Fcorticale (figure 4.5). Cette couche en surface de la billette est très mince, soit environ entre 50 et 200 μm . Elle est enrichie en éléments d'alliages par le phénomène de ségrégation inverse qui "aspire" vers la surface la fraction liquide restante lors du retrait de solidification de la fraction solide. Cette couche contient donc beaucoup plus de phases secondaires qu'ailleurs dans la billette. Une surface lisse de qualité est importante pour pouvoir utiliser la billette complète sans pertes. Le tableau 4.2 donne une approximation de la position et de la dimension des différentes zones ainsi que leur volume dans la billette.

Figure 4.4 :

Moyenne des mesures d'interception le long de l'axe radial. La zone de prélèvement des échantillons, entre 15,5 et 40,5mm présente une taille de grains moyenne de 61 μm .

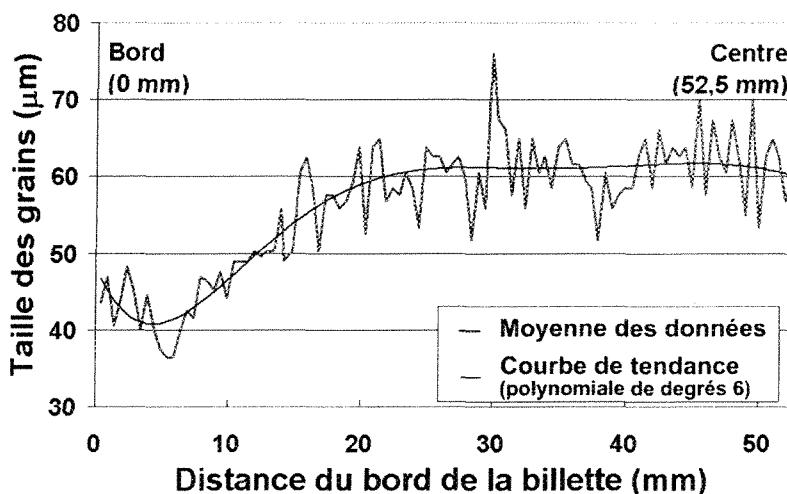


Figure 4.5 :

Bord de la billette telle que coulée attaquée avec une solution de HF à 0,5% pour révéler les joints de grains. Micrographie prise à 200x montrant la zone corticale située entre le bord noir et la ligne rouge.

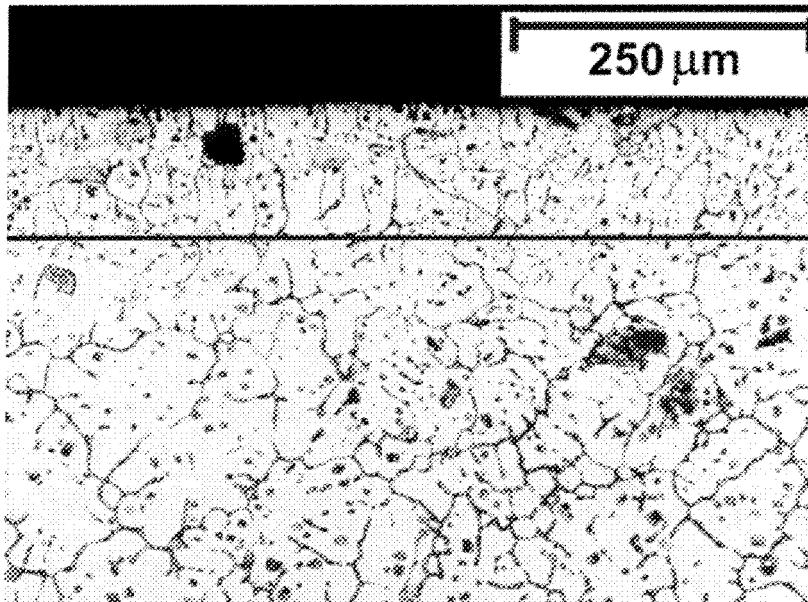


Tableau 4.2 : Position, dimension et volume approximatif des différentes zones

Zone	Position	Volume (%) dans	
	(mm du bord)	Billette	Échantillon
Corticale	0 à 0,25	1	0
Bord	0,25 à 8	27	0
Croissance	8 à 20	33,5	14,5
Plateau	20 à 52,5	38,5	85,5
<i>Total</i>	---	100	100
Échantillon	15,5 à 40,5	---	---

4.1.2. Phases typiques de l'alliage après la coulée

Pour mieux connaître les phases contenues dans l'alliage, une observation qualitative des phases présentes à l'état de coulée a été faite. Des micrographies ont été prises au microscope optique et électronique (M.E.B.) afin de repérer et identifier les phases présentes près du bord ($>1\text{mm}$), à mi-rayon et au centre de la billette. La microstructure présente 4 phases principales, soit $\alpha\text{-Al(Fe,Mn)Si}$, $\beta\text{-AlFeSi}$, Mg_2Si et $\text{Q-Al}_{15}\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ (figure 4.6, 4.7 et 4.8). La quantité de ces phases ne semblait pas varier sensiblement d'un endroit à l'autre de la billette.

Certaines micrographies ont été faites avec une analyse de composition qui vient aider l'identification des phases. Les figures 4.9, 4.10 et 4.11 montrent différentes phases ainsi qu'un pointé de composition obtenu à l'aide de L'EDX. La mesure, ainsi réalisée, englobe tout ce qui entre dans la zone d'interaction faisceau-matière qui prend la forme d'une poire ($0,85\mu\text{m}$ de diamètre par $1,1\mu\text{m}$ de profondeur à 20 kV). Comme les phases sont relativement petites, le volume analysé inclut aussi leur entourage qui est constitué de matrice d'aluminium et/ou d'autres phases. Du coup, la composition obtenue n'est pas une représentation juste de celle de la phase et n'est donc utilisée qu'à titre indicatif.

Figure 4.6 : Micrographie optique du matériel de coulée. Montre les phases Mg_2Si et β - Al_5FeSi .

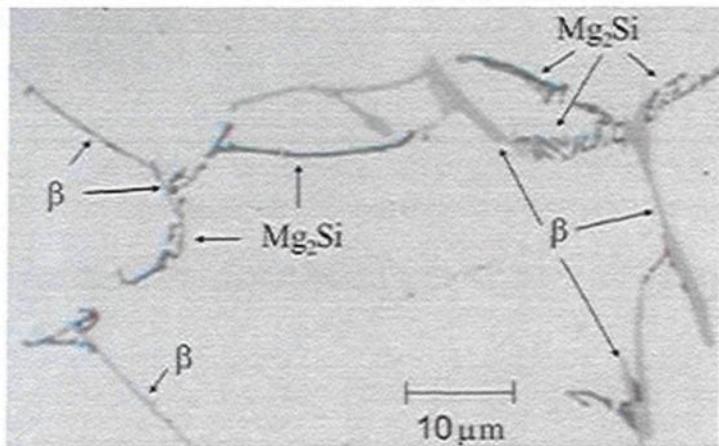


Figure 4.7 : Micrographie optique du matériel de coulée. Montre les phases Q et/ou θ et α - $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si_2$.



Figure 4.8 : Micrographie M.E.B. du matériel de coulée avec addition de fausses couleurs. Montre les phases Mg_2Si , α (rose pâle) et β (bleu).

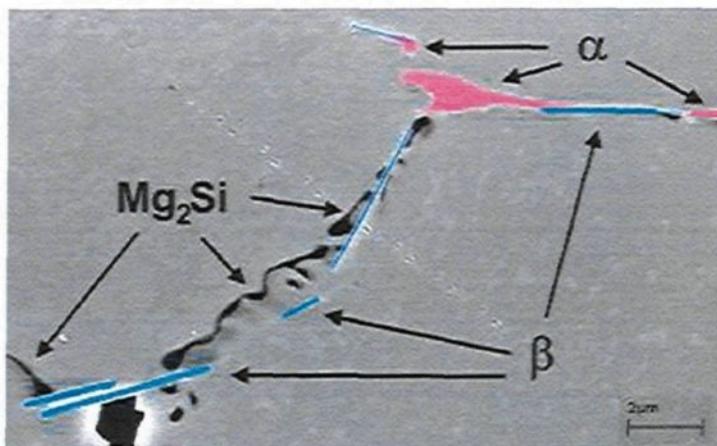


Figure 4.9 : Analyse de composition de plaques de β -Al₅FeSi adjacentes à de la matrice d'aluminium ainsi qu'à des phases Mg₂Si (taches noires)



Figure 4.10 : Analyse de composition de la phase α -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si₂ en forme de script chinois

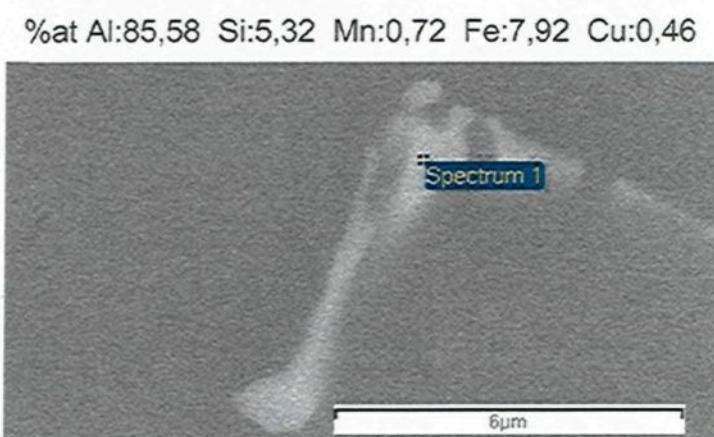


Figure 4.11 : Analyse de composition d'un agrégat d'une ou plusieurs phases de forme sphérique avec de fines structures internes (possiblement une version non stœchiométrique de la phase Q-Al₁₅Cu₂Mg₈Si₆)

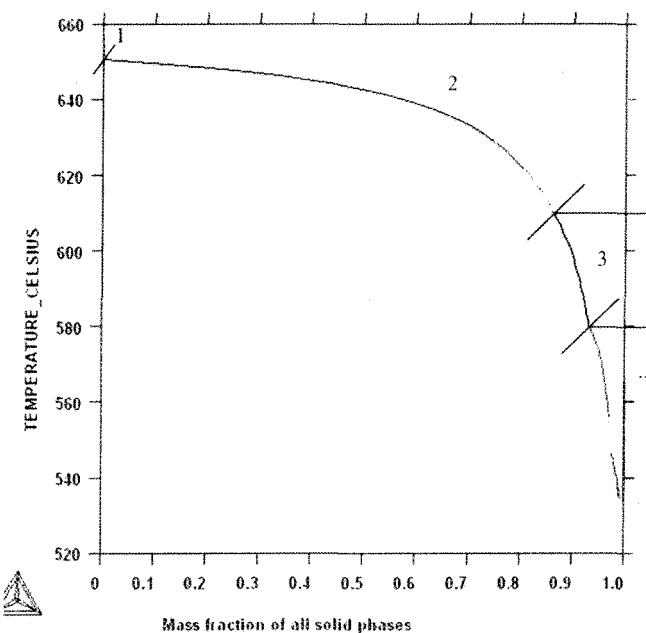


Les phases Mg₂Si sont relativement aisées à identifier par leurs formes de script chinois et leur aspect noir ou multicolore. Les phases α et β partagent la même teinte gris-rosée, facilement identifiable, mais sont difficiles à départager. La phase α se présente parfois sous forme de petits bras minces similaires aux grandes plaques de β et les deux phases sont souvent entremêlées, rendant l'identification pratiquement impossible. Enfin, les phases de formes sphériques sont facilement repérées mais difficiles à identifier. L'analyse de composition révélait une grande variation dans leur composition, suggérant un entremêlement de plusieurs phases et/ou une stœchiométrie variable. Pour avoir une meilleure idée des types de phase susceptibles de se former, une simulation thermodynamique de l'alliage en cours de solidification a été faite pour l'alliage étudié. Le logiciel utilisé, Thermo-Calc, se sert des équations de Scheil-Gulliver pour approximer une solidification hors équilibre à l'aide de diagrammes d'équilibres. Les résultats obtenus sont présentés à la figure 4.12.

Les résultats de la simulation ne sont pas tout à fait en accord avec le tableau 2.8 vu en introduction, mais démontrent que les principales phases formées sont α , Mg₂Si et β . Le dernier 3% de la masse à se solidifier forme les dernières phases, soit π -Al₈FeMg₃Si₆, Q-Al₁₅Cu₂Mg₈Si₆ et du silicium (Si). L'alliage se retrouverait donc dans le cadran III de la figure 2.8 avec l'addition aux phases principales des phases Q, Si et probablement π . Il est à noter que Thermo-Calc n'a donné que les phases en présence sans les réactions les produisant.

Figure 4.12 : Simulation de la solidification de l'alliage étudié, réalisée à l'aide du logiciel Thermo-Calc. Les résultats donnent la température en fonction de la fraction massique des phases (a). Zoom sur la formation des phases secondaires (b).

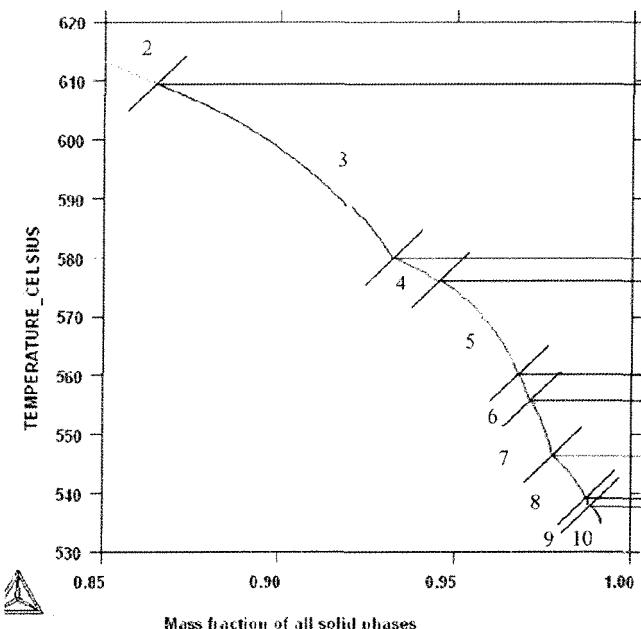
a) THERMO-CALC (2006.09.29:08.26) :
DATABASE:TTALS



b) THERMO-CALC (2006.09.29:08.31) :
DATABASE:TTALS

Phases en présence :

- 1 : Liquide (L)
- 2 : L, α -Al
- 3 : L, α -Al, α -AlFeSi
- 4 : L, α -Al, α -AlFeSi, Mg_2Si
- 5 : L, α -Al, β -AlFeSi, Mg_2Si
- 6 : L, α -Al, β -AlFeSi, Mg_2Si
- 7 : L, α -Al, Mg_2Si , π -AlFeMgSi
- 8 : L, α -Al, Mg_2Si , π -AlFeMgSi, Si
- 9 : L, α -Al, Mg_2Si , π -AlFeMgSi, Si, Q-AlCuMgSi
- 10 : L, α -Al, π -AlFeMgSi, Si, Q-AlCuMgSi



4.1.3. Microstructure avant et après traitement d'homogénéisation

L'homogénéisation modifie profondément la microstructure. La figure 4.13 montre une micrographie à 500x de l'état de coulée et la figure 4.14 une micrographie après homogénéisation.

Figure 4.13 : Micrographie de 500x de l'état de coulée. Présence de différentes phases.

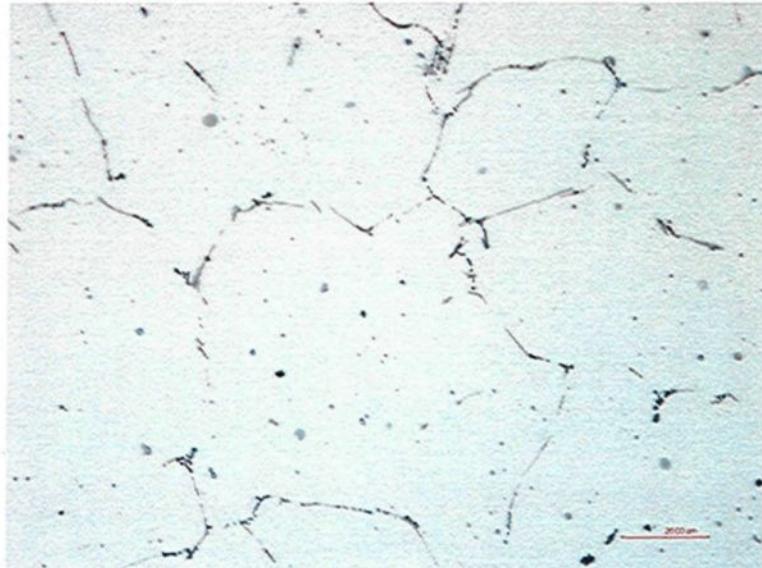
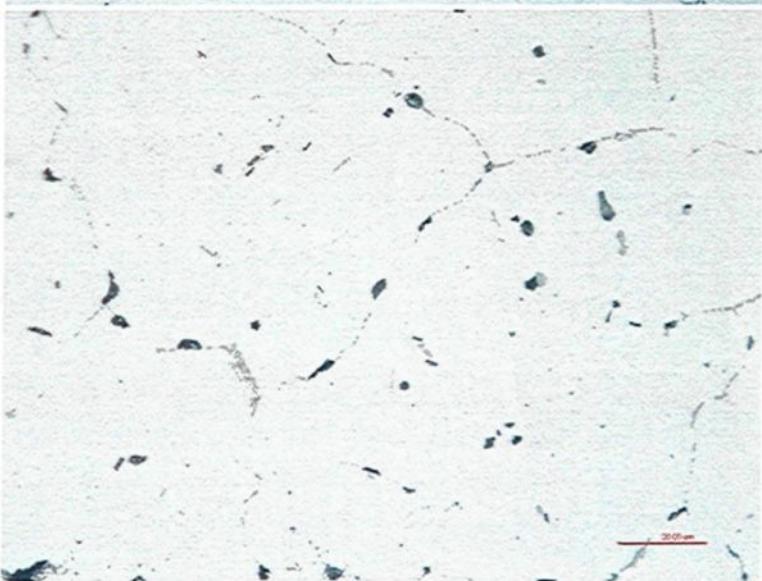


Figure 4.14 : Micrographie de 500x de l'alliage après homogénéisation. Présence des 2 phases principales seulement ; α et Mg_2Si .



Pour mieux comparer les états de coulée et homogénéisé, une identification manuelle de la quantité de phases présentes à été faite sur 10 micrographies par condition prises à 500x. La moitié d'entre elles étaient attaquées chimiquement afin de différencier α et β . Les résultats sont présentés dans le tableau 4.3.

Tableau 4.3 : Quantité de phases présentes pour l'état de coulée et homogénéisé

	État de coulé	État homogénéisé
$\alpha + \beta$	0,8 %	0,65 %
Mg ₂ Si (forme grossière et plaque)	0,5 %	1,0 %
Autres phases (Q, Si, π ...)	0,6 %	0,0 %
% $\alpha / (\alpha + \beta)$	47 %	100,0 %
Longueur des plaques de β	$\bar{x} = 6,0 \mu\text{m}$ $\bar{\sigma} = 3,8 \mu\text{m}$	0
Plaques de $\beta / 10^5 \mu\text{m}^2$	193	0
Longueur totale de β	1161	0

Un des premiers changements remarqués est la fragmentation du réseau d'intermétallique de fer, principalement de la phase β -Al₅FeSi. Lors de l'homogénéisation les plaques de β se transforment toutes en colliers de petites particules rondes de α -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si₂. Il est intéressant de remarquer que l'état de coulée possède déjà une fraction de α élevée (~50%) par rapport à d'autres alliages qui sont d'environ 10% (voir figure 2.11 [4]). Ceci est probablement dû à l'addition de Cr dans l'alliage qui favorise sa présence [11], diminuant aussi le temps de maintien nécessaire pour atteindre une transformation complète.

