

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI

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

**par
STÉPHANE GAGNÉ**

**EFFETS DE L'AUGMENTATION DE LA TENEUR EN TITANE SUR
L'AFFINAGE DES GRAINS DE L'ALLIAGE A356.2**

ÉTÉ 2005



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

Comme les autres métaux, l'aluminium est rarement utilisé à l'état pur. Différents éléments sont additionnés à l'aluminium afin de modifier ou améliorer les propriétés mécaniques. Ainsi, environ 85 à 90 % des pièces produites avec ce métal sont constituées d'alliages aluminium-silicium. Ces alliages offrent une excellente coulabilité et peuvent être usinés et soudés. En plus du silicium, il y a d'autres éléments qui peuvent être alliés à l'aluminium. Un de ceux-ci est le titane. La présence de cet élément a des conséquences sur la solidification, la microstructure (affinage des grains, etc.) et les propriétés mécaniques.

Le but de ce travail est d'étudier l'affinage des grains de l'alliage A356.2 en présence de titane de même que les différents effets de la présence ou de l'augmentation de la concentration de cet élément dans l'alliage. Comme pour la plupart des éléments d'alliage, le titane affine (réduit) la taille des grains. La réduction de la taille des grains est toutefois plus prononcée avec cet élément. En général, la réduction de la taille des grains est inversement proportionnelle à la concentration en titane. À partir d'une certaine concentration, la taille des grains devient minimale.

De plus, en présence de titane, il y a formation de plaquettes de $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$. Ces plaquettes dissolvent une petite quantité de silicium. De plus, la surchauffe peut changer la morphologie de ces plaquettes. Lorsque la concentration est faible, la surchauffe augmente la taille des grains.

Il est possible d'observer par analyse thermique certains phénomènes qui résultent de la présence de titane. Ainsi, l'accroissement de la concentration en titane entraîne une hausse de la température du début de la solidification de l'aluminium. La hausse exacte dépend de la concentration. Le titane affecte aussi d'autres paramètres de la courbe de solidification (ΔT , etc.).

REMERCIEMENTS

Je remercie sincèrement Monsieur Fawzy Hosny Samuel, professeur à l'Université du Québec à Chicoutimi et directeur de la chaire de recherche CRSNG-GM-UQAC, ainsi que Madame Agnès Samuel, co-directrice de recherche et professeur associée à l'UQAC qui m'ont permis de mener à terme ce travail de recherche grâce à leurs judicieux conseils et à leur appui remarquable.

Je remercie également tous mes collègues pour l'ambiance de travail intéressante.

Le support du Conseil de recherche en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG), de General Motors Powertrain Group et de la Fondation de l'Université du Québec à Chicoutimi (FUQAC) est également remercié.

Finalement, je remercie parents et amis pour leur support tout au long de ce projet de recherche.

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ	II
REMERCIEMENTS	III
TABLE DES MATIÈRES	IV
LISTE DES FIGURES	VI
LISTE DES TABLEAUX	XI
 CHAPITRE I	
INTRODUCTION	1
1.1 PROBLÉMATIQUE.....	2
1.2 OBJECTIFS.....	4
 CHAPITRE II	
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	6
2.1 PHÉNOMÉNOLOGIE DE QUELQUES SYSTÈMES.....	7
2.1.1 Phénoménologie du système Al-B.....	8
2.1.2 Phénoménologie du système Al-Ti.....	8
2.1.3 Phénoménologie du système Al-Ti-B.....	10
2.1.4 Phénoménologie du système Al-Ti-C.....	11
2.2 EFFET DU SILICIUM SUR LES INTERMÉTALLIQUES DE $TiAl_3$	13
2.3 EFFET DE LA PRÉSENCE DE TITANE SUR LE POINT DE CONCORDANCE DES DENDRITES.....	13
2.4 EFFETS DE QUELQUES TRAITEMENTS DU MÉTAL LIQUIDE SUR LA TAILLE DES GRAINS.....	13
2.5 EFFETS DES ÉLÉMENTS ALLIÉS SUR LA TAILLE DES GRAINS.....	14
2.6 PARTICULARITÉ DE L’AFFINAGE DES GRAINS PAR LE TITANE.....	16
2.7 MÉCANISME THÉORIQUE DE L’AFFINAGE DES GRAINS.....	17
2.8 ANALYSE THERMIQUE.....	20
2.9 ÉTUDE DE LA SOLIDIFICATION DE L’ALLIAGE A356.2 PAR ANALYSE THERMIQUE.....	26
2.10 CALCUL DE LA FRACTION SOLIDE PAR ANALYSE THERMIQUE.....	32
2.11 EFFETS DE LA RÉDUCTION DE LA TAILLE DES GRAINS SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES.....	38
 CHAPITRE III	
PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE	41
3.1 ALLIAGE ET MATIÈRE DE BASE.....	42
3.2 PROCÉDURE DE FONTE ET DE COULÉE.....	42
3.3 INJECTION DE POUDRE.....	45

3.4 PRÉPARATION AUX ANALYSES MÉTALLOGRAPHIQUES.....	49
3.5 ANALYSES MÉTALLOGRAPHIQUES.....	50

CHAPITRE IV

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS.....	53
--------------------------------------	-----------