Une autre modification tout aussi importante est la dissolution et la redistribution des éléments des phases secondaires Q, Si et π . Malgré les apparences, la phase Mg₂Si se dissout aussi lors du maintien à haute température et forme deux types de précipités observables lors du refroidissement en fin de traitement. Les premiers précipités de Mg₂Si sont grossiers et se forment principalement aux joints de grains et dans l'espace interdendritique, précipitant parfois sur de petites billes de phase α . Ils ont une taille moyenne de quelques microns et sont de formes globulaires. Les seconds se forment dans la matrice à l'intérieur des grains. Ils se présentent sous forme de minces plaques d'orientations cristallographiques définies et sont de tailles variées (du dixième de micron à quelques microns de longueur).

4.2. Caractérisation des phases après préchauffe

Les mesures de caractérisation des phases se séparent en deux parties. La première se concentre sur les phases α et β mesurant l'avancement de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$, d'abord mesurées sommairement lors de la phase exploratoire puis de façon plus complète lors de la campagne d'essais principale. L'autre partie porte sur la forme, la quantité et la distribution des phases Mg₂Si.

4.2.1. Transformation $\beta \rightarrow \alpha$

Le niveau de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est un critère très important pour déterminer le degré d'homogénéité. Le tableau 4.4 résume leur quantité après chaque traitement de préchauffe lors des essais préliminaires pour l'état de coulée (As Cast, AC) et homogénéisé (H). Ici le critère d'homogénéité est le ratio (%) de α par rapport à β où environ 100% de α est considéré homogène (H), entre 100% et 85% comme partiellement homogène (h) et moins de 85% comme non homogène (—). Cependant, le calcul du ratio de α n'est pas très précis dû à l'introduction de biais sur la première hypothèse supposant une attaque similaire pour toutes les phases. En effet, des phases trop petites pour être mesurées normalement (dispersoïdes) sont révélées après l'attaque, faussant quelque peu le résultat. Il est aussi difficile de savoir à quel point l'attaque est similaire entre les différentes phases, diminuant ainsi la précision des calculs lors de comparaison entre différentes microstructures.

Tableau 4.4 : Données quantifiant les phases α et β pour différentes conditions de préchauffe

Préchauffe	Critère	% $\alpha + \beta$		ratio α AC (%)	Nombre et longueur de β (AC)		
		T° min d'homog.	H	AC	Nbr / $10^5 \mu\text{m}^2$	L moyenne	L totale / $10^6 \mu\text{m}^2$
Coulée	—	—	—	0,8	47	193	6,0
Homog.	H	0,85	—	100	0	0	0
450°C	35	0,5	0,8	63	n/d	n/d	n/d
	245	0,5	0,6	52	n/d	n/d	n/d
565°C	H	0,6	0,7	100	n/d	n/d	n/d
	245	0,5	0,6	100	n/d	n/d	n/d

Critère d'homogénéité : —: non homogène, h : partiellement homogène, H : homogène

Pour une préchauffe à 450°C, il est difficile de dire s'il y a ou non une très faible transformation de $\beta \rightarrow \alpha$ pour l'état de coulée (précision de ratio α (%)) limitée). Par contre, une préchauffe de 565°C donne une transformation totale pour les deux temps de maintien. Un maintien de seulement 35 min à 565°C est étonnamment court par rapport à celui prévu de 90 à 120min pour des alliages similaires sans Cr lors d'un maintien à 580°C (figure 2.10 et 2.11). Jeniski et al. [11] a montré que la présence de Cr favorisait l'apparition de α -Al₁₂(Fe, Cr)₃Si lors de la solidification d'un 6061 destiné au filage. Ceci pourrait aussi expliquer pourquoi la quantité de α est aussi élevée (~50%) dans l'état de coulée même pour un alliage contenant du Mn.

Une fois les essais préliminaires terminés, les conditions de préchauffe principales ont pu être déterminées et un nouveau critère d'homogénéité a été défini. L'état de la microstructure est considérée homogène (H) lorsque la longueur totale de β mesurée est inférieur à 25 μm par 10⁵ μm^2 observée (~ 100% α), partiellement homogène (h) entre 26 et 175 μm / 10⁵ μm^2 (~85% α) et non homogène (—) pour une longueur supérieure à 175 μm / 10⁵ μm^2 (<85% α). Le tableau 4.5 donne les résultats obtenus lors des principaux tests.

Tableau 4.5 : Données quantifiant les phases α et β pour différentes conditions de préchauffe

Préchauffe	Critère	% $\alpha + \beta$		ratio α AC (%)	Nbr / $10^5 \mu\text{m}^2$	Nombre et longueur de β (AC)		
		H	AC			ℓ moyenne	ℓ totale / $10^3 \mu\text{m}$	
Coulée	—	—	—	0,8	47	193	6,0	1161
Homo.	—	H	0,65	—	100	9	0	0
45	—	0,50	0,64	78	87	5,4	467	
490°C	90	—	0,53	0,62	85	70	5,1	356
120	h	0,56	0,59	98	36	4,8	174	
30	—	0,59	0,66	73	75	4,8	348	
520°C	60	h	0,59	0,66	101	30	4,7	141
90	h	0,57	0,65	89	30	4,1	122	
20	—	0,53	0,83	69	86	4,1	349	
535°C	45	h	0,55	0,77	91	21	4,0	83
75	h	0,57	0,68	93	5	3,7	19	
15	h	0,68	0,66	96	10	5,6	56	
550°C	30	H	0,57	0,61	95	0	0	0
45	H	0,60	0,61	92	1	6,9	5	
565°C	10	h	0,62	0,68	97	7	5,2	36
20	h	0,60	0,63	96	0	0	0	

Critère d'homogénéité : — : non homogène, h : partiellement homogène, H : homogène

D'après le nouveau critère, la longueur totale des plaques de β doit diminuer d'environ 7 fois par rapport à l'état de coulée pour ne pas être trop nuisible au forgeage. Dès 490°C, une transformation notable de β vers α se produit, passant de $1161\mu\text{m} / 10^5\mu\text{m}^2$ avant préchauffe à $467\mu\text{m} / 10^5\mu\text{m}^2$ pour 45 min de maintien jusqu'à devenir partiellement homogène après 120 min avec $174\mu\text{m} / 10^5\mu\text{m}^2$. Lors du traitement, le nombre de plaques ainsi que leur longueur moyenne tendent tous deux à diminuer. L'observation des résultats des autres conditions mène à la même conclusion, requérant 75 min à 535°C et moins de 20 min à 565°C pour donner une microstructure totalement homogène.

Ces résultats sont très encourageants, montrant une plus faible stabilité de la phase β et donc un temps de traitement beaucoup plus court que prévu. Selon la revue de la littérature, la transformation de β à cette température devrait être très lente ou inexistante. Il se peut que le β formé dans l'alliage actuel soit plus mince qu'ailleurs vu que la vitesse de solidification des billettes de 4' est rapide. Les grains résultant ont donc une plus petite taille et une surface de grains collective plus grande. Les dernières fractions d'eutectiques solidifiées sont alors mieux réparties et s'en retrouvent amincies. La transformation demanderait donc moins de temps pour être amorcée et complétée. D'autres facteurs comme la présence de Cr, de Mn ainsi qu'une possibilité d'effets synergiques entre ces deux éléments ne sont pas non plus à exclure. Quant au Si, il tend plutôt à stabiliser la phase β , mais son bon ratio avec Mn (voir figure 2.10) minimise son impact.

Un autre phénomène important observé lors de la transformation de β en α est la fragmentation et la sphéroïdisation de ces phases. La fragmentation est caractérisée par une légère diminution des grosses particules et par une augmentation marquée des petites particules, ce qui diminue leur taille moyenne. Une augmentation de la quantité de petites particules semble favoriser la précipitation de la phase Mg_2Si en lui servant de sites de germination et pourrait possiblement aider à l'homogénéisation des déformations comme dans le cas des dispersoïdes. Leur présence est probablement moins dommageable par rapport à de grosses particules qui peuvent augmenter sensiblement la contrainte d'écoulement et risquer la formation de défauts lors de la mise en forme comme pour β [1-5]. Les figures 4.15 à 4.24 montrent, pour chaque condition, le nombre de particules en fonction de leur surface mesurée (taille) à l'aide de l'analyse d'images (légende détaillée dans la liste des symboles et abréviations).

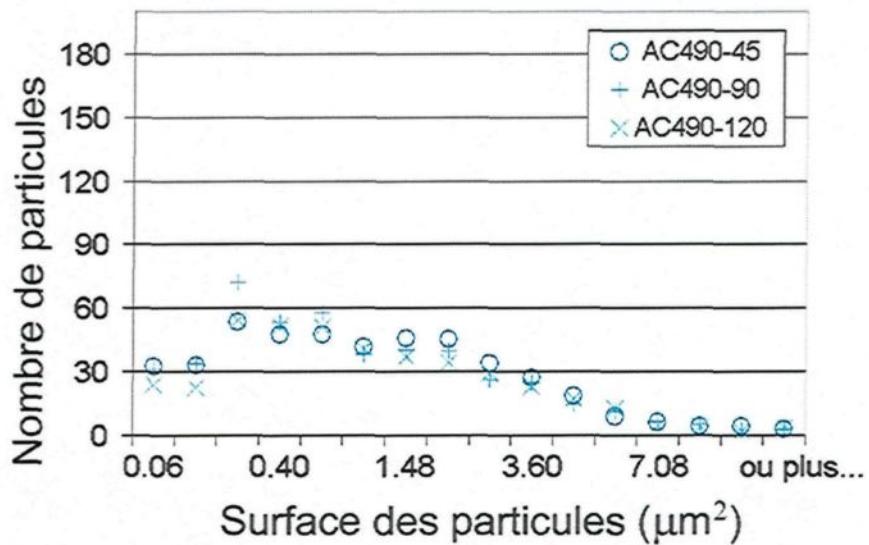


Figure 4.15 : Distribution de la taille des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 490°C de l'état de coulée (AC)

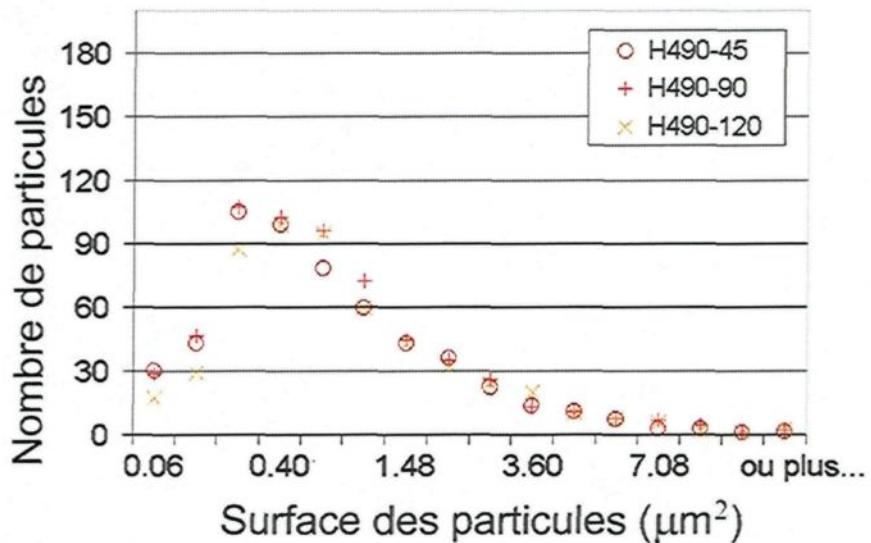


Figure 4.16 : Distribution de la taille des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 490°C de l'état homogénéisé (H)

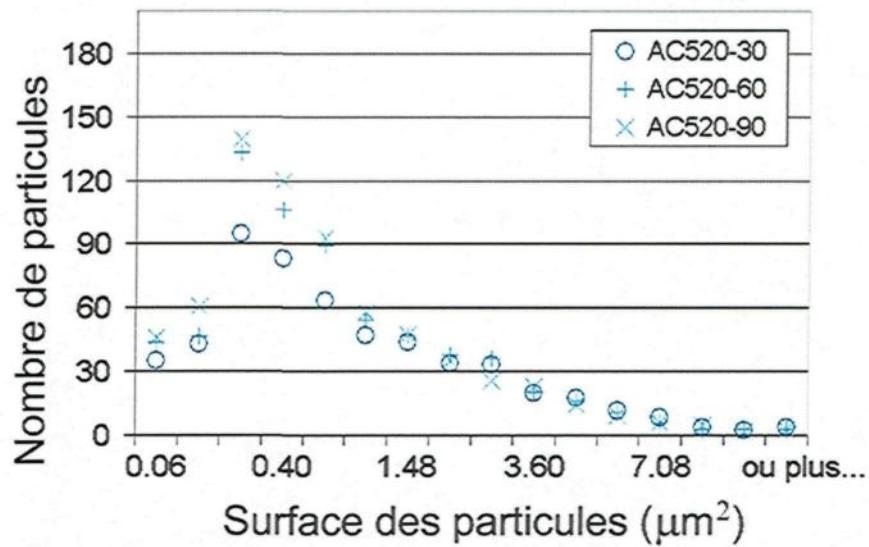


Figure 4.17 : Distribution de la taille des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 520°C de l'état de coulée (AC)

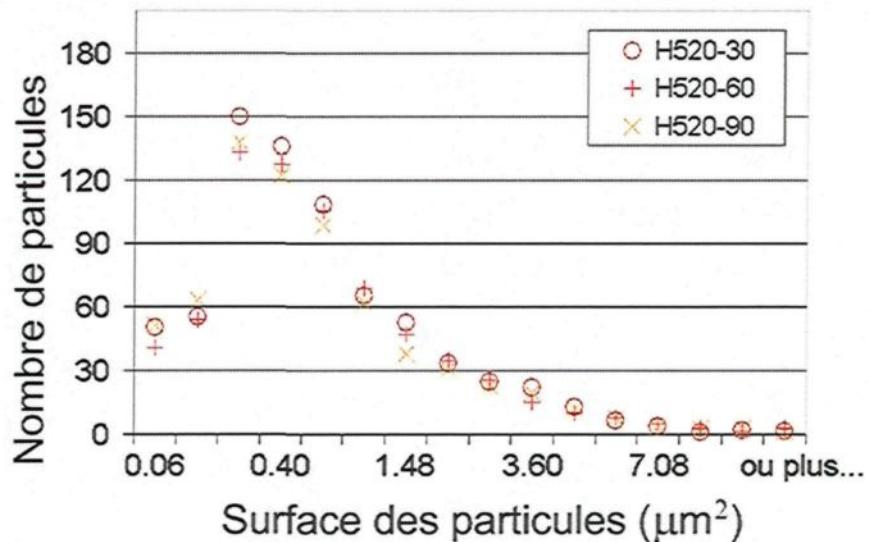


Figure 4.18 : Distribution de la taille des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 520°C de l'état homogénéisé (H)

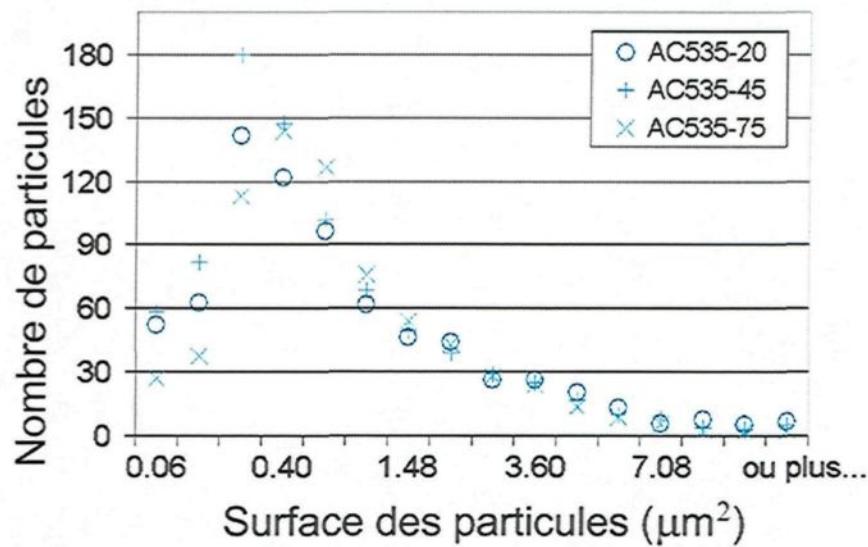


Figure 4.19 : Distribution de la taille des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 535°C de l'état de coulée (AC)

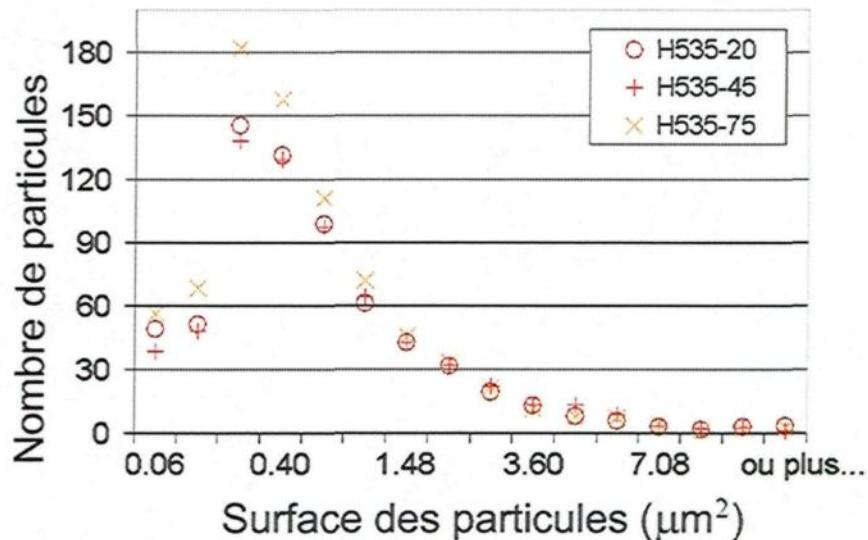


Figure 4.20 : Distribution de la taille des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 535°C de l'état homogénéisé (H)

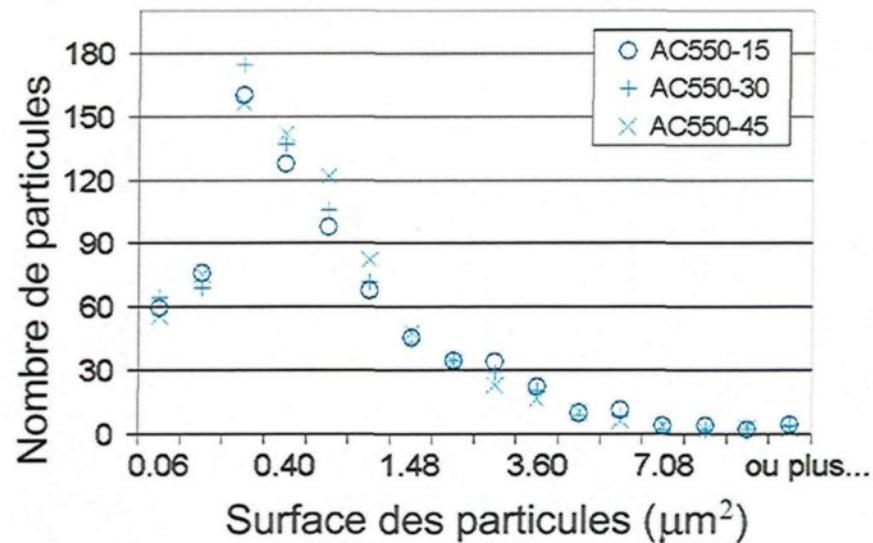


Figure 4.21 : Distribution de la taille des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 550°C de l'état de coulée (AC)