4.1 ANALYSE CHIMIQUE.....	54
4.2 ANALYSE THERMIQUE.....	54
4.2.1 Températures de surfusion (T_S) et de recalescence (T_R) en fonction de la concentration en titane.....	58
4.2.2 ΔT en fonction de la concentration en titane.....	64
4.2.3 t_{rec} en fonction de la concentration en titane.....	66
4.3 ANALYSE ET DESCRIPTION DE LA MACROSTRUCTURE.....	69
4.3.1 Effet de la surchauffe sur la taille des grains.....	71
4.3.2 Étude de l'affinage des grains par analyse thermique.....	75
4.3.2.1 Taille des grains en fonction de ΔT	75
4.3.2.2 Taille des grains en fonction de t_{rec}	77
4.3.3 Analyse et description de la macrostructure à une concentration élevée en titane.....	79
4.4 ANALYSE ET DESCRIPTION DE LA MICROSTRUCTURE.....	80
4.4.1 Étude des plaquettes de $TiAl_3$ après injection de $TiAl_3$ en poudre.....	87
4.4.2 Étude des plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$ après surchauffe.....	88
4.4.3 Étude de la fraction surfacique des plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$	91
4.4.4 Étude de la taille des plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$	93
4.5 SYNTHÈSE DE LA PÉNOMÉNOLOGIE DE L'AFFINAGE DES GRAINS EN PRÉSENCE DE TITANE.....	95

CHAPITRE V

CONCLUSION.....	99
------------------------	-----------

RECOMMANDATIONS POUR LES TRAVAUX FUTURS.....	102
---	------------

BIBLIOGRAPHIE.....	103
---------------------------	------------

ANNEXE.....	115
--------------------	------------

ANNEXE A

ANALYSE CHIMIQUE.....	116
------------------------------	------------

ANNEXE B

TAILLE DES GRAINS ET ANALYSE THERMIQUE.....	120
--	------------

LISTE DES FIGURES

Figure 1	Portion faible en bore du diagramme d'équilibre Al-B.....	8
Figure 2	Portion faible en titane de diagrammes d'équilibre Al-Ti.....	9
Figure 3	Variation de l'énergie libre standard de formation en fonction de la température pour les particules TiC et Al ₄ C ₃	11
Figure 4	Diagramme d'équilibre Al-Ti-C à 700°C.....	12
Figure 5	Paramètres Q et P pour divers éléments.....	15
Figure 6	Nombre de grains par unité de longueur en fonction de la concentration en titane pour l'aluminium pur.....	16
Figure 7	Schéma de la formation d'un germe de solide sphérique sur un substrat, de l'angle de contact et des forces de tension de surface.....	19
Figure 8	Graphique de $f(\theta)$ en fonction de θ avec $f(\theta) = (2-3 \cos \theta + \cos^3 \theta)/4$	20
Figure 9	Graphiques de la solidification de différents métaux et alliages.....	21
Figure 10	Effets de différents phénomènes sur le début de la solidification des dendrites d' α -aluminium.....	23
Figure 11	ΔT_s en fonction du taux de solidification pour des alliages Pb-Cu.....	23
Figure 12	ΔT_s en fonction du taux de solidification pour différents alliages d'aluminium.....	24
Figure 13	Paramètre de pointe du liquidus.....	25
Figure 14	Graphique de la solidification de l'alliage A356.2.....	26
Figure 15	Diagramme d'équilibre Al-Si.....	27
Figure 16	Dérivée première ou dT/dt de la courbe de solidification de l'alliage A356.2.....	28
Figure 17	Courbes de solidification à la paroi (T_P) et au centre (T_C) du creuset.....	30
Figure 18	Graphique de la différence entre T_P et T_C en fonction du temps.....	31
Figure 19	Courbe de solidification, dérivée première et de la courbe zéro d'un métal pur.....	34

Figure 20	Calcul de la fraction solide f_s en fonction du temps.....	36
Figure 21	Différents graphiques de la fraction solide f_s pour l'alliage A356.2 à un taux de solidification de 0,6°C/s.....	37
Figure 22	$R_{e0,2}$ en fonction de la taille des grains pour divers métaux et alliages.....	39
Figure 23a	Températures de surchauffe et de coulée.....	43
Figure 23b	Moule de l'analyse thermique.....	45
Figure 24	Schéma du montage pour l'injection de poudre.....	46
Figure 25	Montage pour la photographie des échantillons.....	51
Figure 26	Mesure de la taille des grains.....	51
Figure 27	Microsonde électronique.....	52
Figure 28	Début de la solidification de l'aluminium.....	55
Figure 29	Début de la solidification de l'aluminium.....	55
Figure 30a	Début de la solidification de l'aluminium.....	56
Figure 30b	Définition des différentes variables pour chaque courbe de solidification.....	57
Figure 31	T_S en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.....	58
Figure 32	T_R en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.....	59
Figure 33	T_S en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.....	60
Figure 34	T_R en fonction de la concentration en titane. Coulée de 750°C avec surchauffe à 950°C.....	60
Figure 35	T_S en fonction de la concentration en titane. Coulée à 950°C.....	61
Figure 36	T_R en fonction de la concentration en titane. Coulée à 950°C.....	62
Figure 37	T_S en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.....	63
Figure 38	T_R en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.....	63

Figure 39	ΔT en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.....	64
Figure 40	ΔT en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.....	65
Figure 41	ΔT en fonction de la concentration en titane. Coulée à 950°C.....	65
Figure 42	ΔT en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.....	66
Figure 43	t_{rec} en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.....	67
Figure 44	t_{rec} en fonction de la concentration en titane. Coulée de 750°C avec surchauffe à 950°C.....	67
Figure 45	t_{rec} en fonction de la concentration en titane. Coulée à 950°C.....	68
Figure 46	t_{rec} en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.....	68
Figure 47	Taille des grains en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.....	69
Figure 48	Taille des grains en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.....	70
Figure 49	Taille des grains en fonction de la concentration en titane. Coulée à 950°C.....	70
Figure 50	Taille des grains en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.....	71
Figure 51	Macrostructures à une concentration d'environ 0,10 % Ti.....	72
Figure 52	Macrostructures à une concentration d'environ 0,15 % Ti.....	73
Figure 53	Macrostructures à une concentration d'environ 0,25 %Ti.....	74
Figure 54	Taille des grains en fonction de ΔT . Coulée à 750°C sans surchauffe.....	75
Figure 55	Taille des grains en fonction de ΔT . Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.....	76
Figure 56	Taille des grains en fonction de ΔT . Coulée à 950°C.....	76
Figure 57	Taille des grains en fonction de t_{rec} . Coulée à 750°C sans surchauffe.....	77