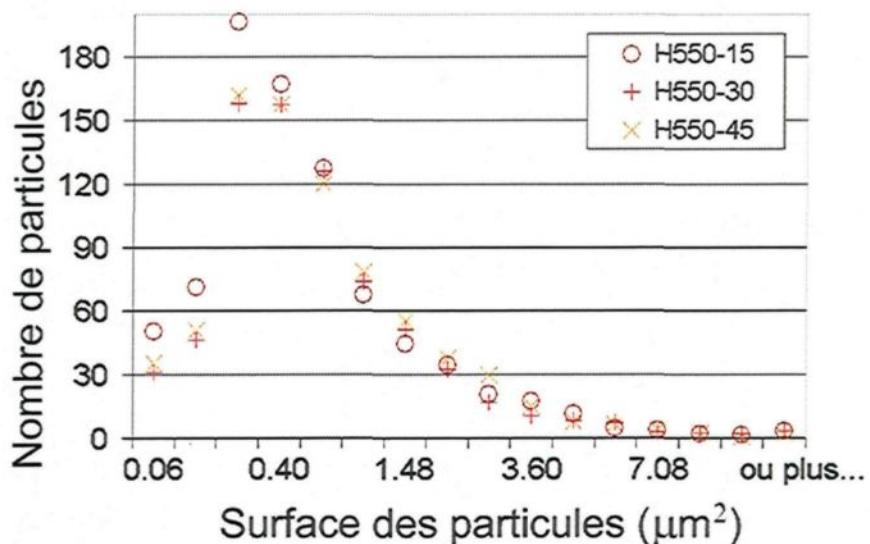


Figure 4.22 : Distribution de la taille des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 550°C de l'état homogénéisé (H)

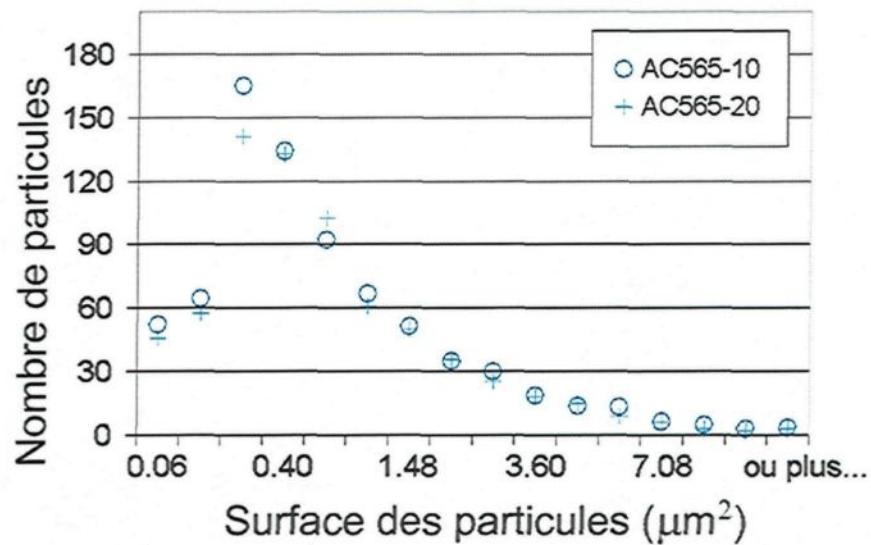


Figure 4.23 : Distribution de la taille des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 565°C de l'état de coulée (AC)

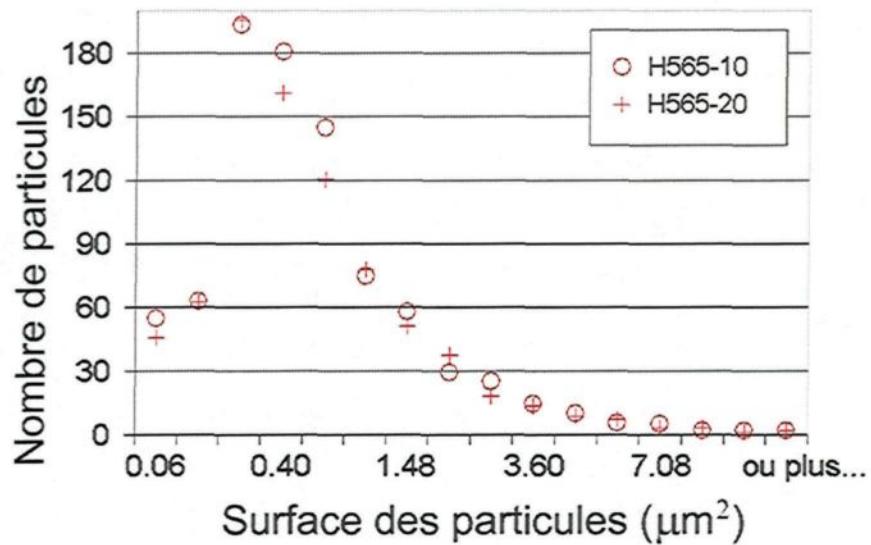


Figure 4.24 : Distribution de la taille des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 565°C de l'état homogénéisé (H)

D'après les observations, les phases principalement touchées par la fragmentation sont les grandes plaques de β , avec une taille se situant entre environ $0,78$ et $3,42\mu\text{m}^2$. Elles se fragmentent en petites billes de phase α qui ont une surface variant entre $0,68$ et $0,23\mu\text{m}^2$. Les figures de l'état de coulée (4.15, 4.17, 4.19, 4.21, 4.23) tendent à confirmer la fragmentation de β en montrant très peu de changement du nombre de particules de α et β ayant plus de $3,42\mu\text{m}^2$. De plus la pente des pics de l'état de coulée a tendance à augmenter, indiquant une fragmentation d'une petite quantité de β plus gros en un grand nombre de petites particules de α . Toutefois, cette augmentation n'atteint pas le même niveau que l'état homogénéisé (4.16, 4.18, 4.20, 4.22, 4.24). Une augmentation de la température de préchauffe apporte beaucoup de changements à la distribution des particules α et β de l'état de coulée. Elle passe de plutôt égale à 490°C , à une distribution avec un pic de mieux en mieux défini à 520°C et 535°C , et se stabilise à 550°C et 565°C . Le temps de maintien n'a pas autant d'influence sur la distribution que la température.

Alors que l'analyse de l'état de coulée est relativement aisée, il en va autrement de l'état homogénéisé, plus surprenant. En effet, comme la transformation de la phase β en α est complétée, le nombre de particules présentes après le traitement d'homogénéisation ne devrait varier que très peu. Or, l'inverse est constaté pour des surfaces de particules inférieures à $3,42\mu\text{m}^2$. Normalement, la distribution de H490 devrait tout au moins être semblable à celle de l'état de coulée à 550°C (correspondant grossièrement à l'état homogénéisé) mais ne l'est pas, le pic étant tronqué aux environs de 110. De plus, la hauteur du pic augmente de plus en plus en fonction de la température. Le simple mécanisme de transformation de β en α ne peut donc expliquer la totalité des résultats

Deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ce phénomène : précipitation de Mg₂Si sur des petites particules de α servant de sites de germination et la fragmentation sous-estimée des phases de α minces en plusieurs petites particules. La formation de Mg₂Si grossier en fin d'homogénéisation cachant les petites particules de α a le mérite d'expliquer l'aspect tronqué de la distribution à H490 et le faible niveau de particules jusqu'à H520-90 (très peu de Mg₂Si par la suite). Ensuite, la fragmentation de phases minces de α en particules plus fines, deviendrait prédominante avec l'augmentation de la température. Le phénomène pourrait donc s'expliquer par un effet combiné de ces deux mécanismes.

La sphéricité des particules est un autre aspect important des modifications subies par la microstructure au même titre que la fragmentation. En effet, plus une particule est sphérique et moins elle engendrera de concentration de contraintes ainsi que de résistance à l'écoulement lors de la déformation. Ceci diminue ainsi le risque que la particule devienne un site d'initiation de fissure. Pour donner un ordre de grandeur de cet indice de forme, une sphère a une valeur de 1, une tige deux fois plus longue que large une valeur de 0,85, cinq fois plus longue 0,48, dix fois plus longue 0,28 et infiniment plus longue 0. Dans le cas de l'extrusion, il est recommandé d'avoir une sphéricité d'au moins 0,5 pour éviter certains problèmes [27]. Les figures 4.25 à 4.34, montrent la quantité de particules en fonction de leur sphéricité. Pour des raisons de clartés, le nombre de particules ayant une sphéricité de 1 est indiqué en haut à droite du graphique (Max).

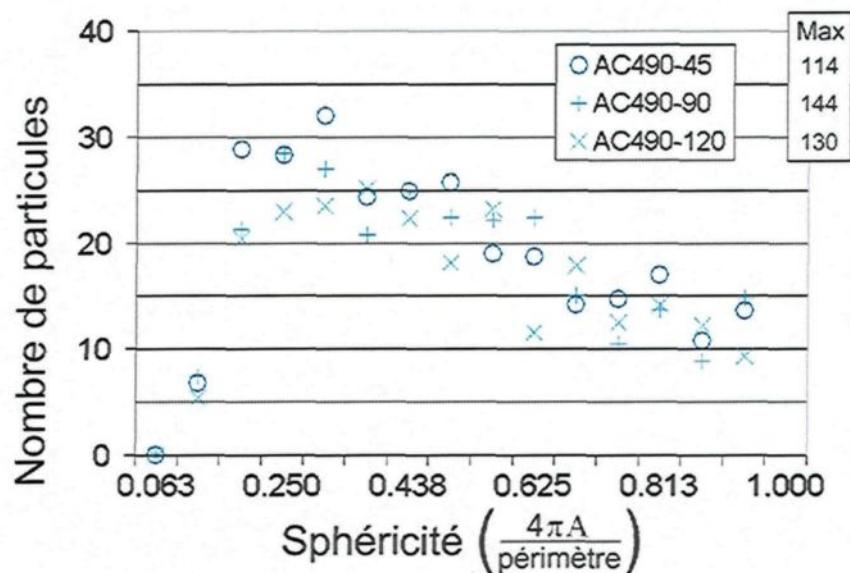


Figure 4.25 : Distribution de la sphéricité des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 490°C de l'état de coulée (AC)

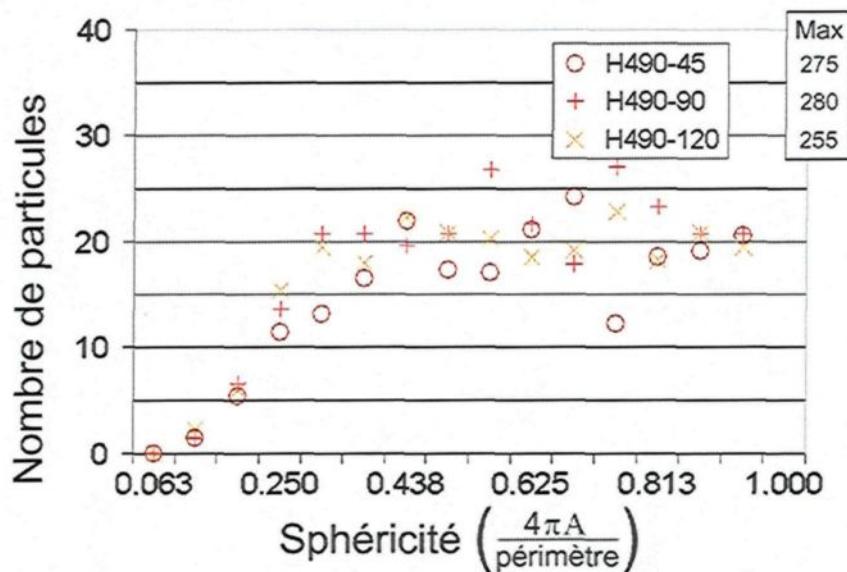


Figure 4.26 : Distribution de la sphéricité des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 490°C de l'état homogénéisé (H)

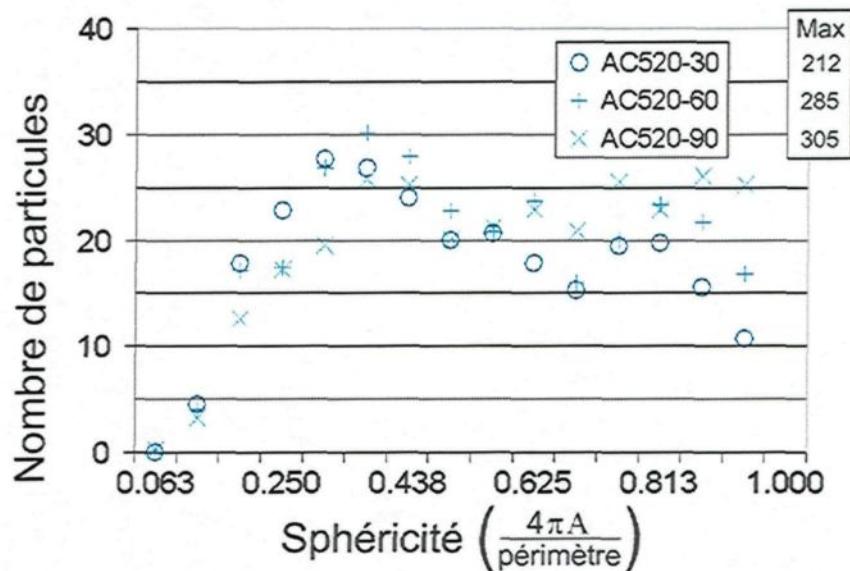


Figure 4.27 : Distribution de la sphéricité des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 520°C de l'état de coulée (AC)

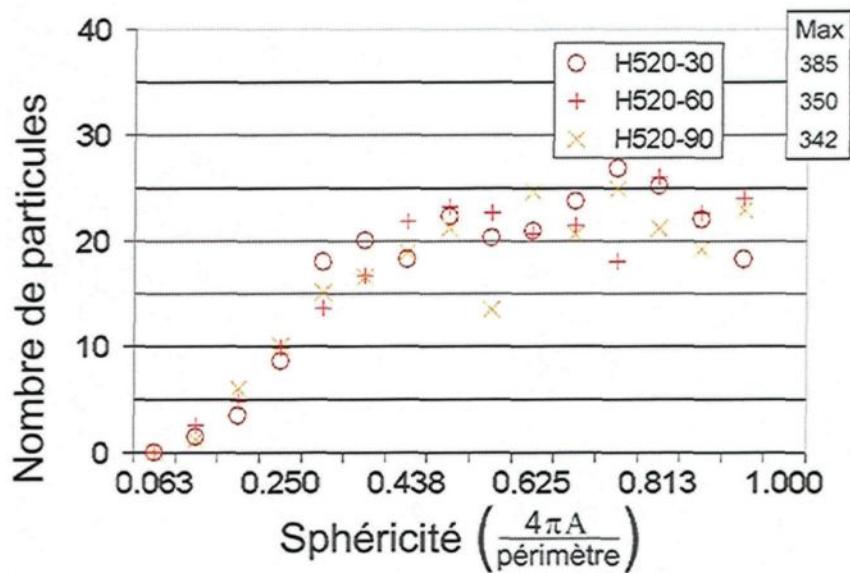


Figure 4.28 : Distribution de la sphéricité des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 520°C de l'état homogénéisé (H)

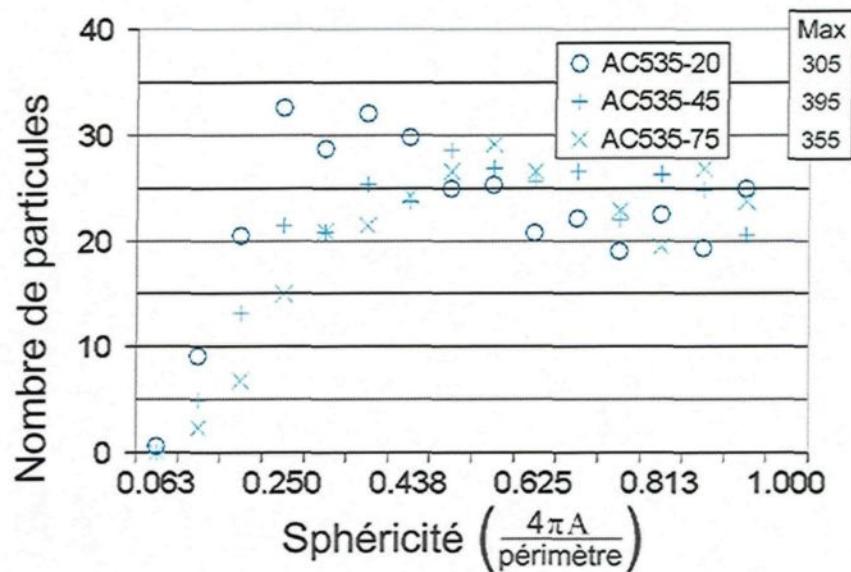


Figure 4.29 : Distribution de la sphéricité des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 535°C de l'état de coulée (AC)

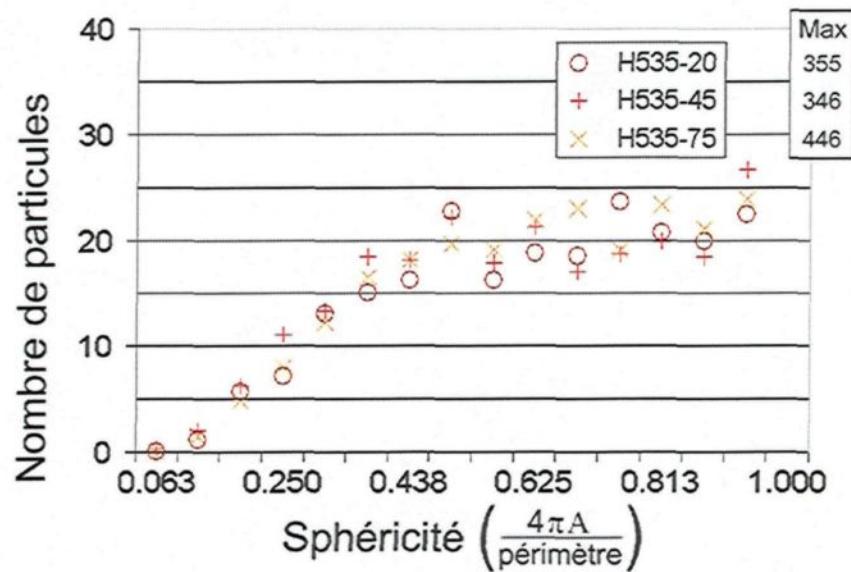


Figure 4.30 : Distribution de la sphéricité des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 535°C de l'état homogénéisé (H)

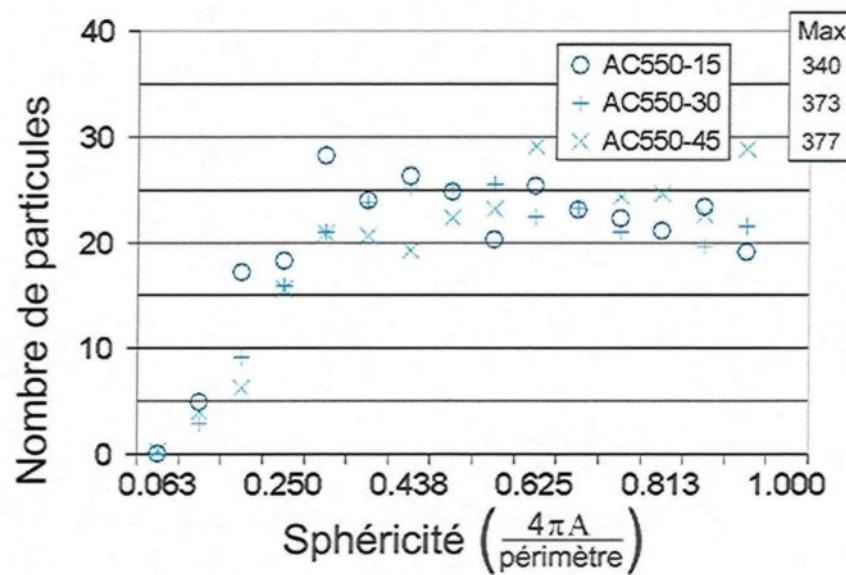


Figure 4.31 : Distribution de la sphéricité des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 550°C de l'état de coulée (AC)