Figure 58	Taille des grains en fonction de t_{rec} . Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.....	78
Figure 59	Taille des grains en fonction de t_{rec} . Coulée à 950°C	78
Figure 60	Macrostructures à une concentration élevée en titane.....	79
Figure 61	Microstructure initiale. Échantillon # 1 (0,125 % de Ti).....	81
Figure 62	Microstructure avec plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$. Échantillon # 7 (0,291 % de Ti).....	81
Figure 63	Analyse par rayons-X à dispersion ou « EDX » d'une plaquette de $Ti(Al,Si)_3$ dans l'alliage 356.....	82
Figure 64	Cartographie des éléments Al, Si et Ti. Échantillon # 7 (0,291 % de Ti)...	82
Figure 65	Cartographie des éléments Al, Si et Ti. Échantillon # 13 (1,00 % de Ti)...	83
Figure 66	Plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$ de faibles dimensions.....	85
Figure 67	Cartographie aux rayons-X du Si de la figure 66.....	85
Figure 68	Cartographie aux rayons-X du Ti de la figure 66.....	86
Figure 69	Cartographie des éléments Al, Si et Ti. Plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$ de faibles dimensions.....	86
Figure 70	Microstructure après injection de poudre de $TiAl_3$. Échantillon # 46 (1,00 % de Ti). Coulée à 750°C sans surchauffe.....	87
Figure 71	Cartographie des éléments Al, Si et Ti. Échantillon # 46 (1,00 % de Ti). Coulée à 750°C sans surchauffe.....	88
Figure 72	Microstructure après une surchauffe à 950°C. Échantillon # 47 (1,60 % de Ti).....	89
Figure 73	Agrandissement de la partie encadrée de la figure 72.....	89
Figure 74	Dendrites de plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$	90
Figure 75	Plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$ demeurée à l'état solide.....	90
Figure 76	Fraction surfacique des plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$ (en %) en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.....	92

Figure 77	Fraction surfacique des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 (en %) en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.....	92
Figure 78	Fraction surfacique des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 (en %) en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.....	93
Figure 79	Taille des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.....	94
Figure 80	Taille des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.....	94
Figure 81	Taille des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.....	95
Figure 82	Microstructure d'un alliage binaire Al-10% Ti.....	96
Figure 83	Analyse par rayons-X à dispersion ou « EDX » d'une plaquette de TiAl_3 dans un alliage binaire Al-10% Ti.....	96
Figure 84	Réaction péritectique entre l'aluminium en fusion et les plaquettes de TiAl_3 ⁷⁶	97

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1	Composition nominale de l'alliage A356.2.....	42
Tableau 2	Composition de la solution de Keller pour l'attaque chimique.....	50
Tableau 3	Analyse par spectroscopie à dispersion de longueur d'onde ou « WDS » des plaquettes de TiAl_3 pour différents échantillons.....	84
Tableau 4	Analyse par spectroscopie à dispersion de longueur d'onde ou « WDS » des plaquettes de TiAl_3 après injection de poudre de TiAl_3 dans l'alliage et surchauffe.....	91
 ANNEXE A ANALYSE CHIMIQUE		
Tableau A1	Analyse chimique des coulées à 750°C sans surchauffe.....	117
Tableau A2	Analyse chimique des coulées à 950°C.....	118
Tableau A3	Analyse chimique des coulées à 750°C avec surchauffe à 950°C.....	119
 ANNEXE B TAILLE DES GRAINS ET ANALYSE THERMIQUE		
Tableau B1	Taille des grains et analyse thermique. Coulées à 750°C sans surchauffe.....	121
Tableau B2	Taille des grains et analyse thermique. Coulées à 950°C.....	122
Tableau B3	Taille des grains et analyse thermique. Coulées à 750°C avec surchauffe à 950°C.....	123

CHAPITRE I
INTRODUCTION

CHAPITRE I

INTRODUCTION

1.1 PROBLEMATIQUE

Bien qu'en tonnage, la production d'aluminium ne représente qu'un peu plus de 2 % de celle des aciers, ce métal et les alliages qui en dérivent arrive en seconde position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit cette place à un ensemble de propriétés qui, dans bien des circonstances, en font un matériau irremplaçable. Ces propriétés sont notamment la masse volumique, la conductibilité électrique et les propriétés mécaniques et de mise en forme.

Toutefois, pour diverses raisons, comme pour les autres métaux, l'aluminium est rarement utilisé à l'état pur. Différents éléments sont additionnés à l'aluminium afin de modifier ou améliorer les propriétés mécaniques. Un des principaux éléments ajoutés à l'aluminium est le silicium. D'ailleurs, 85 à 90 % des pièces produites en aluminium sont constituées d'alliages aluminium-silicium. Ces derniers offrent une excellente coulabilité et peuvent être usinés et soudés. En plus du silicium, il y a également le titane qui peut être allié à l'aluminium. La présence de cet élément a des conséquences sur la solidification, la microstructure et les propriétés mécaniques.

Comme tous les métaux, l'aluminium comporte une macrostructure. Celle-ci est constituée de multiples cristaux, des grains. Ces derniers se forment lors de la

solidification. Leur taille finale résulte de phénomènes qui se déroulent uniquement au tout début de la solidification.

L'accroissement du taux de solidification ou l'application de vibration permet de réduire la taille des grains. Une autre méthode consiste à ajouter à un alliage des particules qui facilitent la nucléation et par conséquent, l'affinage des grains d'aluminium. L'ajout de ces particules s'effectue à l'aide d'alliage mère (« master alloy ») ou de poudre.

Au cours de leur utilisation, les métaux passent de l'état liquide à l'état solide. De plus, la solidification de tout métal ou alliage peut être étudiée par analyse thermique. Cette dernière consiste à analyser les données de la température en fonction du temps ($T(t)$) recueillies lors de la solidification. L'analyse thermique permet, par conséquent, d'étudier différents phénomènes et paramètres qui surviennent lors de la solidification.

Un alliage est constitué de plusieurs éléments, en général. Non seulement la présence de ces éléments est importante mais aussi la manière dont ils sont répartis. L'étude de la microstructure consiste donc à étudier différentes composantes (matrice d' α -aluminium, intermétalliques, etc.) présentes dans le métal et ce, en fonction des paramètres expérimentaux. De plus, l'ajout de particules pour l'affinage des grains change la composition de l'alliage et, par conséquent, la microstructure.

Pour les fins de ce projet de recherche, toutes les études sont effectuées avec l'alliage A356.2. Cet alliage offre des propriétés particulièrement intéressantes pour des applications dans le domaine de l'automobile et de l'aéronautique, notamment. De plus, les propriétés mécaniques de cet alliage peuvent être améliorées par l'application de

traitements thermiques, par la modification de la phase eutectique Al-Si, par l'affinage des grains, par le dégazage, etc.

1.2 OBJECTIFS

Le but de ce projet de recherche est d'étudier l'affinage des grains par le titane de même que les différents effets de la présence ou de l'augmentation de la concentration de cet élément dans l'alliage A356.2. Les objectifs principaux sont les suivants :

1. Étudier l'effet de l'augmentation de la concentration sur la taille des grains. Une des particularités du titane est de réduire davantage la taille des grains, comparativement à d'autres éléments. Plusieurs variables agissent sur l'affinage des grains. Les différentes variables qui seront étudiées spécifiquement sont la concentration en raffineur de grains de même que la température de surchauffe et de coulée. Le taux de solidification demeure identique ($\approx 1^\circ\text{C/s}$) pour tous les essais.
2. Étudier les différents effets de l'augmentation de la concentration en titane sur la solidification par analyse thermique. Cette dernière permet d'étudier différents phénomènes et paramètres lors de la solidification.
3. Étudier les différents effets de l'augmentation de la concentration en titane sur la microstructure. S'il y a un impact sur la microstructure, il y a nécessairement un effet sur les propriétés mécaniques.

4. Étudier l'effet de l'augmentation de la concentration en titane avec de la poudre de TiAl_3 . Une fois présente dans l'alliage, ces intermétalliques font partie intégrante de la microstructure. Par conséquent, il est alors possible de les étudier selon les diverses conditions expérimentales. De plus, il est possible d'étudier l'interaction de ces intermétalliques avec les différentes composantes de la microstructure.

CHAPITRE II
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE II

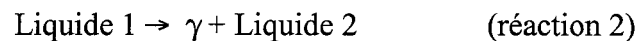
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1 PHENOMENOLOGIE DE QUELQUES SYSTEMES

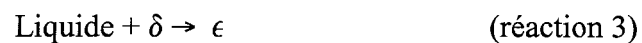
Une réaction eutectique peut se décrire de la manière suivante :



Un alliage à l'état liquide de composition C_E (la concentration eutectique) se solidifiera à une température constante en deux phases solides distinctes, α et β , respectivement de composition C_α et C_β . Il y a aussi la réaction monotectique :



Après cette réaction, une phase solide (γ) est en équilibre avec de l'alliage en fusion (Liquide 2). De plus, certains systèmes comportent une réaction péritectique. Cette réaction implique la transformation d'une phase solide et d'une phase liquide en une nouvelle phase solide unique. Cette réaction peut s'écrire :



Cette réaction se produit à une température constante. Au point péritectique, trois phases sont en équilibre.

2.1.1 Phénoménologie du système Al-B

Pour ce système, lors de la solidification, on observe la réaction eutectique suivante^{1,2} (figure 1) :

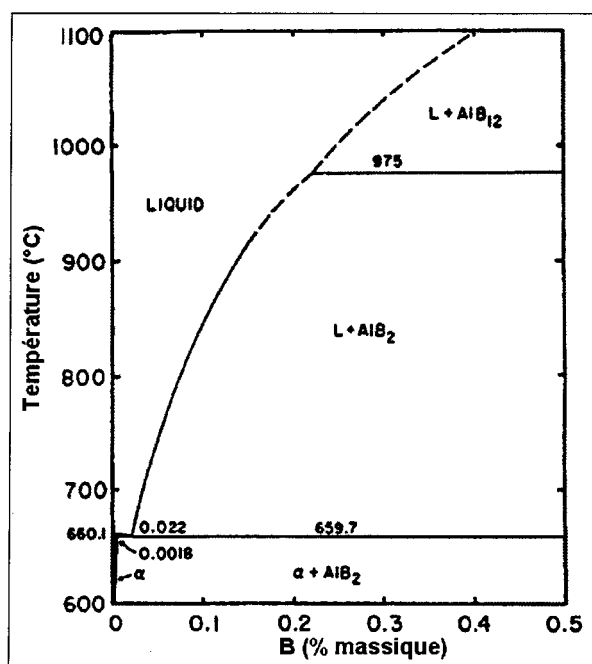
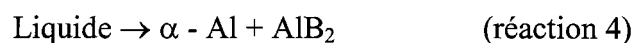


Figure 1. Portion faible en bore du diagramme d'équilibre Al-B.