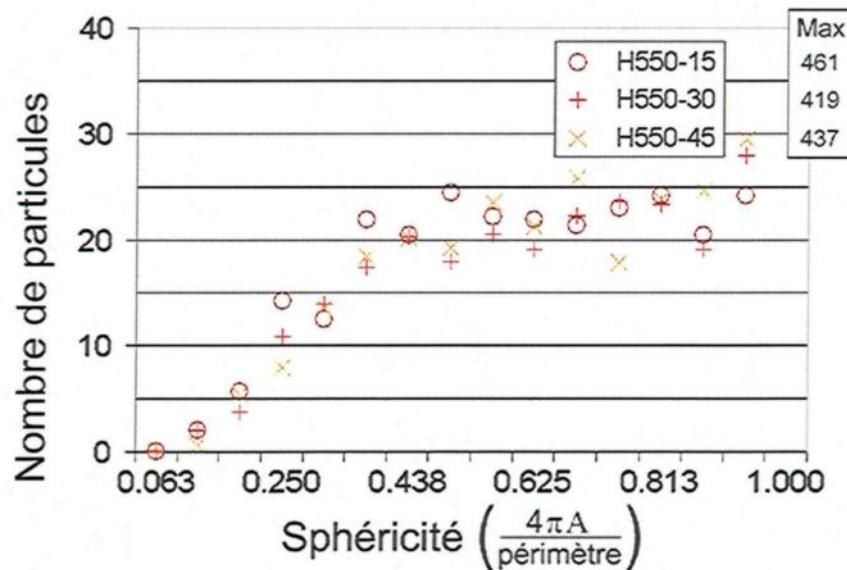


Figure 4.32 : Distribution de la sphéricité des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 550°C de l'état homogénéisé (H)

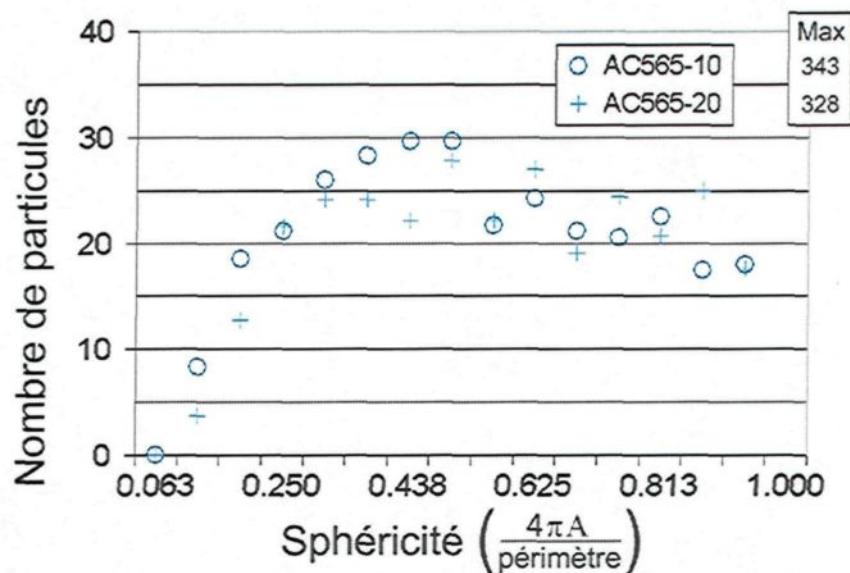


Figure 4.33 : Distribution de la sphéricité des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 565°C de l'état de coulée (AC)

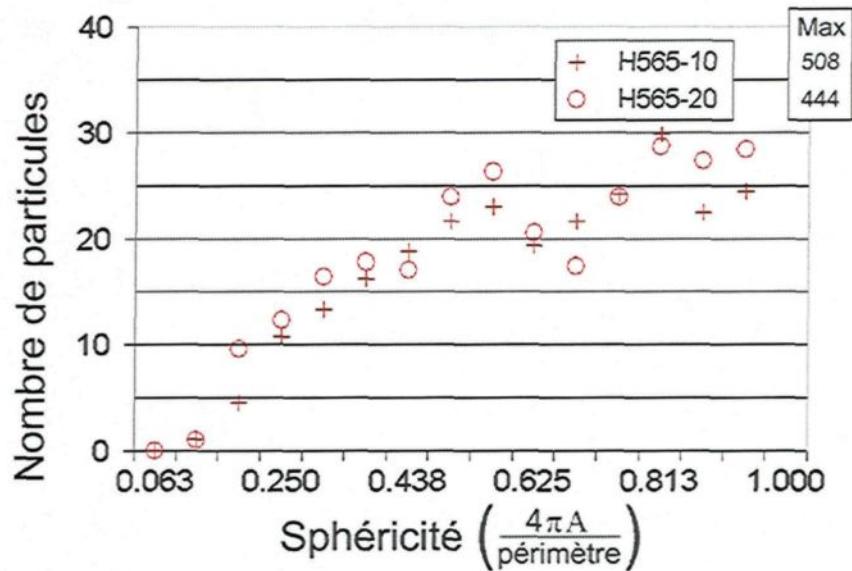


Figure 4.34 : Distribution de la sphéricité des particules de $\alpha + \beta$ pour une préchauffe à 565°C de l'état homogénéisé (H)

Les états homogénéisés (figure 4.26, 4.28, 4.30, 4.32, 4.34) montrent en général peu de variations entre eux selon le traitement de préchauffe. Une légère progression vers une morphologie plus sphérique est observée avec l'augmentation de la température et du temps de maintien, tandis que le nombre de particules rondes (sphéricité de 1) tend à s'accroître avec l'augmentation de la température.

Les états de coulée (figure 4.25, 4.27, 4.29, 4.31, 4.33) montrent plus de différence entre eux. À 490°C, une nette proportion des particules ont une sphéricité avoisinant les 0,31 sans changement notable selon le temps de maintien. La situation change quelque peu à 520°C avec un déplacement de la population vers une plus grande sphéricité avec ~0,40 et de façon plus notable une augmentation de la sphéricité des particules après un temps de maintien plus long. Cet effet est encore plus notable à 535°C où la population passe de ~0,31 à ~0,63 de sphéricité entre 20 et 75min de maintien. Ensuite, la distribution bouge peu à 550°C avec un plateau entre ~0,31 et ~0,87 de sphéricité et régresse même quelque peu à 565°C. Pour ce qui est du nombre de particules sphériques, il tend à croître jusqu'à 535°C puis atteint un plateau.

Ici, l'analyse des résultats est beaucoup moins ambiguë que pour la distribution de la taille des particules. L'état homogénéisé montre une distribution stable allant progressivement vers une sphéricité de 1. Cette stabilité vient du fait que la transformation des grandes plaques de β en petites particules de α , plus sphériques, est terminée et qu'un léger processus de sphéroïdisation des plus grosses particules est en cours. Il est aussi possible qu'un phénomène de fragmentation des longues phases de α en petites particules ajoute à cette tendance. Pour l'état de coulée, il montre d'abord une tendance vers une faible sphéricité (~0,31) et peu de particules près de l'unité

à 490°C. Cela s'expliquent par la faible fragmentation des plaques de β dont la transformation est inachevée. Ensuite, la tendance s'inverse à 520°C et particulièrement à 535°C et 550°C, se rapprochant du type de distribution de la condition homogénéisée de part la transformation et fragmentation de plus en plus complète de β . Enfin, la tendance s'inverse légèrement de nouveau à 565°C, la fragmentation, bien qu'elle se fasse déjà sentir, demandant tout de même un certain temps. Au final, l'état de coulée présente plus de particules avec une sphéricité inférieure à 0,5 que l'état homogénéisé, ce qui pourrait augmenter sa contrainte d'écoulement ainsi que de le rendre plus sensible à la fissuration lors de déformations sévères par rapport à l'état homogénéisé.

4.2.2. Les phases Mg₂Si

Les phases de Mg₂Si peuvent avoir un impact complexe sur l'alliage. Le tableau 4.6 présente les résultats sommaires obtenus lors des essais préliminaires. À 450°C, le Mg₂Si se présente sous deux formes observables, soit la forme grossière et la forme de plaques. Peu de différences de formes, de quantités et de distributions sont observables entre les états de coulée (AC) et homogénéisés (H). Les essais à 565°C, eux, ne présentent aucune trace de Mg₂Si, la température atteinte étant plus élevée que le solvus de cette phase.

	Préchauffe T°	min	% Mg ₂ Si H	% Mg ₂ Si AC	Différence H - AC
Coulée	—	—	0,5	—	—
Homo.	—	—	0,4	—	—
450°C	35	0,2	0,3	0,1	
	245	0,5	0,6	0,1	
565°C	35	0	0	—	—
	245	0	0	—	—

Tableau 4.6 :

Résultats préliminaires de la quantité de Mg₂Si pour différentes conditions de préchauffe

Les résultats principaux présentés au tableau 4.7 montrent la présence d'un point de solvus entre 520 et 535°C pour les deux formes de Mg₂Si. En effet, au dessus de cette température, le Mg₂Si tend à se dissoudre avec le temps et de plus rapidement avec l'augmentation de la température. Le tableau 2.9 portant sur la séquence de précipitation du Mg₂Si ne prédit pas cet état de chose et est donc probablement incomplet. Pour l'état de coulée, les précipités en forme de plaque tendent à disparaître à 490°C au profit d'une population de précipités grossiers dont les plus petits se dissolvent eux aussi et où les plus gros coalescent. La présence d'une grande quantité de Mg₂Si à 45 min est probablement issue de la microségrégation qui a concentré artificiellement la quantité de Mg et de Si aux joints de grains, précipitant plus de Mg₂Si que possible à l'équilibre. À 520°C, les plaques ont totalement disparu et près du 3/4 des phases grossières passent en solution solide, permettant la coalescence importante des phases restantes. À 535°C, une minorité de phases grossières subsistent et tendent à disparaître avec le temps. Quelques rares survivantes peuvent occasionnellement être observées à plus haute température.

L'état homogénéisé montre un comportement différent de celui de coulée entre 490°C et 535°C. À 490°C, il y a peu de plaques après 45 min puis il y a formation d'une population qui devient rapidement stable entre 45 et 90min tandis qu'il y a une forte précipitation de la forme grossière jusqu'à 90min qui devient stable et coalesce à 120min. La faible quantité des phases Mg₂Si à 45 min indique un refroidissement relativement rapide en fin d'homogénéisation (200°C/h comme recommandé [5]). Il reste donc une quantité non négligeable de Mg et Si en solution solide et/ou sous formes de petits précipités encore invisibles permettant la précipitation des deux formes. Un comportement étrange se produit à 520°C après 60min de maintien avec le passage soudain d'une petite population vers une grande puis vers une petite similaire à la première. Il se peut qu'il y ait eu une erreur lors de l'identification de l'échantillon métallographique après enrobage ou lors d'une manipulation. En faisant abstraction de cette donnée, il semble que le niveau des phases Mg₂Si soit à l'équilibre et n'évolue pas de façon notable à cette température. Passé ce point, le peu de Mg₂Si grossier restant se dissout pour les deux états, d'abord tranquillement à 535°C et plus rapidement à 565°C. La différence entre l'état homogénéisé et de coulée diminue avec le temps de maintien et semble atteindre un équilibre, à l'exception de 60 min à 520°C pour l'état homogénéisé.

Cette tendance vers une faible différence des deux états, la présence d'un point de solvus du Mg₂Si et une plus grande variation de l'état homogénéisé sont expliquées par la limite de solubilité des éléments d'alliage dans l'aluminium solide. À l'équilibre, pour une température donnée, une certaine quantité de Mg et Si se dissout dans l'aluminium jusqu'à saturation. Passé ce point, l'alliage devient sursaturé et n'est plus en équilibre. Ce déséquilibre agit comme force motrice favorisant la précipitation de phases métastables pouvant atténuer la sursaturation. Ces

phases, qui sont d'abord minuscules, croissent et peuvent prendre différentes formes selon leur stade de développement. Plus la sursaturation est grande plus il y aura formation d'un grand nombre de petits précipités. À l'inverse, une faible sursaturation donne une petite quantité de gros précipités. Lors d'un maintien en température, les petites phases tendent à se dissoudre et cèdent la place aux plus grosses. Ces dernières sont thermodynamiquement plus stables de par leur plus grand volume par rapport à leur surface et croissent avec une sursaturation plus faible. De plus, la précipitation peut être facilitée par la présence de défauts qui diminue l'énergie de formation (ex. : joints de grains, précipitation sur une autre phase) et peut aussi être influencée par la microségrégation.

Tableau 4.7 : Quantité de Mg₂Si pour différentes conditions de préchauffe

Préchauffe T° min	% Mg ₂ Si (grossier)			% Mg ₂ Si (plaqué)			Total			Différence H - AC
	H	AC	βH - AQ	H	AC	βH - AQ	H	AC	H	
Coulée	—	—	n/d	—	—	n/d	—	—	—	0,8
Homo.	—	n/d	—	—	n/d	—	—	—	0,65	—
490°C	45	0,29	0,81	0,51	0,02	0,86	0,03	0,32	0,86	0,55
	90	0,72	0,85	0,13	0,12	0,83	0,09	0,84	0,88	0,04
	120	0,82	0,83	0,81	0,11	0,02	0,09	0,92	0,85	0,03
520°C	30	0,30	0,23	0,06	0,03	0	0,03	0,33	0,23	0,09
	60	0,72	0,38	0,37	0,17	0	0,17	0,89	0,35	0,54
	90	0,30	0,37	0,08	0,03	0	0,03	0,33	0,38	0,05
535°C	20	0,86	0,15	0,89	0,01	0,00	0,00	0,87	0,16	0,09
	45	0,84	0,09	0,86	0	0	0	0,84	0,10	0,08
	75	0,83	0,07	0,84	0	0	0	0,83	0,07	0,04
550°C	15	0	0,01	0,01	0	0	0	0	0,01	0,01
	30	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	45	0	0	0	0	0	0	0	0	0
565°C	10	0,00	0,02	0,01	0	0	0	0,00	0,02	-0,01
	20	0,00	0,01	0,01	0	0	0	0,00	0,01	-0,01

Dans le cas présent, les premiers précipités à se former sont ceux en forme de plaque. Ils sont petits et distribués de façon uniforme dans la matrice. Ensuite, lorsque la température est plus élevée, il y a formation de plus gros précipités aux joints de grains et dans l'espace interdendritique. Ils sont plus stables que l'autre forme et se retrouvent parfois sur des intermétalliques.

Selon sa forme et distribution, la présence de précipités de Mg₂Si peut devenir problématique lors du forgeage à chaud. En comparant sa forme de plaque et celle grossière, il en ressort que la première est distribuée uniformément dans la matrice alors que l'autre est localisée principalement aux joints de grains et dans l'espace interdendritique. La distribution hétérogène des précipités grossiers risque de mener à une liquation des joints de grains et à une perte marquée des propriétés mécaniques de la pièce. Ceci pourrait se produire lors d'une déformation à chaud sévère à plus de 0,2s⁻¹ de taux de déformation, limite à partir de laquelle il faut tenir compte de l'échauffement de la pièce en déformation. Si la vitesse de déformation est assez importante et que la déformation totale l'est aussi, cet échauffement plutôt adiabatique pourrait possiblement amener la température locale au point eutectique du Mg₂Si. Il y a donc un risque, certes mince, que les conditions opératoire actuelles arrivent à cette température.

4.3. Température de première fusion

Lors de la phase exploratoire, des tests de calorimétrie différentielle à balayage (ou DSC) ont permis d'obtenir le plus bas point de fusion de l'alliage à l'étude. Ceci a permis de fixer les

limites opérationnelles du forgeage à chaud. Les résultats sont indiqués dans le tableau 4.8. Pour une préchauffe à 450°C, la température de première fusion est pratiquement la même peu importe le temps de maintien et est approximativement 581°C. À 565°C, la température est sensiblement la même pour les quatre conditions avec 603,5°C.

D'après la différence de microstructure à ces deux températures, la première fusion à 581°C proviendrait d'une réaction eutectique impliquant le Mg₂Si et la seconde à 603,5°C impliquerait la phase α . Ces températures ne sont pas tout à fait en accord avec le tableau 2.8 et montrent un écart d'environ 7°C avec les eutectiques suggérés ($L \rightarrow Al + \alpha_c\text{-Al}_8Fe_5Si + Mg_2Si$ à 587°C, $L \rightarrow Al + Mg_2Si$ à 587°C, $L + \alpha_h\text{-Al(FeMn)Si} \rightarrow Al + \beta\text{-AlFeSi} + Mg_2Si$ à 576°C). L'appareil étant bien calibré, une erreur machine ne peut expliquer cet écart. De plus, la figure 4.12 montre une réaction à environ 580°C qui pourrait correspondre à la réaction #4 impliquant le Mg₂Si (L , α -Al, α -AlFeSi, Mg₂Si). Cependant, comme la température des eutectiques semble fixe et dépend seulement des phases présentes, il n'a pas été jugé nécessaire de déterminer le point de première fusion de l'alliage pour les conditions principales.

Tableau 4.8 :

Température de première fusion de l'alliage pour différentes conditions de préchauffe (phase préliminaire).
Essais de DSC fait de 520°C à 680°C avec une montée en température de 30°C/min.

Préchauffe T° min	Temp. de première fusion (°C)		
	H	AC	n/d
Coulée	—	—	n/d
Homo.	—	n/d	—
450°C	35	580,8	580,8
	245	581,2	580,9
565°C	35	603,4	603,7
	245	603,3	603,6

4.4. Microségrégation des éléments d'alliage

La microségrégation du Mg donne un indice sur le comportement de la matrice lors de la déformation. Un niveau semblable en tout point donnera un durcissement par solution solide homogène, alors qu'une distribution en forme de vague, élevée au bord du grain et basse au centre, donnera un durcissement hétérogène. Un pic élevé de Mg conjugué avec un pic de Si (plus de 1% du niveau de base moyen) indiquent la présence de phases grossières de Mg_2Si . La figure 4.34 montre une comparaison du niveau de Mg et Si pour les deux états de bases homogénéisé et de coulée. Les figures 4.35 à 4.38 montrent une comparaison de ces états pour différentes conditions exploratoires de préchauffe avant forgeage. Finalement, les figures 4.39 à 4.52 font une comparaison des états pour les conditions de préchauffe principales. Tous ces graphiques sont tracés à partir d'une moyenne mobile sur 5 points.

Le matériel de coulée (As Cast, figure 4.34) montre une microségrégation importante au travers des bras dendritiques avec un niveau de variation du Mg de près de 1% alors que le matériel homogénéisé présente une variation 50% plus faible. La microstructure de coulée est alors loin du niveau de l'échantillon homogénéisé et elle est donc jugée non homogène.