2.1.2 Phénoménologie du système Al-Ti

En fonction de la température et de la concentration en titane (figure 2), il y a formation d'intermétalliques de TiAl_3 suite à la réaction monotectique suivante :

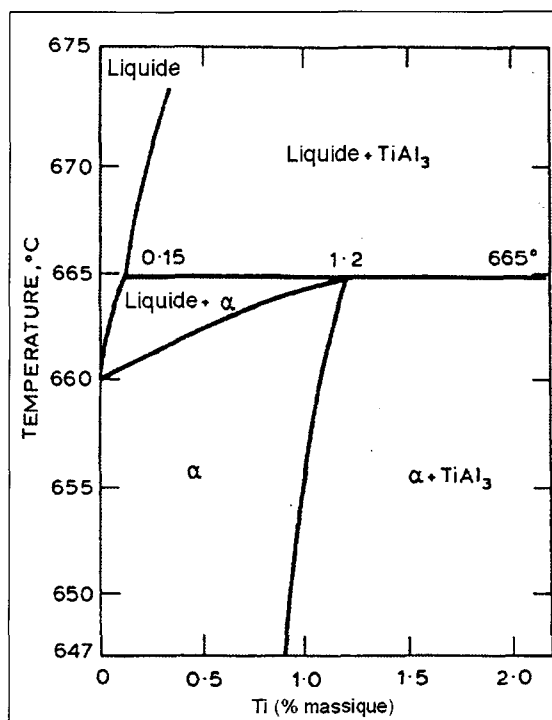
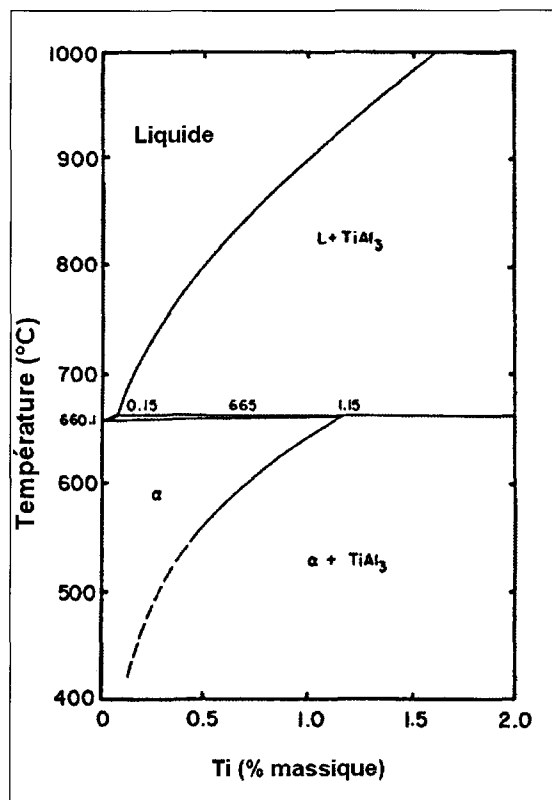
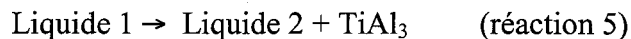
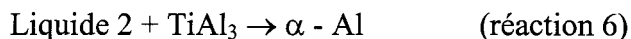


Figure 2. Portion faible en titane du diagramme d'équilibre Al-Ti.



Si la température diminue encore, il y a la réaction péritectique suivante³⁻⁶ :



2.1.3 Phénoménologie du système Al-Ti-B

Pour ce système, plusieurs phénomènes sont possibles. Selon la valeur de certains paramètres, les phénomènes observés lors de la solidification seront différents. Ces paramètres sont la concentration en titane ([Ti]), la concentration en bore ([B]) et le ratio stoechiométrique Ti : B^{7-10,20}.

Si les concentrations sont suffisamment élevées, il y a d'abord formation de particules de TiB₂. De plus, si le ratio stoechiométrique est élevé, le titane est en excès et la solidification de l'alliage s'accompagne des réactions monotectique et péritectique associées au titane¹¹⁻¹⁷ (section 2.1.2). À l'inverse, si le ratio Ti : B est faible (insuffisance de titane), il y a formation de phase métastable (Al,Ti)B₂^{10,16-20}. De plus, si le ratio est très faible, il y a formation de AlB₂ lors de la solidification (section 2.1.1).

2.1.4 Phénoménologie du système Al-Ti-C

Avec ce système, des particules de TiC sont présentes dans le métal. Lorsque la température est inférieure à 1273 K (1000°C), les particules de TiC sont instables et réagissent avec l'aluminium liquide pour former des carbures d'aluminium (Al_4C_3 et Ti_3AlC)^{21,22}. Il est possible d'annuler cet effet négatif par l'application d'une surchauffe (« superheating ») au métal en fusion. La température doit alors être supérieure à plus de 1800 K ou 1527°C²² (figure 3).

Donc, si la température est faible, les réactions suivantes sont possibles entre les particules de TiC, l'aluminium et le titane^{21,23} :

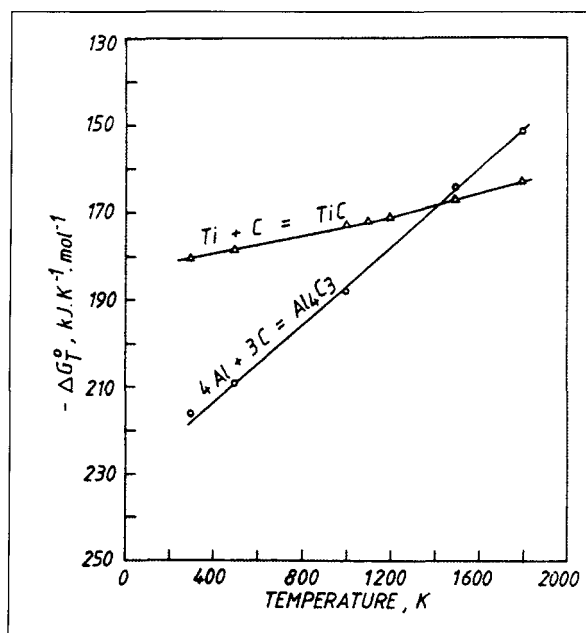


Figure 3. Variation de l'énergie libre standard de formation en fonction de la température pour les particules TiC et Al_4C_3 .

On peut alors observer la présence de fins cristaux de Al_4C_3 et de carbures complexes à l'interface Al/TiC. Dans le cas d'un alliage Al-7% Si (A356.2), les particules de TiC se décomposent complètement pour former des intermétalliques complexes de type Al-Ti-Si et des carbures d'aluminium. Ces intermétalliques Al-Ti-Si contiennent environ 1 % de carbone. Les carbures d'aluminium s'observent principalement aux frontières des différentes phases présentes dans l'alliage. La formule chimique de ces carbures varie de Al_4C_3 à Ti_3AlC tandis que la composition chimique des intermétalliques Al-Ti-Si est la suivante : Al-35%Ti-9% Si (proportion massique).

La mouillabilité du carbone dans l'aluminium est médiocre²¹. Par conséquent, seule une infime quantité de carbone se dissout dans l'aluminium à l'état liquide²⁴ (figure 4).

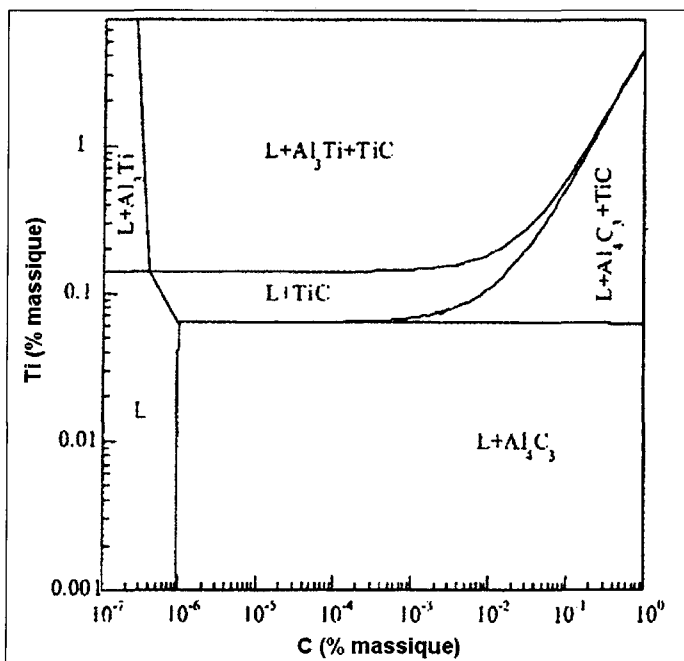


Figure 4. Diagramme d'équilibre Al-Ti-C à 700°C.

2.2 EFFET DU SILICIUM SUR LES INTERMETALLIQUES DE TiAl_3

L'injection d'intermétalliques de TiAl_3 dans l'alliage A356.2 permet d'augmenter la concentration en titane. De plus, si la concentration est assez élevée, il y a formation de TiAl_3 dans l'alliage lors de la solidification. Mais l'alliage peut affecter leur composition chimique. En effet, environ 9 % (proportion massique) de silicium se dissout dans les intermétalliques de TiAl_3 ^{25,26}. La formule chimique devient : Ti(Al,Si)_3 ^{25,26}.

2.3 EFFET DE LA PRESENCE DE TITANE SUR LE POINT DE CONCORDANCE DES DENDRITES

Lorsque débute la solidification, la formation des dendrites s'amorce. Initialement, ces dendrites croissent de façon relativement indépendante mais après un certain temps, elles s'entrechoquent. Cela correspond au point de concordance des dendrites (« dendrite coherency point »). Le métal possède alors une certaine rigidité. En présence de titane, le point de concordance des dendrites survient à une fraction solide supérieure^{27,28}.

2.4 EFFETS DE QUELQUES TRAITEMENTS DU METAL LIQUIDE SUR LA TAILLE DES GRAINS

De façon générale, dans la littérature, on mentionne que la surchauffe augmente la taille des grains²⁹⁻³². Dans certains cas toutefois, la surchauffe réduit la taille des grains³³.

De plus, on observe souvent qu'après un dégazage, la taille des grains peut augmenter^{30,34}. Par contre, sans dégazage, la concentration des impuretés s'élève, ce qui diminue la fluidité³⁵.

2.5 EFFETS DES ELEMENTS ALLIES SUR LA TAILLE DES GRAINS

L'alliage A356.2 contient du magnésium (0,30-0,45 % en proportion massique). La présence de cet élément entraîne une légère modification des particules de silicium³⁶. Pour un alliage expérimental Al-7% Si, l'ajout de cet élément à différentes concentrations (0,1-0,6%) améliore l'affinage des grains³⁷. En outre, les grains sont plus petits lorsque la concentration en magnésium est de 0,2%. Cependant, quelque soit la teneur, une dégradation (« fading ») survient après un certain temps (≈ 120 minutes). Aussi, l'amélioration initiale à de faibles concentrations de magnésium peut être reliée à l'effet restrictif de cet élément (« growth restriction effect »). En ce qui concerne les propriétés mécaniques, le magnésium augmente la limite élastique et la limite ultime³⁶.