Figure 4.34 :

Ligne d'analyse EDX donnant la variation du % at. de Mg et Si de l'état homogénéisé (Homo) et de coulée (As Cast)

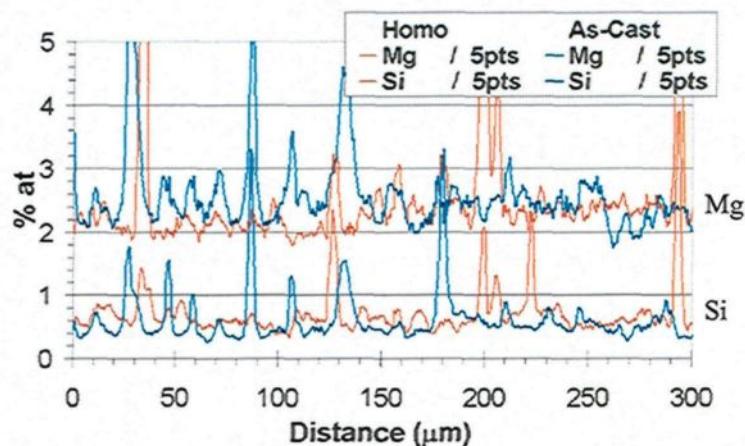


Figure 4.35 :

Variation du % at. de Mg et Si après 35 min à 450°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

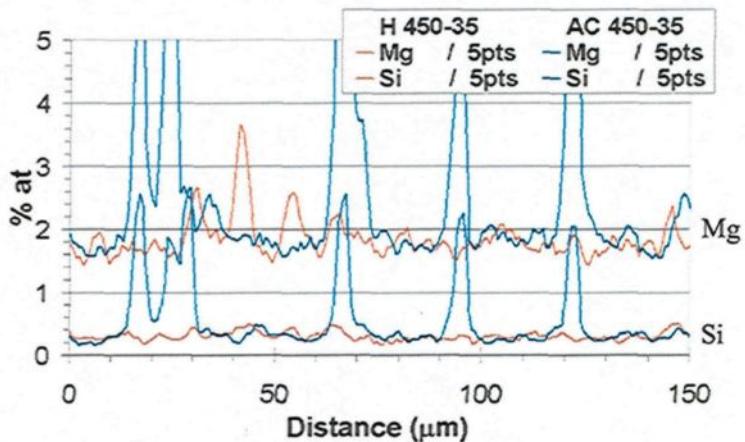


Figure 4.36 :

Variation du % at. de Mg et Si après 245 min à 450°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

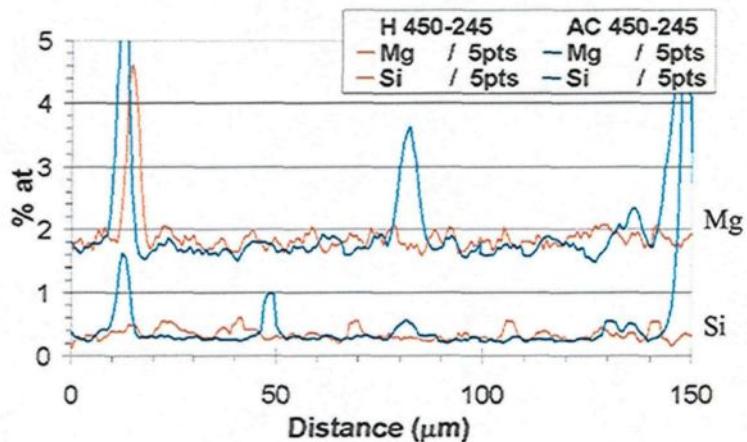


Figure 4.37 :

Variation du % at. de Mg et Si après 35 min à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

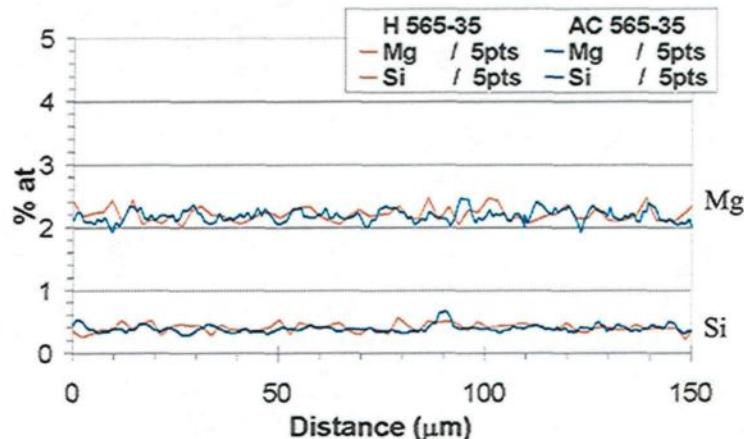
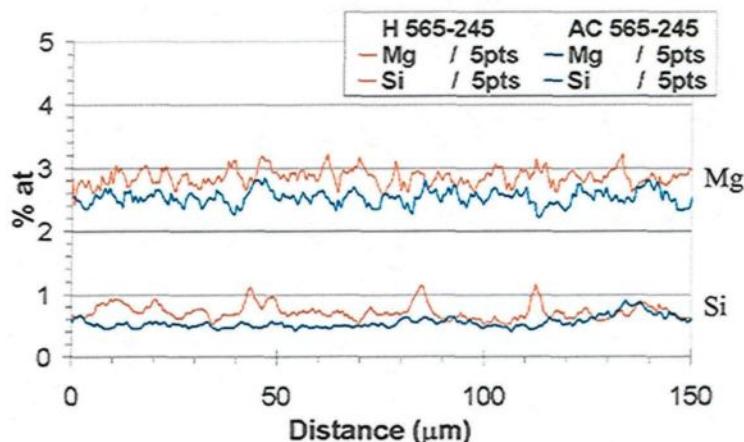


Figure 4.38 :

Variation du % at. de Mg et Si après 245 min à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)



Pour le matériel de coulée préchauffé à 450°C, un maintien de 35 min (figure 4.35) semble suffisant pour atteindre un niveau similaire à l'état homogénéisé dans la matrice. Cependant, la distribution de phases grossières de Mg₂Si de l'état de coulée diffère sensiblement de l'état homogénéisé. Ceci suggère que la diffusion allant vers ou provenant de ces phases n'est pas terminée, qualifiant ainsi la microségrégation de cette condition de partiellement homogène. Par contre, lorsque le temps de maintien passe à 245 (figure 4.36), les choses s'améliorent et les

variations de concentration sont encore plus faibles. La microségrégation est ici équivalente à l'état homogénéisé et se qualifie de totalement homogène.

Finalement, pour le matériel de coulée préchauffé à 565°C, il est clair qu'un maintien de 35 min (figure 4.37) est suffisant pour faire disparaître toute trace de microségrégation. Il en va de même pour un maintien à 245 min (figure 4.38). Les deux temps de maintien donnent un même niveau de microségrégation que l'état homogénéisé et sont jugés totalement homogènes.

Pour les premières températures des conditions de préchauffe principales, soit 490 et 520°C (figures 4.39 à 4.44), la présence de Mg₂Si complique passablement l'analyse des courbes avec certaines sections suggérant l'homogénéité et d'autres non. De plus, d'après l'analyse du tableau 4.6, les phases Mg₂Si ne semblent pas à l'équilibre, particulièrement pour l'état homogénéisé et compliquent d'avantage l'analyse. Malgré tout, les niveaux de variation obtenus pour ces deux températures, de l'ordre de 0,5%, sont loin de ceux de l'état de coulée sans préchauffe. La microstructure reliée à ces courbes est donc qualifiée de partiellement homogène.

L'analyse est simplifiée à partir de 90 min à 520°C où peu de Mg₂Si embrouille la distribution et dont la quantité semble atteindre un équilibre pour les deux états. Toutes différences significatives de la distribution de Mg sont disparues et la microstructure est considérée homogène. Les conditions aux températures supérieures montrent des courbes très similaires à la figure 4.44 et sont donc aussi considérées comme homogènes.

Figure 4.39 :

Variation du % at. de Mg et Si après 45 min à 490°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

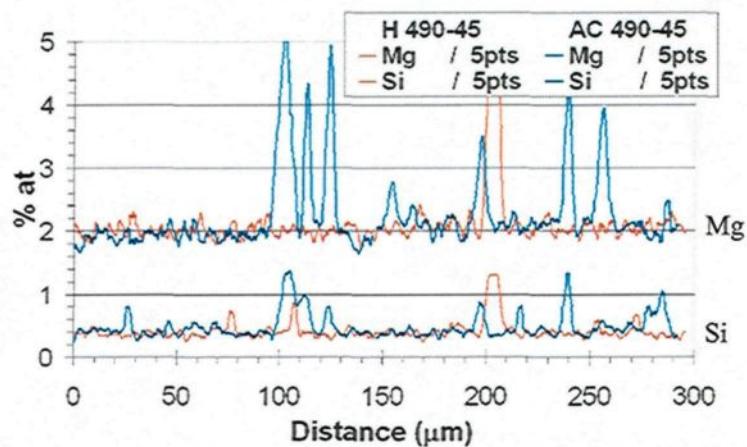


Figure 4.40 :

Variation du % at. de Mg et Si après 90 min à 490°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

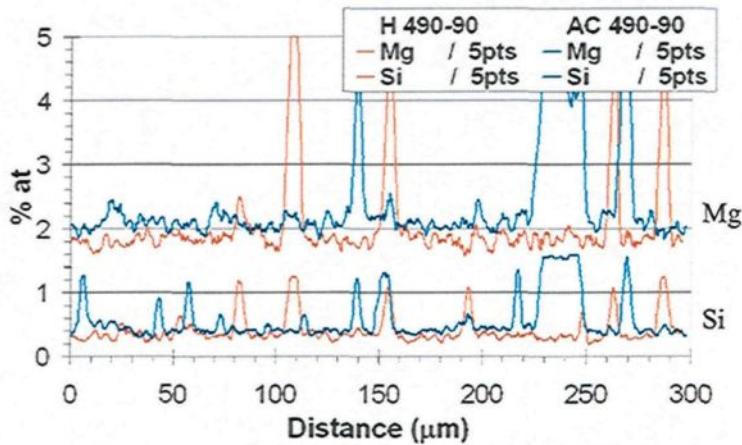


Figure 4.41 :

Variation du % at. de Mg et Si après 120 min à 490°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

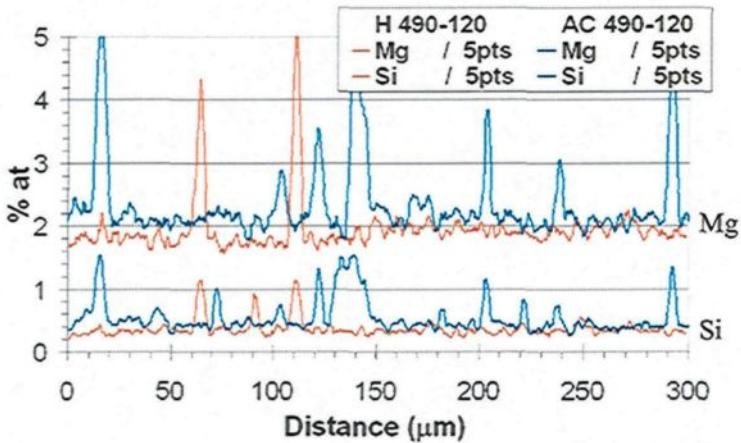


Figure 4.42 :

Variation du % at. de Mg et Si après 30 min à 520°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

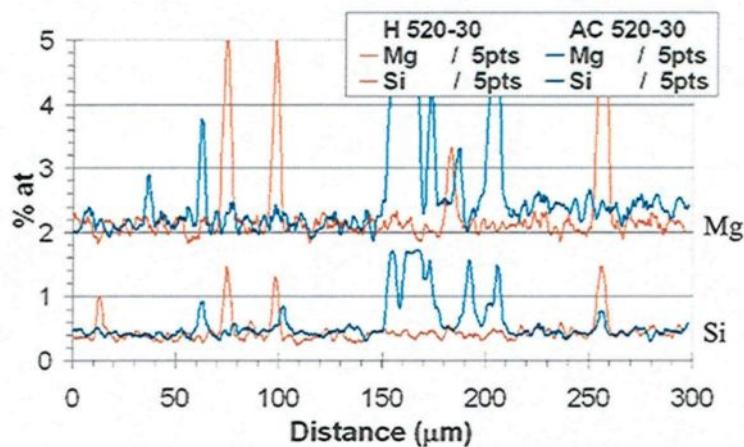


Figure 4.43 :

Variation du % at. de Mg et Si après 60 min à 520°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

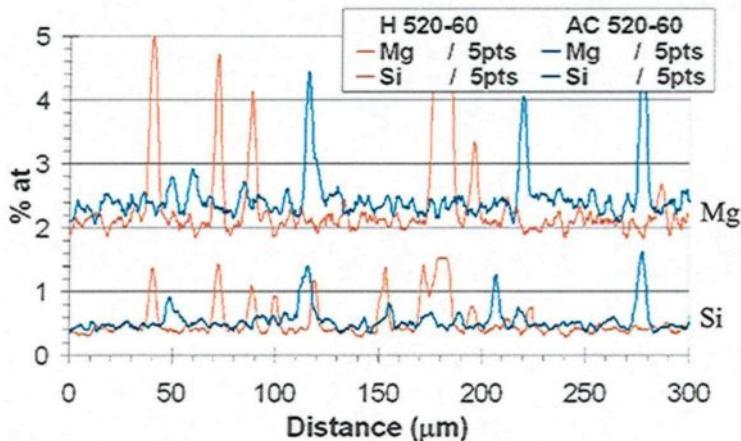


Figure 4.44 :

Variation du % at. de Mg et Si après 90 min à 520°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

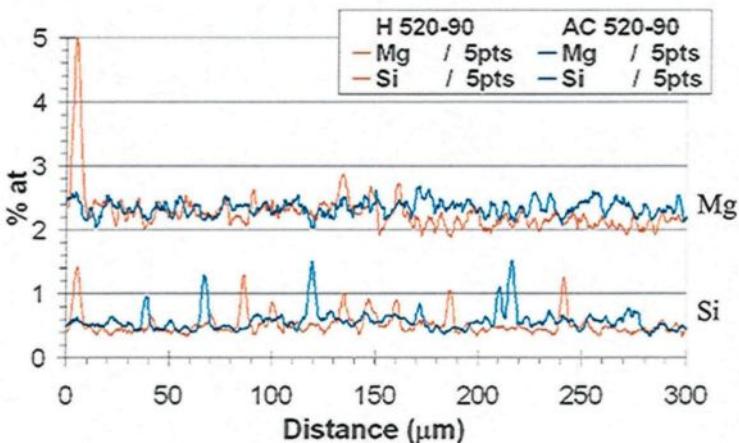


Figure 4.45 :

Variation du % at. de Mg et Si après 20 min à 535°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

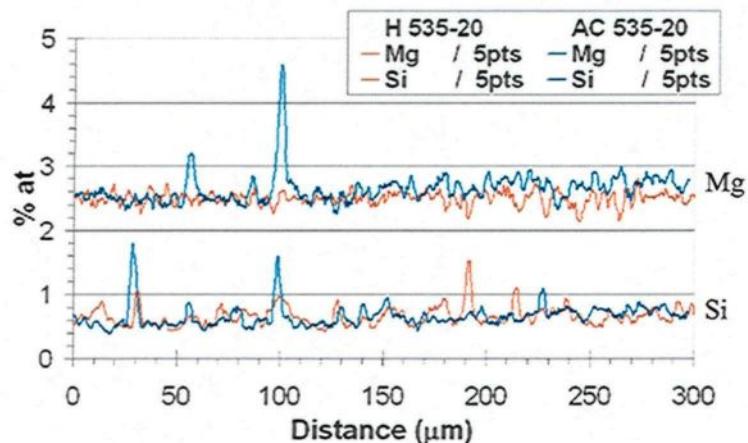


Figure 4.46 :

Variation du % at. de Mg et Si après 45 min à 535°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

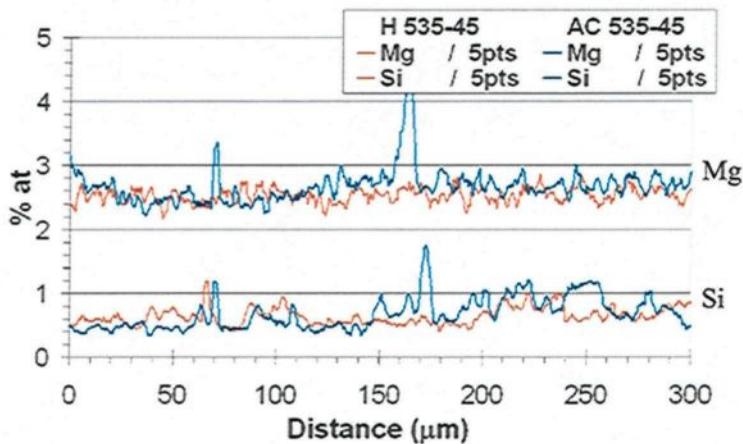


Figure 4.47 :

Variation du % at. de Mg et Si après 75 min à 535°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

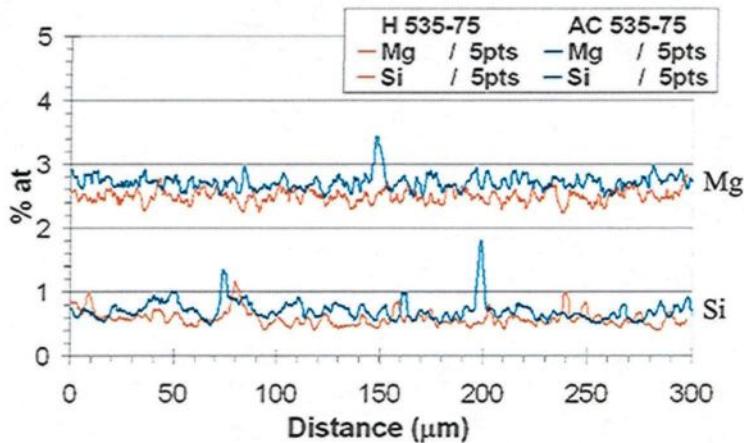


Figure 4.48 :

Variation du % at. de Mg et Si après 15 min à 550°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

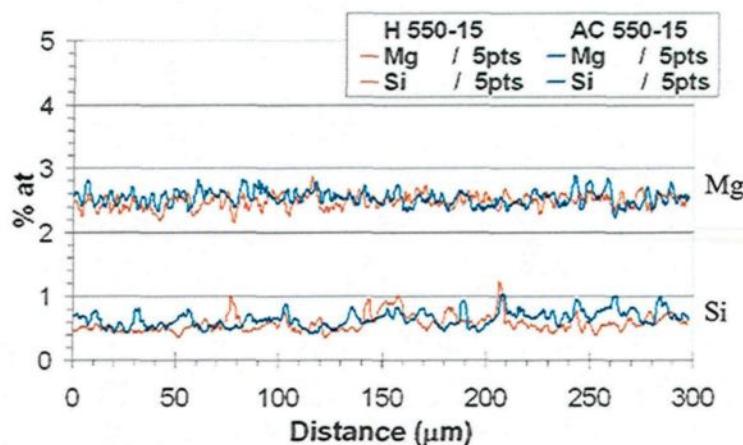


Figure 4.49 :

Variation du % at. de Mg et Si après 30 min à 550°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

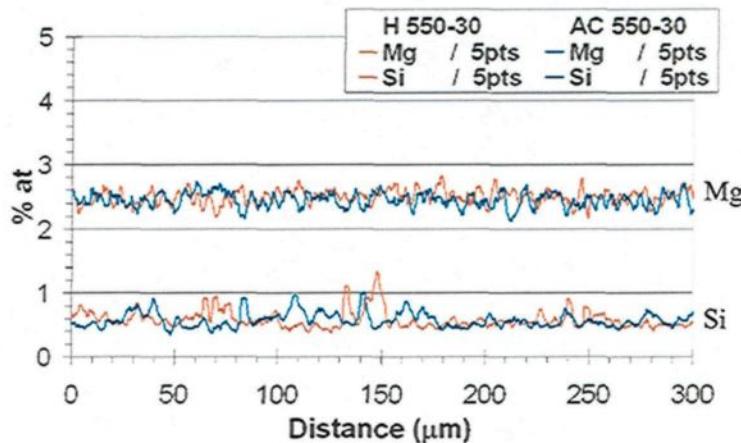


Figure 4.50 :