Pour les autres éléments, la taille des grains peut varier de différentes manières en fonction de la concentration. En général, la présence d'éléments d'alliage réduit la taille des grains³⁸. À noter que le manganèse augmente la taille des grains³⁹. De plus, des interactions négatives sont possibles entre les éléments d'alliage, ce qui peut augmenter la taille des grains⁴⁰⁻⁴³. De plus, pour le fer, en présence de silicium, sa contribution à l'affinage des grains est faible, voire nulle ou neutre⁴⁴. Certains éléments possèdent une phénoménologie particulière^{30,45}. En outre, la capacité des éléments d'affiner les grains peut être reliée aux paramètres suivants⁴⁶ :

$$Q = m_1 c_0 (k-1) \quad (\text{équation 1})$$

$$P = m_1 c_0 (k-1) / k \quad (\text{équation 2})$$

où m_l est la pente du liquidus, c_0 , la concentration du soluté dans l'alliage binaire et k , le coefficient de partition. Le paramètre Q se nomme « facteur de restriction de croissance » ou « growth restriction factor » tandis que le paramètre P signifie « paramètre de surfusion et de recalescence » ou « supercooling parameter ».

La valeur élevée du paramètre Q pour le titane expliquerait son efficacité pour l'affinage des grains^{47,48} (figure 5). Par contre, le paramètre P ne peut expliquer ce phénomène pour le titane contrairement pour d'autres éléments⁴⁹.

Element	k_i	m_i	conc. max. (% mass.)	$m(k-1)$ Q	$m(k-1)/k$ P
Ti	7-8	33.3	0.15	~220	~30
Ta	2.5	70	0.10	105	42
V	4.0	10.0	~0.1	30.0	7.5
Hf	2.4	8.0	~0.5	11.2	4.7
Mo	2.5	5.0	~0.1	7.5	3.0
Zr	2.5	4.5	0.11	6.8	2.7
Nb	1.5	13.3	~0.15	6.6	4.4
Si	0.11	-6.6	~12.6	5.9	53.7
Cr	2.0	3.5	~0.4	3.5	1.8
Ni	0.007	-3.3	~6	3.3	4714
Mg	0.51	-6.2	~3.4	3.0	5.9
Fe	0.02	-3.0	~1.8	2.9	145
Cu	0.17	-3.4	33.2	2.8	16.5
Mn	0.94	-1.6	1.9	0.1	0.1

Figure 5. Paramètres Q et P pour divers éléments.

Aussi, il existe une autre méthode pour le calcul du paramètre Q . À l'aide de l'équation suivante^{24,46} :

$$Q = - \frac{dT}{df_s} \Big|_{T_{liq}} \quad (\text{équation 3})$$

où T est la température, f_s , la fraction solide et T_{liq} , la température du liquidus. Cette équation est utile pour le calcul de Q pour un système dont le liquidus et le solidus ne sont pas linéaires. En outre, il est alors possible de généraliser le calcul et l'utilisation de Q pour les systèmes à plusieurs constituants. En effet, pour ces systèmes, la valeur globale de Q n'est pas nécessairement égale à la somme des valeurs de Q de chaque constituant.

2.6 PARTICULARITES DE L'AFFINAGE DES GRAINS PAR LE TITANE

Un des effets de la présence de titane dans un alliage d'aluminium est la réduction de la taille des grains. Toutefois, cette réduction n'est pas parfaitement continue et graduelle (figure 6).

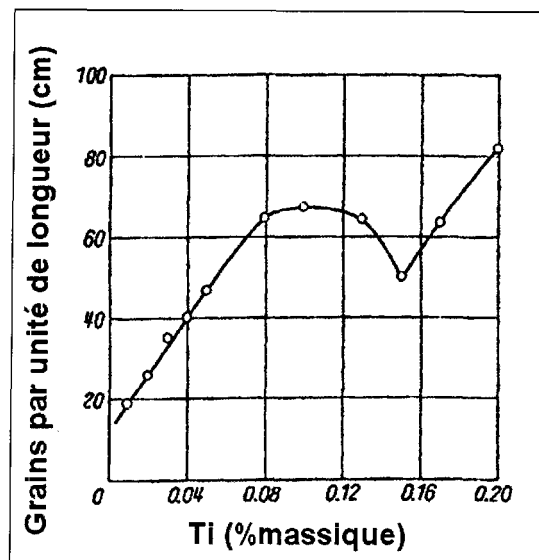


Figure 6. Nombre de grains par unité de longueur en fonction de la concentration en titane avec de l'aluminium pur⁵⁰.

Dans le cas de l'aluminium pur, la taille des grains devient presque constante lorsque la concentration en titane se situe aux environs de 0,08-0,13%⁵⁰. La taille des grains augmente même légèrement si la concentration en titane varie de 0,12 à 0,15%.

2.7 MECANISME THEORIQUE D’AFFINAGE DES GRAINS

L’affinage des grains peut être décrit comme étant directement relié aux processus de nucléation, de germination et de croissance des grains d'aluminium⁵¹. Une des théories implique à la fois une nucléation homogène et hétérogène. Ainsi, lors de la solidification d’un métal pur, la taille critique de survie d’une particule de nucléation est égale à l’équation suivante^{3,52,53}:

$$r_{\text{homogène}}^* = \frac{-2\gamma_{sL}}{\Delta G_{\text{homogène}}} \quad (\text{équation 4})$$

En ce qui concerne la barrière d’énergie libre :

$$\Delta G_{\text{homogène}} = \frac{16\pi\gamma_{sL}^3}{3\Delta G_v^2} \quad (\text{équation 5})$$

où γ_{sL} est l’énergie de surface à l’interface solide-liquide (J/m^2). Si l’on pose que la chaleur spécifique du liquide et du solide sont similaires, ΔG_v devient la force motrice de la solidification,

$$\Delta G_v = \Delta T \Delta S = \frac{\Delta H_f \Delta T}{T_m} \quad (\text{équation 6})$$

ΔT correspond à la surfusion sous le liquidus ($^{\circ}\text{C}$), ΔS , le changement d'entropie suite au passage de l'état liquide à solide ($\text{J}/^{\circ}\text{C}/\text{m}^3$), ΔH_f , l'enthalpie de solidification et T_m , la température de fusion. Si un germe de solide est plus grand que le rayon critique, $r^*_{\text{homogène}}$, il survivra et deviendra une particule pour la nucléation.