Variation du % at. de Mg et Si après 45 min à 550°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

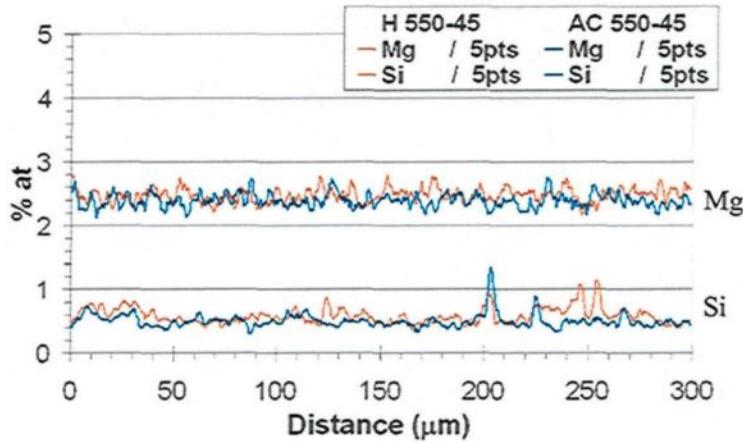


Figure 4.51 :

Variation du % at. de Mg et Si après 10 min à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)

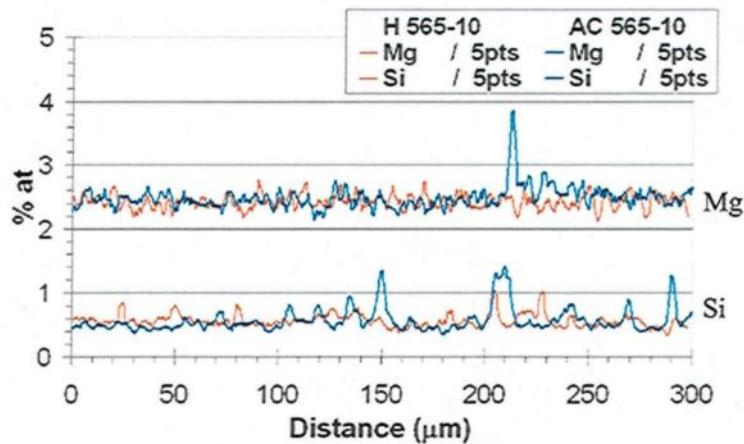
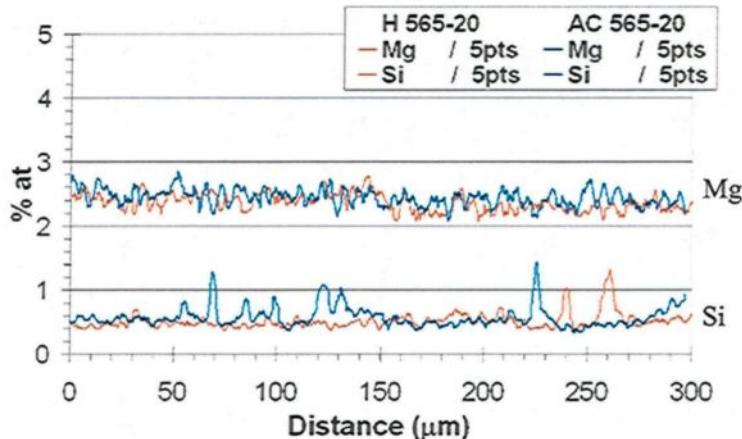


Figure 4.52 :

Variation du % at. de Mg et Si après 20 min à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC)



4.5. Courbes de forgeage

L'essai de forgeage est un test clé permettant de dire si l'état tel que coulé équivaut à l'état homogénéisé pour une même condition de préchauffe. Les figures 4.53 et 4.54 montrent tous les tests préliminaires alors que les figures 4.55 à 4.59 résument les tests des conditions principales.

Figure 4.53 :

Contrainte d'écoulement à 450°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 35 et 245 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})

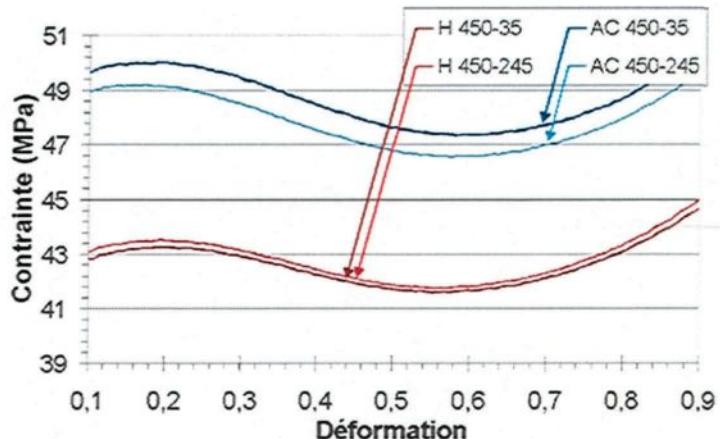
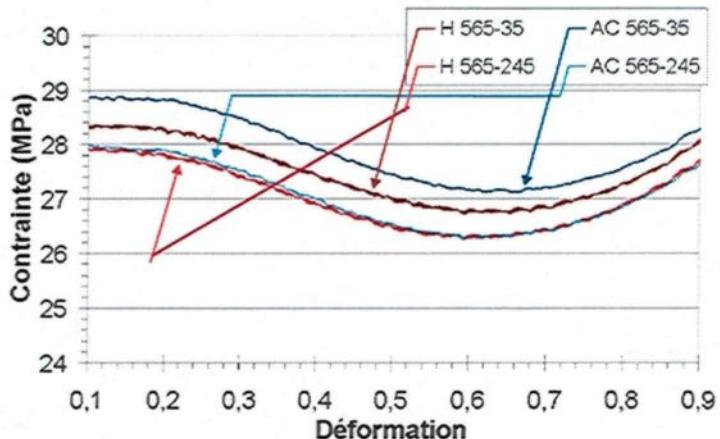


Figure 4.54 :

Contrainte d'écoulement à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 35 et 245 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})



À 450°C, les contraintes d'écoulement montrent de grands écarts entre les états de coulée et homogénéisé (figure 4.53). D'abord, après un maintien de 35 min, l'état de coulée montre une contrainte d'écoulement de 13% supérieur à l'état homogénéisé. Une augmentation du temps de maintien à 245 min n'aide pas beaucoup et diminue cet écart à 11%. Les deux conditions de préchauffe ne peuvent donner un matériau de coulée similaire au matériel homogénéisé.

Une préchauffe du matériel de coulée à 565°C (figure 4.54) donne une nette amélioration de la contrainte d'écoulement. Après un maintien de 35 min, l'écart séparant les deux états n'est plus que de 2%, ce qui est près de la précision expérimentale. Après 245 min de préchauffe, la contrainte d'écoulement des deux états sont indiscernables l'un de l'autre. L'état de coulée peut donc être considéré comme homogène.

Figure 4.55 :

Contrainte d'écoulement à 490°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 45, 90 et 120 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})

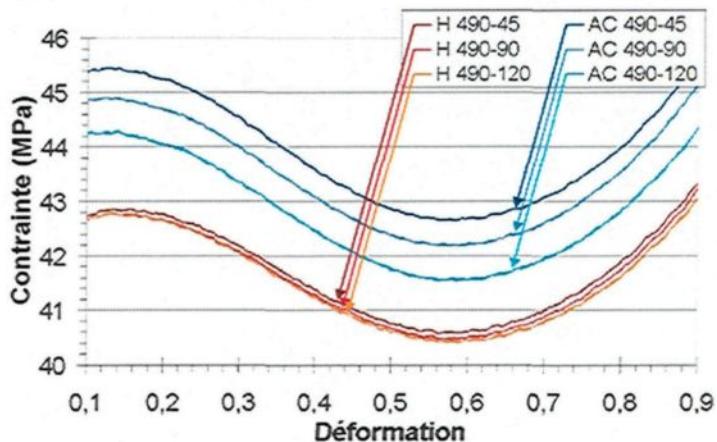


Figure 4.56 :

Contrainte d'écoulement à 520°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 30, 60 et 90 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})

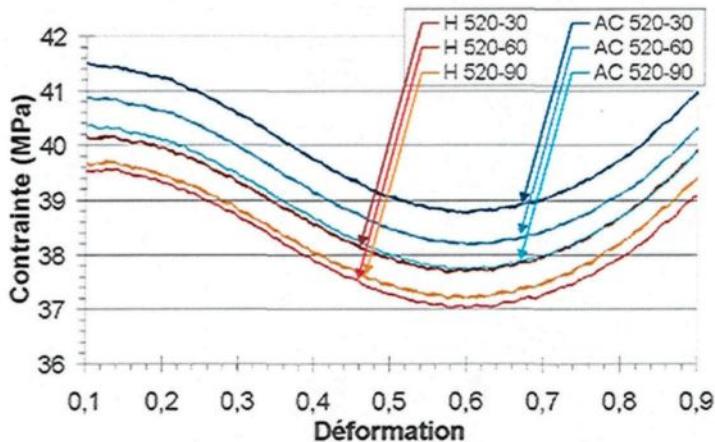


Figure 4.57 :

Contrainte d'écoulement à 535°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 20, 45 et 75 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})

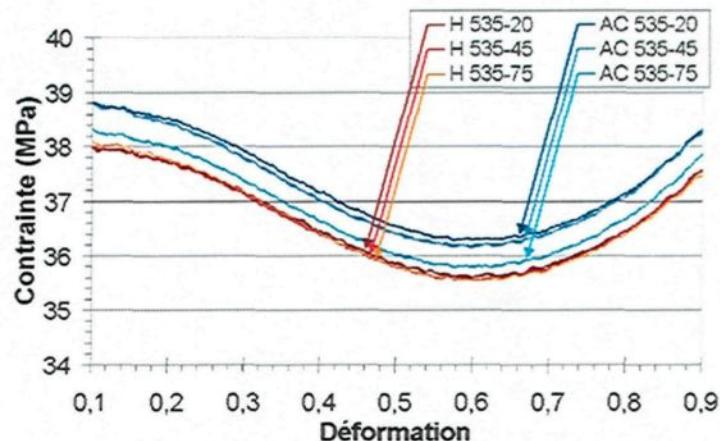


Figure 4.58 :

Contrainte d'écoulement à 550°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 15, 30 et 45 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})

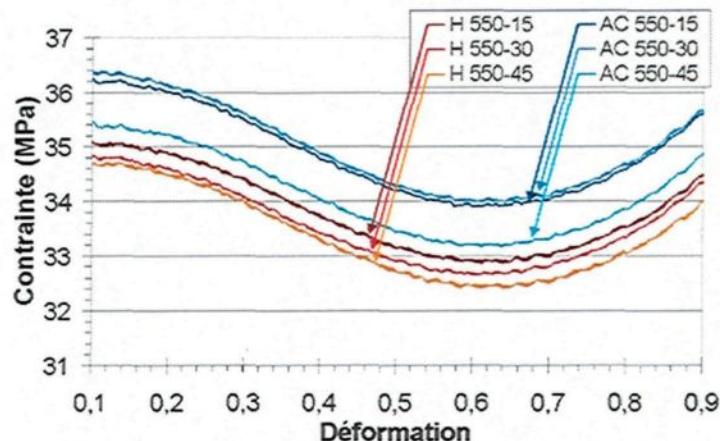
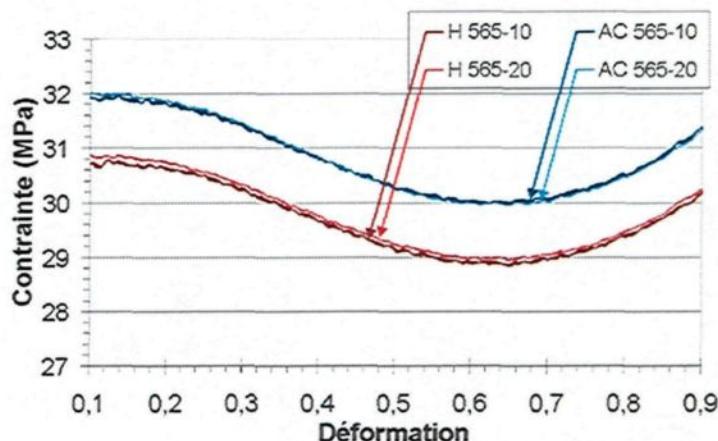


Figure 4.59 :

Contrainte d'écoulement à 565°C pour l'état homogénéisé (H) et de coulée (AC) avec un maintien de 10 et 20 min (vitesse de déformation de 1s^{-1})



Pour toutes les conditions principales de préchauffe, les différences entre les courbes de l'état de coulée tendent à diminuer en fonction du temps tandis que celles de l'état homogénéisé restent relativement bien groupées avec la possible exception de 30min à 520°C. Lorsque l'on compare les deux états, les écarts commencent à s'amoindrir avec le temps et la température à 490 et 520°C (figure 4.55 et 4.56) puis atteignent un minimum relativement stable à 535°C (figure 4.57) pour ensuite se renverser et augmenter légèrement à 550 et 565°C (figure 4.58 et 4.59). La condition de préchauffe donnant le plus de ressemblance entre les états homogénéisé et de coulée est pour une température de 535°C après un maintien de 75 min, donnant une différence de 0,2Mpa.

Bien que l'état homogénéisé ait toujours une contrainte d'écoulement plus faible, il n'en reste pas moins que quelques conditions de préchauffe permettent à l'état de coulée de s'en approcher de très près, notamment après 90 min à 520°C (1,4%) et 75 min à 535°C (0,7%). Lorsque l'on regarde la différence absolue entre la contrainte des tests, 7 conditions sur 14 donnent une différence de 1MPa et moins. Afin de donner une perspective sur ces valeurs, une différence de 12% (5MPa) est observée lors de la phase exploratoire pour un maintien de 245 min à 450°C.

4.6. Discussion

Le tableau 4.9 résume les données obtenues.

Tableau 4.9 : Résumé des données importantes à l'étude

Préchauffe T° min	Contrainte (Mpa) H AC	Écart contrainte Mpa %	Longueur de δ (μm)	% α	Indice $\beta \rightarrow \alpha$	Indice ségr. Mg	%Mg ₂ Si AC + H
490 °C	45 40.63	42.70	2.1 5.1	467	89	-	0.6
	90 40.52	42.22	1.7 4.2	356	85	-	0.0
	120 40.45	41.58	1.1 2.8	174	98	h (?)	0.1
520 °C	30 37.72	38.79	1.1 2.8	346	73	-	-0.1
	60 37.05	38.21	1.2 3.1	141	101	h	-0.5
	90 37.24	37.76	0.5 1.4	122	89	h	-0.1
535 °C	20 35.63	36.30	0.7 1.9	349	89	-	0.1
	45 35.57	36.18	0.6 1.7	83	91	h	0.1
	75 35.57	35.80	0.2 0.7	19	93	H	0.0
550 °C	15 32.90	33.92	1.0 3.3	55	86	h	0.0
	30 32.68	34.01	1.3 4.1	0	95	H	--
	45 32.45	33.20	0.7 2.3	0	92	H	--
585 °C	10 28.90	30.01	1.1 3.8	36	97	h	0.0
	20 28.97	29.99	1.0 3.5	--	96	H	0.0

Critère d'homogénéité : —: non homogène, h : partiellement homogène, H : homogène

D'après ces résultats, le problème microstructural le plus rapidement corrigé est le niveau de microségrégation du Mg. Même si des phases grossières de Mg₂Si brouillent quelque peu l'analyse, il est clair que la microségrégation du Mg de l'état de coulée est déjà faible dès 45 min à 490°C. À partir d'un maintien de 90 min à 520°C rien de significatif ne différencie les deux états.

Les tests de calorimétrie effectués lors de la phase exploratoire montrent que le point de première fusion de l'alliage est très prédictible. Celui-ci est fixe selon le type de phase rencontré dans la microstructure. Lorsque la phase Mg₂Si est présente, la température de fusion est de 581°C alors que pour du α elle est de 603,5°C. Ces deux températures déterminent donc la

température maximale de travail selon la microstructure présente, soit 581°C lorsque la préchauffe est de moins de 535°C et de 603,5°C pour une préchauffe de plus de 535°C. Dans le cas d'une préchauffe de 535°C et selon le temps de maintien, la microstructure peut présenter des phases Mg₂Si en faible quantité. Il est donc avisé de travailler sous les 581°C pour plus de sécurité.

La transformation de $\beta \rightarrow \alpha$, quant à elle, est beaucoup plus rapide que prévue. En effet, après 120 min passées à 490°C, le β -Al₅FeSi montre déjà une transformation avancée avec une longueur totale de 175 μm , soit près de 7 fois moins que la valeur de l'état de coulée avec 1161 μm . Selon la revue de la littérature, la transformation de β à cette température devrait être très lente ou inexiste. Cette vitesse est encore plus élevée à haute température (10 min à 565°C).

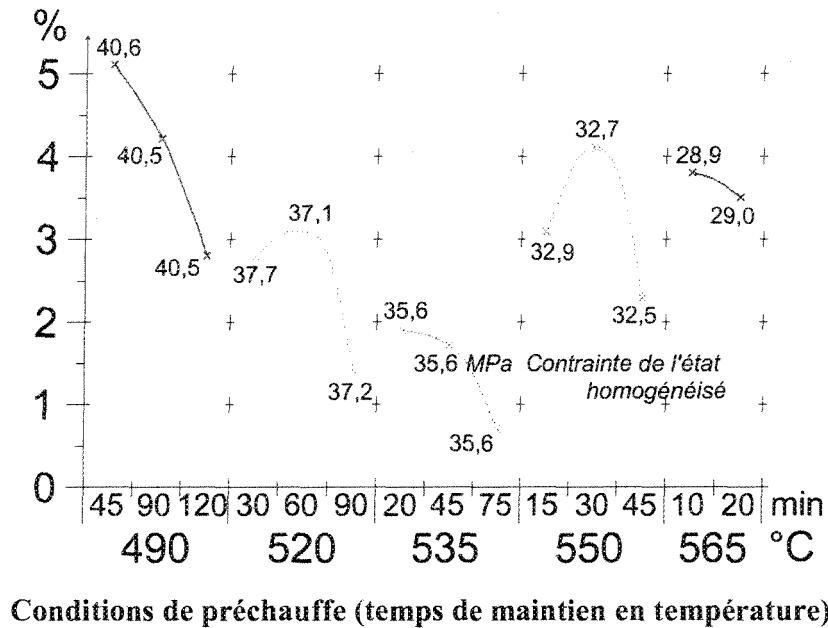
Cette transformation rapide de $\beta \rightarrow \alpha$ peut être expliquée par deux mécanismes principaux, soit à des phases β plus minces dues à une meilleure répartition de l'eutectique et grâce à la présence de Cr qui modifie le domaine de stabilité des phases α et β . Une étude plus approfondie sur ce phénomène permettrait de trancher et de déterminer l'importance relative de ces mécanismes ainsi que de découvrir si un autre mécanisme inconnu vient y jouer un rôle. Toutefois, ces résultats sont très encourageants, montrant une plus faible stabilité de la phase β et donc un temps de traitement beaucoup plus court que prévu.

Pour ce qui est des tests de forgeage, ils présentent un comportement quelque peu inattendu. Alors que les résultats de microségrégation et de mesure de β des tests préliminaires laissaient présager un comportement linéaire en accord avec l'évolution de la microstructure, un autre comportement plus complexe émerge (tableau 4.9, figure 4.60 et 4.61). Une augmentation de l'écart de la contrainte d'écoulement à partir de 550°C est alors constatée, ce qui semble difficilement explicable par les différences de microstructure présentes. L'erreur sur ces mesures est faible, de l'ordre de 1 à 2% entre deux essais et ne peut expliquer la tendance observée.

Il est probable que des mécanismes antagonistes soient en compétition, certains augmentant et d'autres diminuant la contrainte d'écoulement. Le tableau 4.10 résume les principaux mécanismes qui peuvent influencer la contrainte d'écoulement pour l'alliage à l'étude et pour les conditions expérimentales actuelles :

Figure 4.60 :

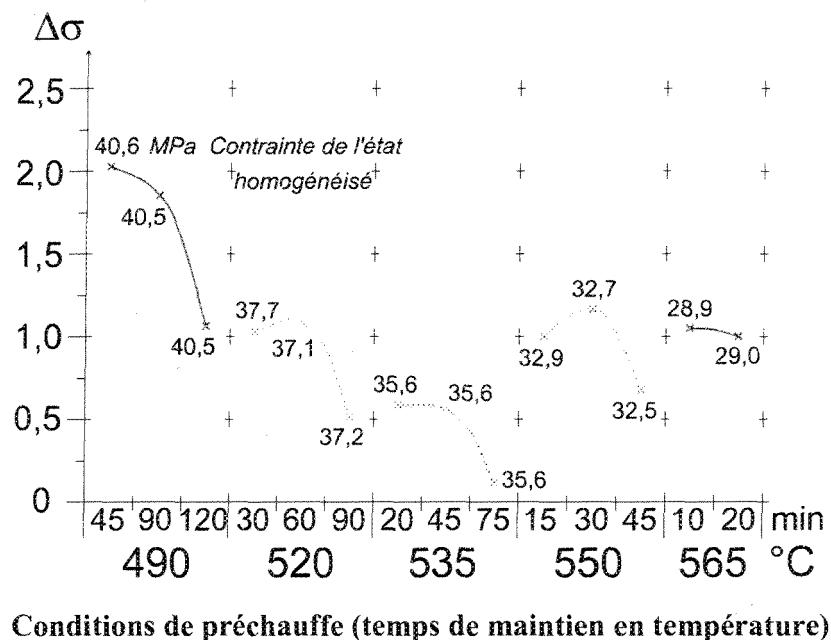
Pourcentage d'écart entre l'état de coulée et homogénéisé lors d'essais de forgeage à différentes conditions de préchauffe



Conditions de préchauffe (temps de maintien en température)

Figure 4.61 :

Écart absolu de contrainte entre l'état de coulée et homogénéisé lors d'essais de forgeage à différentes conditions de préchauffe



Conditions de préchauffe (temps de maintien en température)

Tableau 4.10 : Liste des principaux phénomènes influençant la contrainte d'écoulement

Mécanisme augmentant $\sigma_{\text{écoul.}}$	Mécanisme diminuant $\sigma_{\text{écoul.}}$
Particules de forme allongée (phase β)	Échauffement adiabatique
Éléments en solution solide	Instabilités plastique
Présence de dispersoïdes	Restauration dynamique

L'influence de ces six facteurs sur la contrainte d'écoulement est difficile, voire impossible à quantifier avec les tests effectués. En effet, cette étude n'a pas cet objectif mais plutôt celui de mesurer l'évolution de certains aspects de la microstructure telle que coulée, reconnus comme ayant des effets néfastes lors du forgeage, par essais comparatifs avec un état de référence (homogénéisé). Cependant, il est possible de déterminer grossièrement l'influence de certains sur le phénomène observé à 550 et 565°C.

L'échauffement adiabatique provient d'environ 95% de l'effort de déformation lors du forgeage et provoque une diminution de la contrainte d'écoulement de plus en plus importante au fur et à mesure que la déformation progresse. Les courbes de forgeage réalisées ici ne sont pas corrigées pour cet effet. Il est légèrement observable sur les courbes à 490°C entre l'état de coulée et homogénéisé. À plus haute température, cet effet n'est plus visible entre les deux états car la distance séparant les courbes de coulée et homogénéisé est pratiquement constante, indiquant un échauffement identique. Cet échauffement ne peut donc expliquer l'écart de contrainte observé.

Les instabilités plastiques diminuent la contrainte d'écoulement lorsqu'il y a création de défauts dans la microstructure favorisant une déformation localisée. La diminution est proportionnelle à la quantité et la gravité des défauts créés qui augmentent généralement avec la déformation jusqu'à la rupture. L'explication de la diminution de l'écart des contraintes de l'état de coulée et homogénéisé par ce phénomène est séduisante car la carte de procédé (figure 2.4) montre la présence d'instabilités à partir d'environ 530°C pour une vitesse de déformation de 1 s^{-1} . Comme l'emplacement de cette zone dépend fortement de la microstructure présente, il se pourrait que l'état homogénéisé présente certaines caractéristiques propices à ces instabilités, expliquant l'écart observé. Cependant, comme pour l'échauffement adiabatique, des instabilités sont difficilement observables entre les courbes de forgeage, de part leur parallélisme et uniformité, et ne peuvent donc expliquer l'écart observé.

La restauration dynamique des alliages à haute énergie de fautes d'empilements est importante lors de déformation à haute température. Un alliage affecté par ce phénomène a une courbe contrainte - déformation vraie qui croît jusqu'à une certaine contrainte puis redescend et se stabilise. La forme sinusoïdale des courbes de forgeage est probablement due à cet effet combiné à la friction entre l'échantillon et les plateaux qui se fait généralement remarquer pour une déformation supérieure à $0,6 \sim 0,7$ en augmentant apparemment la contrainte d'écoulement. Son impact est difficile à établir car plusieurs facteurs microstructuraux peuvent changer son importance. L'importance de phénomènes de ce type, comme la recristallisation et la précipitation dynamique, ne peuvent donc être jugés sans une revue de la littérature et des expériences plus spécifiques.

Les particules de forme allongées, principalement α et β , augmentent la contrainte en bloquant le mouvement des dislocations. Le β est particulièrement problématique car l'accumulation de dislocations à son interface peut facilement causer sa décohésion avec la matrice et ainsi mener à la rupture du matériau. Les figures 4.25 et 4.34, portant sur la distribution de sphéricité des particules, montrent que les longues et minces particules de l'état de coulée sont plus nombreuses qu'à l'état homogénéisé. Cela pourrait possiblement expliquer pourquoi l'état de coulée a une contrainte d'écoulement généralement plus élevée que l'état homogénéisé. Cependant, une analyse plus fine tentant d'établir une corrélation directe entre la distribution de chaque état et sa contrainte d'écoulement ne donne pas de résultats satisfaisants et ne suffit pas à elle seule à expliquer ce phénomène.

La quantité d'éléments entrant dans la solution solide peut indirectement être déterminée par la présence ou l'absence de phases secondaires composées de ces éléments. Elle diminue ou augmente la concentration de la solution solide de façon inversement proportionnelle à la quantité nécessaire à leur formation. Donc, plus il y a de phases, moins il y a d'éléments en solution solide et vice versa. Les figures 4.39 à 4.52 portant sur le niveau de microségrégation, démontrent ce point en passant d'une concentration de base en Mg d'environ 2% à 490°C, où la quantité de Mg₂Si est importante, à 2,5% à 535°C et plus, où la grande majorité de ces phases sont dissoutes. Ce phénomène joue certainement un rôle sur la contrainte d'écoulement. Il est d'ailleurs tentant d'expliquer la transition de la différence de contrainte entre l'état de coulée et homogénéisé des figures 4.60 et 4.61 par un phénomène relié de sur - précipitation de l'état de coulée causé par la microségrégation. En effet, à 490°C, la microstructure de coulée ne serait pas à l'équilibre avec une concentration de solution solide plus élevée que pour l'état homogénéisé et du Mg₂Si précipiterait. Avec l'augmentation de la température, la capacité de la solution solide augmente et la structure grossière de coulée tomberait sous la barre de saturation avec plus de précipité que normalement possiblement à cause de la microségrégation. Ce retard par rapport à l'état homogénéisé s'accélèreraient avec l'augmentation de la température jusqu'à la température de dissolution d'environ 535°C puis, l'effet adoucissant disparu, la contrainte augmenterait brusquement à plus haute température. Cependant, d'après les résultats de microségrégation et de mesure de phases, l'influence de la quantité d'éléments en solution solide sur la différence de comportement risque de diminuer en s'approchant de la température de solvus (~ 535°C). À son approche, la quantité de phases présentes diminue ainsi que l'écart séparant les états de coulée et homogénéisé. D'autres tests et mesures sont donc nécessaires pour déterminer l'influence de la solution solide sur les écarts de contrainte.

Les dispersoïdes sont normalement présents en bonne quantité dans la microstructure homogénéisée et sont formés lors du traitement d'homogénéisation. Ils retardent la recristallisation et augmentent la contrainte d'écoulement par cintrage d'Orowan (Orowan bowing). Le matériel de coulée ne possède pas beaucoup de ces dispersoïdes, ce qui devrait diminuer sa contrainte d'écoulement. Il se peut que l'état de coulée en contienne peu jusqu'à environ 540°C – 550°C, température d'homogénéisation où une grande formation de fins dispersoïdes se produirait. L'état de coulée atteindrait la même valeur que l'état homogénéisé seulement après que la coalescence des dispersoïdes diminue leur nombre à des niveaux comparables. Même si cette explication est élégante, elle n'en reste pas moins hypothétique. D'après les données disponibles, il est très difficile de déterminer leur influence car peu ou pas de tests ont permis de tirer une mesure de leur quantité pour les différentes conditions.

Au final, parmi les scénarios proposés, la combinaison de phénomènes menant au comportement des contraintes d'écoulements observés, bien qu'intriguant, est très difficile à clarifier à partir des tests réalisés. Une revue de la littérature plus ciblée ainsi que des tests plus spécifiques seraient en mesure d'éclaircir ce comportement. Toutefois, le but de l'étude étant celui de mesurer l'évolution microstructurale de l'état de coulée par essais comparatifs, sa détermination n'a qu'une importance secondaire.

Chapitre 5. Conclusion

La problématique de cette étude était d'optimiser le processus de forgeage à chaud comportant quatre étapes principales, soit la coulée, l'homogénéisation, la préchauffe et le forgeage à chaud. Le but était d'évaluer la possibilité de remplacer le traitement thermique d'homogénéisation par la préchauffe effectuée avant forgeage à chaud, soupçonnée capable de remplir les mêmes fonctions. Pour ce faire l'étude a dû mesurer l'évolution de certains aspects de la microstructure telle que coulée après préchauffe par essais comparatifs avec un état de référence cible, soit l'état coulé – homogénéisé. Ces différents aspects sont reconnus comme ayant des effets néfastes lors du forgeage comme la fissuration, les bandes d'échauffement adiabatique, la liquation de certaines phases, etc. et sont corrigés par l'homogénéisation. La comparaison s'est faite sur quatre points, soit :

- ✓ la mesure des phases secondaires à bas point de fusion
- ✓ l'avancement de la transformation des intermétalliques de fer β -AlFeSi en α -Al(FeMn)Si
- ✓ le niveau de microségrégation présent dans l'espace interdendritique
- ✓ la réponse en forgeage libre (essai de compression uniaxial à chaud).

Ces tests ont été effectués pour différentes conditions de préchauffe variant en temps et températures, soit entre 10 à 240 minutes et entre 450 et 565°C. Chaque test a nécessité l'utilisation d'une méthode d'investigation appropriée comme la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la calorimétrie DSC et l'essai de compression uniaxial à chaud. Les résultats de ces tests ont permis de conclure sur l'équivalence des états coulé – préchauffé vs coulé – homogénéisé – préchauffé selon les quatre critères.

D'abord, il s'est avéré que la première caractéristique de l'état de coulée à être modifiée lors d'une préchauffe est le niveau de microségrégation. Celui-ci c'est révélé acceptable ou équivalent pour toutes les conditions expérimentales principales soit de 45min de maintien à 490°C jusqu'à 10 min à 565°C. La compilation des résultats de comparaison sur le niveau de microségrégation est présentée à la figure 5.1.

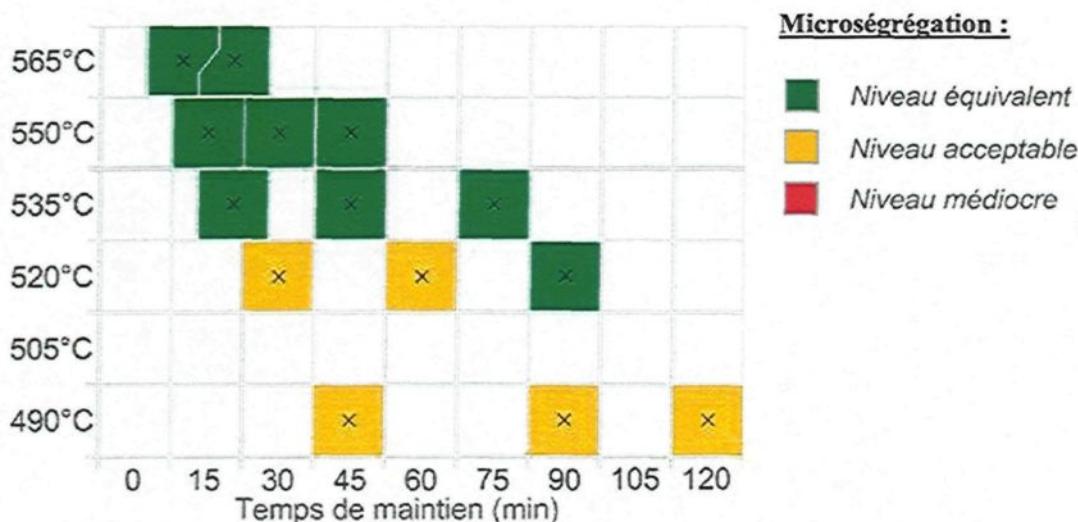


Figure 5.1 : Évaluation du niveau de similitude pour la microségrégation entre l'état de coulée vs homogénéisé pour différentes conditions de préchauffe

La transformation des intermétalliques de fer $\beta \rightarrow \alpha$ s'est révélée être la deuxième caractéristique à être modifiée. Elle se produit relativement rapidement et est observée pour toutes les températures principales allant de 45min de maintien à 490°C jusqu'à 10 min à 565°C. Cette vitesse élevée est peut-être due à des phases β plus minces (taux de refroidissement élevé) et à la présence de Cr qui modifie le domaine de stabilité des phases α et β . Un critère de

transformation totale de la phase β supérieure à environ 80% de α ($\sim 175 \mu\text{m}$ de longueur totale de β) est obtenue pour 10 conditions de préchauffe sur 14, dont 4 montrant une transformation totale de β . La figure 5.2 compile les résultats des mesures effectuées.

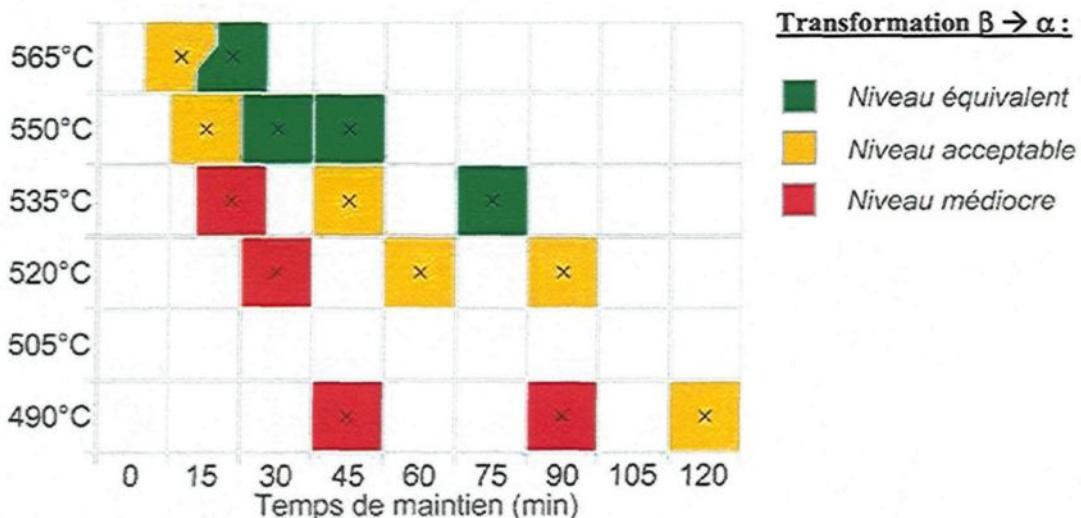


Figure 5.2 : Évaluation du niveau de similitude pour la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ entre l'état de coulée vs homogénéisé pour différentes conditions de préchauffe

Les types et la quantité de phases secondaires à bas point de fusion ont été mesurés. Seule deux variantes de la phase Mg_2Si sont présentes dans la microstructure pour certaines conditions de préchauffe et semblent présenter un solvus aux environs 535°C. Leur température de fusion a été mesurée à 581°C. La température de travail maximale de l'alliage est donc fixée en dessous de 581°C pour une préchauffe de 535°C et moins et à 603°C (fusion de la phase α) pour une température de préchauffe supérieure à 535°C.

Finalement, le comportement en forgeage a permis de déterminer l'équivalence de l'état de coulée vs homogénéisé. L'état homogénéisé a toujours montré une contrainte d'écoulement plus faible pour une condition de préchauffe donnée, que l'état de coulée. Les résultats ont aussi montré un rapprochement de comportement des deux états puis un éloignement. Plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer ce comportement mais aucune combinaison spécifique n'a pu être identifiée dans cette étude. La figure 5.3 illustre les niveaux d'équivalence entre les deux états. Encore une fois, 10 conditions de préchauffe sur 14 donnent une équivalence acceptable, dont 3 montrant une équivalence pratiquement identique.

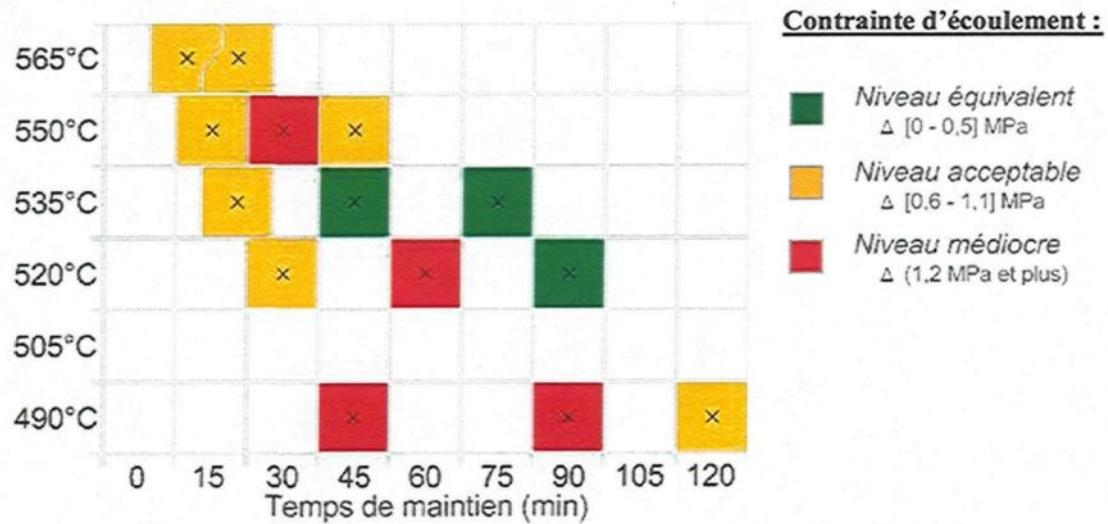


Figure 5.3 : Évaluation du niveau de similitude pour la contrainte d'écoulement entre l'état de coulée vs homogénéisé pour différentes conditions de préchauffe

La figure 5.4 résume les figures 5.1, 5.2 et 5.3 en une seule, permettant de relier ces différents critères à l'aspect pratique de la forgeabilité. Sa consultation permet ainsi de déterminer les différentes conditions de préchauffe jugées capables de remplacer le traitement d'homogénéisation conventionnel. Elle est construite selon les règles suivantes.

- ✓ Si un des niveaux parmi les trois critères est médiocre, la forgeabilité est considérée comme faible à médiocre.
- ✓ Si l'un des trois niveaux est acceptable mais est près d'être classé médiocre, la forgeabilité est considérée comme bonne à moyenne et si deux et plus le sont, la forgeabilité est considérée comme faible à médiocre.
- ✓ Si trois des niveaux sont équivalents ou qu'un parmi eux est acceptable près du niveau équivalent, la forgeabilité est considérée comme excellente à très bonne.
- ✓ Pour tous les autres cas, la forgeabilité est considérée comme bonne à moyenne.

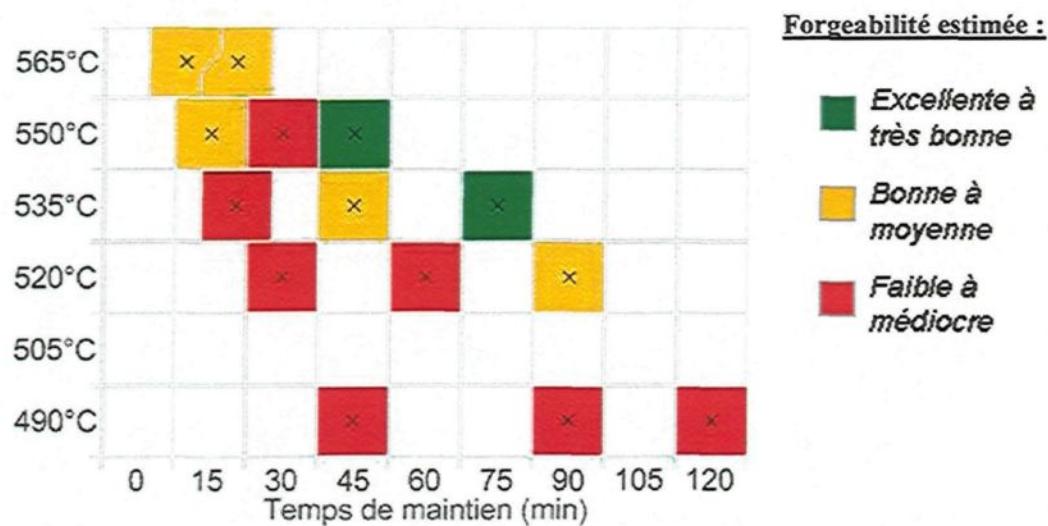


Figure 5.4 : Estimation de la forgeabilité du matériel tel que coulé vs homogénéisé pour tous les critères d'homogénéité à différentes conditions de préchauffe

Au total, 2 conditions sur 14 donnent une excellente à très bonne forgeabilité du matériel de coulée et 5 autres conditions donnent une forgeabilité bonne à moyenne. Finalement la moitié des conditions testées (7) ont un comportement médiocre en forgeage.

En résumé, les tests effectués révèlent que :

- ✓ Les divers phénomènes responsables de la mauvaise qualité de pièces obtenues par le forgeage de matériel tel que coulé peuvent être corrigés lors de certaines conditions de préchauffe avant forgeage à chaud. Il est donc possible de remplacer le traitement d'homogénéisation par la préchauffe avant forgeage.
- ✓ Un niveau adéquat de microségrégation est rapidement atteint et présent pour toutes les conditions des tests principaux, soit pour 45min de maintien à 490°C jusqu'à 10 min à 565°C.
- ✓ Une transformation suffisante ou complète de β -Al₅FeSi en α -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si₂ s'effectue dans des temps raisonnables inférieurs à 120 min à toutes les températures de préchauffe.
- ✓ La seule phase secondaire à bas point de fusion détectée fut le Mg₂Si pour des températures égales et inférieures à 535°C. Son point de fusion est de 581°C.

- ✓ Les propriétés mécaniques en forgeage du matériel coulé ne sont jamais égales à celles après homogénéisation, même si elles s'en approchent de près. Il semble qu'une combinaison de facteurs microstructuraux en soit responsable. Plusieurs de ces facteurs ont été identifiés mais leurs influences respectives n'ont pas pu être clairement quantifiées.

- ✓ Une carte de procédé sur la forgeabilité a été compilée et permet de délimiter les conditions susceptibles de donner un forgeage de qualité.

Enfin, ces résultats sont très encourageants pour l'industrie. Ils démontrent que l'étape d'homogénéisation n'est pas toujours nécessaire pour le forgeage à chaud du matériel tel que coulé. Par contre, l'utilisateur doit s'attendre à une augmentation du temps de maintien ainsi qu'à une légère augmentation de la contrainte d'écoulement.

Chapitre 6. Recommandations

À la suite des différents tests effectués et de l'expérience acquise, un certains nombres de recommandations sont émises :

1. D'autres tests seraient nécessaires pour parfaire cette étude. Une analyse comparative de la microstructure des deux états forgés au microscope optique et électronique fournirait plus de renseignements sur la qualité finale du forgeage. Ces mesures permettraient de déterminer si des défauts de microstructure (cavités, liquation de phase, rupture interne, microstructure grossièrement recristallisée, etc..) se seraient formés lors du forgeage. Ces défauts seraient le signe qu'un problème dans la microstructure telle que coulée n'aurait pas été adressé correctement ou que le critère homogène – non homogène aurait mal été défini. Si ces résultats ne révèlent aucun problème particulier, des tests de dureté après traitement T6 pourraient rapidement établir les propriétés mécaniques résultantes. Ces deux analyses supplémentaires pourraient permettre de déterminer avec certitude l'équivalence entre les états de coulée et homogénéisé.
2. Des améliorations pourraient être apportées aux mesures de microségrégation. Le niveau de microségrégation ne devrait pas seulement être mesuré dans les dendrites mais aussi au travers de grains complets où la microségrégation est plus visible à grande échelle. Un soin particulier devrait être porté pour éviter les phases grossières de Mg₂Si, ce qui faciliterait l'analyse.

3. Pour préciser les mesures de pourcentage des différentes phases, une plus grande surface, de l'ordre du mm², devrait être analysée. Pour ce faire, il serait utile d'effectuer l'analyse à un grossissement de 500x, mais la faible résolution de la caméra installée (0,4 mégapixel) rend la chose passablement difficile. Le temps de l'attaque chimique utilisée pourrait aussi être diminué de moitié afin d'en minimiser l'impact sur la surface des phases mesurées (surestimation). Pour l'échantillon attaqué, il est inutile d'essayer de distinguer et séparer le β -AlFeSi du Mg₂Si. Normalement, le Mg₂Si se retrouve souvent précipité à la surface de β et les deux phases sont en contact intime. De plus, l'attaque chimique a pour effet de noircir β , ce qui rend les deux phases indiscernables. Dans ces conditions, seules la longueur de β et la phase α peuvent être caractérisées.
4. Beaucoup de données ont été récoltées sur la morphologie des phases présentes dans l'alliage. Malheureusement, ces données n'ont qu'un intérêt limité dans la présente étude. Une étude consacrée à celle-ci pourrait probablement en tirer partie pour des calculs de thermocinétique sur la transformation de $\beta \rightarrow \alpha$.
5. Pour vérifier les hypothèses sur la distribution des particules de α et β masquées par des phases de Mg₂Si, d'autres tests devraient être effectués. Notamment, il serait possible de le vérifier en dissolvant les phases Mg₂Si par un traitement éclair de quelques dizaines de secondes à haute température dans un bain de sels fondus. De cette façon, le Mg₂Si ne pourrait plus cacher les petites phases de α et le traitement serait assez court pour empêcher une plus grande fragmentation des autres phases.

6. Des essais supplémentaires de forgeage pourraient aussi être effectués pour augmenter la précision des résultats et aider à déterminer le rôle des différents phénomènes probablement responsables du comportement étrange du matériel de coulé lors du forgeage.
7. Certains phénomènes inattendus, comme la vitesse élevée de transformation de β ainsi que la réponse non linéaire de la contrainte d'écoulement en fonction de la température, mériteraient une attention particulière. En effet, une meilleure connaissance de ces phénomènes pourrait permettre des améliorations au niveau du matériel et des procédés. Une revue de la littérature plus poussée au niveau de l'effet du Cr sur la stabilité de la phase α pourrait apporter quelques réponses. Il serait aussi probablement possible de vérifier l'hypothèse des dispersoïdes à l'aide de mesures de conductivité et/ou par attaque chimique.

Bibliographie

- [1] M. Fortier, S. Fafard and C. Boudreault; "*The influence of homogenisation of casting stock for the cold forging of AA6061 Al-Mg-Si alloy*", 45th Annual Conference of Metallurgists of CIM, Montreal, Qc, Ca, 2006, p.767-778
- [2] N.C.W. Kuijpers, F.J. vermolten, C. Vuik, S. van der Zwaag; "*Predicting the effect of alloy composition on the intermetallic phase transformation kinetics in 6xxx extrusion alloys*", 9th International Conference on Aluminium Alloys (Eds.: J.F Nie, A.J. Morton, B.C. Muddle), Institute of Material Engineering, Australia, 2004, p.1040-1045.
- [3] P.Yu Bryantsev, V.S. Zolotorevskiy, V.K. Portnoy; "*The effect of heat treatment and Mn, Cu, Cr additions on the structure of ingots of Al-Mg-Si-Fe alloys*", Aluminium Alloys 2006 (Eds.: W.J. Poole, M.A. Wells and D.J. Lloyd), Trans tech publications inc., 2006, p.401-406
- [4] N.C.W.Kuijpers, F.J.Vermolen, C. Vuik, P.T.G. Koenis, K.E. Nilsen, S. van der Zwaag; "*The dependence of the β -AlFeSi to α -Al(FeMn)Si transformation kinetics in Al-Mg-Si alloys on the alloying elements*", Mater. Sci. & Eng A., 394, 2005, p. 9–19
- [5] Yücel Birol; "*The effect of homogenization practice on the microstructure of AA6063 billets*", J. Mat. Proc. Tech., num 148, 2004, p 250–258
- [6] Y. Totik, R. Sadeler, I. Kaymaz, M. Gavgali; "*The effect of homogenisation treatment on cold deformations of AA2014 and AA6063 alloys*", J. Mat. Proc. Tech., 147, 2004, p.60-64
- [7] ASM International: "*Handbook of workability and process design*", edited by G.E. Dieter, H.A. Kuhn, S.L. Semiatin, 2003, 414 p.
- [8] ASM International Handbook Committee; "*Aluminium and Aluminium Alloys*", edited by J.R. Davis, Materials Park, Ohio, ASM International, 1994, p.121-142
- [9] ASM International handbook committee: "*Metal handbook 9th edition, vol. 14: Forming and forging*", edited by J. Harold Johnson, Robert T. Kiepura, Dorene A. Humphries, Penelop Thomas, 1998, 978 p.
- [10] ASM International; "*Hot Working Guide, A Compendium of Processing Maps*", edited by Y.V.R.K. Prasad and S. Sasidhara, 1997, p.104-106
- [11] R.A. Jeniski Jr.; "*Effects of Cr addition on the microstructure and mechanical behavior of 6061-T6 continuously cast and rolled redraw rod*", Mater. Sci. & Eng. A, 237, 1997, p. 52-64

- [12] C. Hsu, K.A.Q. O'Reilly, B. Cantor, R Hamerton; "*Non-equilibrium reactions in 6xxxx series Al alloys*", Mater. Sci. & Eng. A304-306, 2001, p.119-124
- [13] N. Chakraborti and H. L. Lukas; "*Thermodynamic optimization of the Mg-Al-Si Phase diagram*", Calphad 16, 1992, p. 79-86
- [14] L. F. Mondolfo; "*Aluminium alloys: structure and properties*", Published by ButterWorths & Co Ltd, London-Boston, 1976
- [15] X. - G. Chen, J. Langlais; "*Solidification Behavior of AA6111 Automotive Alloy*", A.R.D.C. Alcan, 7 p.
- [16] S. Koch, H. Antrekowitsch, G. Anger, J. Enser; "*Investigation of the correlation between homogenisation and tensile properties of AlMgSi-alloys*", 45th Annual Conference of Metallurgists of CIM, Montreal, Qc, Ca, 2006, p.735-745
- [17] S. Zajac, B. Hutchinson, A. Johansson, L.-O. Gullman; "*Microstructure control and extrudability of AL-Mg-Si alloys microalloyed with manganese*", Mater. Sci. T., vol 10, 1994, p.323-333
- [18] V. Massardier, T. Epicier and P. Merle; "*Correlation Between the microstructural evolution of a 6061 aluminium alloy and the evolution of its thermoelectric power*", Acta mater. 48, p.2911-2924, 2000
- [19] L. B. Ber; "*Accelerated artificial ageing regimes of commercial aluminium alloys. II: Al-Cu, Al-Zn-Mg-(Cu), Al-Mg-Si-(Cu) alloys*", Materials Science and Engineering A 280 (2000) pp. 91-96.
- [20] M. MURAYAMA and K. HONO: "*PRE-PRECIPITATE CLUSTERS AND PRECIPITATION PROCESSES IN Al-Mg-Si ALLOYS*", Acta mater. Vol. 47, No 5, p.1537-1548, 1999
- [21] D.J. Chakrabartia, David E. Laughlinb; "*Phase relations and precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions*", Progress in Materials Science 49, p.389-410, 2004
- [22] S. Fujikawa, K. Hirano and Y. Fukushima: "*Diffusion of silicon in aluminum*", Metall. Trans. A, 9A, 1978, p.1811-1815
- [23] S. I. Fujikawa: "*Diffusion of magnesium in Al-Mg-Si Alloys*", Defect and Diffusion Forum 143-147, 1997, p.403-408.
- [24] Colin James Smithells, E.A. Brandes, G.B. Brook: "*Smithells Metals Reference Book*", 7th ed., Elsevier Butterworth-Heinemann, Oxford, 1992

- [25] D. L. Beke, I. Gödény, I. A. Szabó, G. Erdélyi and F. J. Kedves: "*On the diffusion of ^{59}Fe into aluminium and Al Mn solid solutions*", Philos. Mag. A5, 1987, p.425-443
- [26] D. Bergner and E. Cryrener: "*Diffusion of impurities in Al solid solutions. Pt. 3. Diffusion of Si in Al*", Neue Hütte 18(6), 1973, p.356-361.
- [27] N.C. Parson, J.D. Hankin, K.P. Hicklin; "*Al-Mg-Si Alloy with good extrusion properties*", US Patent 6,440,359 B7, 2002, 8 p.
- [28] D. Racine, M. Fortier and X.G. Chen; "*Effects of Different Forging Preheating Conditions on the Homogenization Level of an AA6061 Aluminium Alloy*", 11th International Conference on Aluminium Alloy 2008 (ICAA 11), Aachen, Allemagne, sept. 2008, paper n°310
- [29] Berthe Rocio Valdes Lopez; "*Étude de transformations de phases dans des alliages d'aluminium par la technique des couples de diffusion*", thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, 13 juillet 2006, France

Annexe I : Paramètres expérimentaux

Four

- ✓ Four à haute précision Pyradia HM 024036024
- ✓ Insertion d'un plaque d'acier de 2" x 2" x 1/4" pour augmenter l'inertie thermique
- ✓ Calibré à $\pm 2^{\circ}\text{C}$ à l'aide d'un échantillon instrumenté

Contrainte d'écoulement

- ✓ Presse MTS 810 Material test system avec contrôleur MTS Flextest SE
- ✓ Fréquence d'ajustement de 1 à 10 kHz
- ✓ Logiciel Flextest SE Station manager, ver. 3.5C 1817
- ✓ Utilisation possible d'une enceinte chauffante (jusqu'à $\sim 580^{\circ}\text{C}$)
- ✓ Ajout d'un thermocouple sur le plateau inférieur
- ✓ Données obtenues pour la contrainte (kN), le déplacement (mm), le temps (chaque 1024 Hz) et la température ($^{\circ}\text{C}$)
- ✓ Échantillons cylindriques de 25 x 38 mm (1" x 1"1/2)
- ✓ Déformation vraie (ε) de 0,9 et taux de déformation ($\dot{\varepsilon}$) de 1s^{-1}
- ✓ Correction des tests pour la réponse élastique de la presse à chaque température
- ✓ Valeurs de contraintes corrigées pour la variation initiale de la température de l'échantillon
- ✓ 2 échantillons par condition

Microségrégation

- ✓ S.E.M. (Scanning Electron Microscope) Jeol JSM-6480LV équipé d'un détecteur EDX
(Energy Dispersive X-rays spectroscopy)
- ✓ Logiciel SEM control user interface, version 7.14
- ✓ Échantillons de 25 mm de diamètre (1")
- ✓ Analyse de composition linéaire (EDX) traversant l'espace interdendritique
- ✓ Éléments détectés : Al, Mg, Si, Fe, Mn, Cu, C, O
- ✓ Total de $\sim 10^6$ atomes détectés par ligne (~ 500 frames)
- ✓ 2 lignes de 150 μm analysées en 256 points, soit un pas de mesure de 0,6 μm
- ✓ Acc. Volt.: 20kV, WD: 10mm, Current: $\sim 70\mu\text{A}$, Spot size: 60
- ✓ Estimation de la poire d'interaction à 0,85 μm de diamètre et à 1,1 μm de profondeur

Microstructure

- ✓ Microscope optique Nikon eclipse ME 600P avec platine motorisée
- ✓ Capture d'images par caméra Sony Power HAD (760 x 572 pix)
- ✓ Logiciel d'analyse d'images Clemex PE 4.0 avec stage controller kit Clemex JS-2000
- ✓ Échantillons de 1" de diamètre
- ✓ Surface d'analyse de $\sim 350\ 000\ \mu\text{m}^2$ par condition à 1000x (6 mosaïque de 3x3 photos)
avec résolution de 0,13 $\mu\text{m}/\text{pix}$ (~ 100 grains analysés)
- ✓ Quantité de phases α déterminée à l'aide de surfaces d'échantillons attaquées
- ✓ Quantité de phases α , β , Mg_2Si mesurée par analyse d'images

- ✓ Attaque chimique à 0,5% HF de 15sec permet de déterminer la proportion α / β

Température de refonte des phases à bas point de fusion

- ✓ Calorimétrie DSC7 (Differential Scanning Calorimetry) de Perkin Elmer avec un contrôleur TAC 7/DX
- ✓ Logiciel Pyris v.5.00.02
- ✓ Débit d'argon de 20ml/min
- ✓ Balayage fait à 50°C/min
- ✓ Creuset de carbone
- ✓ Calibration de l'enthalpie, de la température et du retard thermique par fusion de l'indium, du zinc et de l'aluminium
- ✓ Variation du baseline corrigée par des essais à vide
- ✓ Échantillons poinçonnés de 4mm de diamètre par <1mm (masse entre 15 et 30 mg)
- ✓ Effet de la capacité thermique corrigé par des essais avec de l'aluminium pur

Information complémentaire

✓ Billette

- Taille des grains: $D \approx 61 \mu\text{m}$
- Taille de la zone de peau max de $\sim 200 \mu\text{m}$
- Nombre d'échantillons phase exploratoire: 8
phase expérimentale: 28