Ensuite, pour la nucléation hétérogène, la taille critique d'une particule pour la nucléation est égale à :

$$r^*_{\text{hétérogène}} = \frac{-2\gamma_{sL}}{\Delta G_{\text{hétérogène}}} \quad (\text{équation 7})$$

Les équations 4 et 7 sont identiques pour les deux types de nucléation (homogène et hétérogène). La barrière d'énergie libre est égale à^{3,52-53} :

$$\Delta G_{\text{hétérogène}} = \frac{16\pi\gamma_{sL}}{3\Delta G_v^2} f(\theta) \quad (\text{équation 8})$$

où $f(\theta)$ est une fonction de l'angle de contact θ sur le substrat sur lequel la nucléation se produit. La figure 7 montre la nucléation dans un liquide sur un substrat solide. La figure 8 présente la variation de $f(\theta)$ en fonction de θ . De plus, $f(\theta)$ est toujours ≤ 1 . Par conséquent, l'énergie libre critique pour la nucléation hétérogène est toujours inférieure ou égale à celle de la nucléation homogène^{3,52,53}. Cependant, les particules de nucléation hétérogène les plus efficaces sont celles dont l'angle θ est minimale (le plus près possible de zéro).

De plus, en présence de nucléation hétérogène, l'équation simplifiée suivante s'applique pour un taux de nucléation hétérogène par unité de volume ($\text{m}^{-3}\text{s}^{-1}$) :

$$I_{\text{hétérogène}}^v = 10^{18} N_v^p \exp \left[\frac{-16\pi\gamma_{sL}^3 f(\theta)}{3K_B \Delta S_2 \Delta T_2} \right] \quad (\text{équation 9})$$

où K_B est la constante de Boltzmann (J / K), N_v^p , le nombre de sites de nucléation par unité de volume (m^{-3}) et $I_{\text{hétérogène}}^v$, le taux de nucléation hétérogène (nombre de nucléation / m^3 / s). Donc, si l'angle de contact est minimal (près de zéro), la mouillabilité du substrat est meilleure, ce qui améliore la nucléation^{52,53} et, par conséquent, le taux de nucléation augmente.

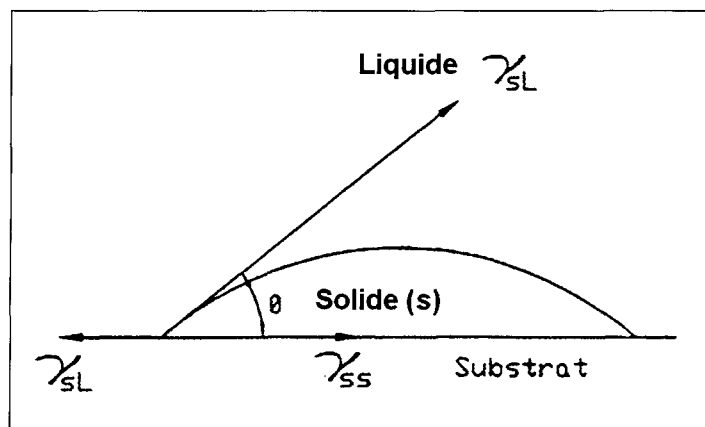


Figure 7. Schéma de la formation d'un germe de solide sphérique sur un substrat, de l'angle de contact et des forces de tension de surface^{52,53}.

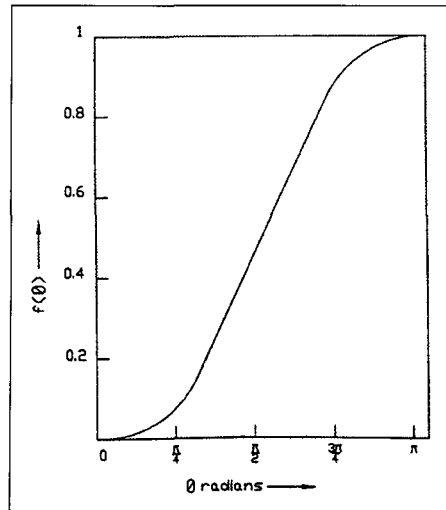


Figure 8. Graphique de $f(\theta)$ en fonction de θ avec $f(\theta) = (2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta)/4$ ^{52,53}.

2.8 ANALYSE THERMIQUE

Lors de la solidification d'un alliage, différentes phases se forment. De l'énergie (chaleur latente) est libérée. Cette libération d'énergie contrebalance l'énergie qui est perdue par le métal lors de son refroidissement. Il en résulte une diminution locale et temporaire du taux de refroidissement. L'analyse thermique consiste à étudier ce phénomène (c'est-à-dire étudier le graphique de la température en fonction du temps), ce qui permet d'étudier la solidification et de caractériser quelque peu la macrostructure (taille des grains, etc.) et la microstructure.

L'analyse thermique débute par l'analyse du graphique (ou courbe) de la solidification (figure 9). On observe d'abord que le refroidissement d'un corps solide sans solidification ou changement de phase ne présente aucune particularité en raison de l'absence de réaction physico-chimique (graphique a). La seule observation est la diminution graduelle du taux

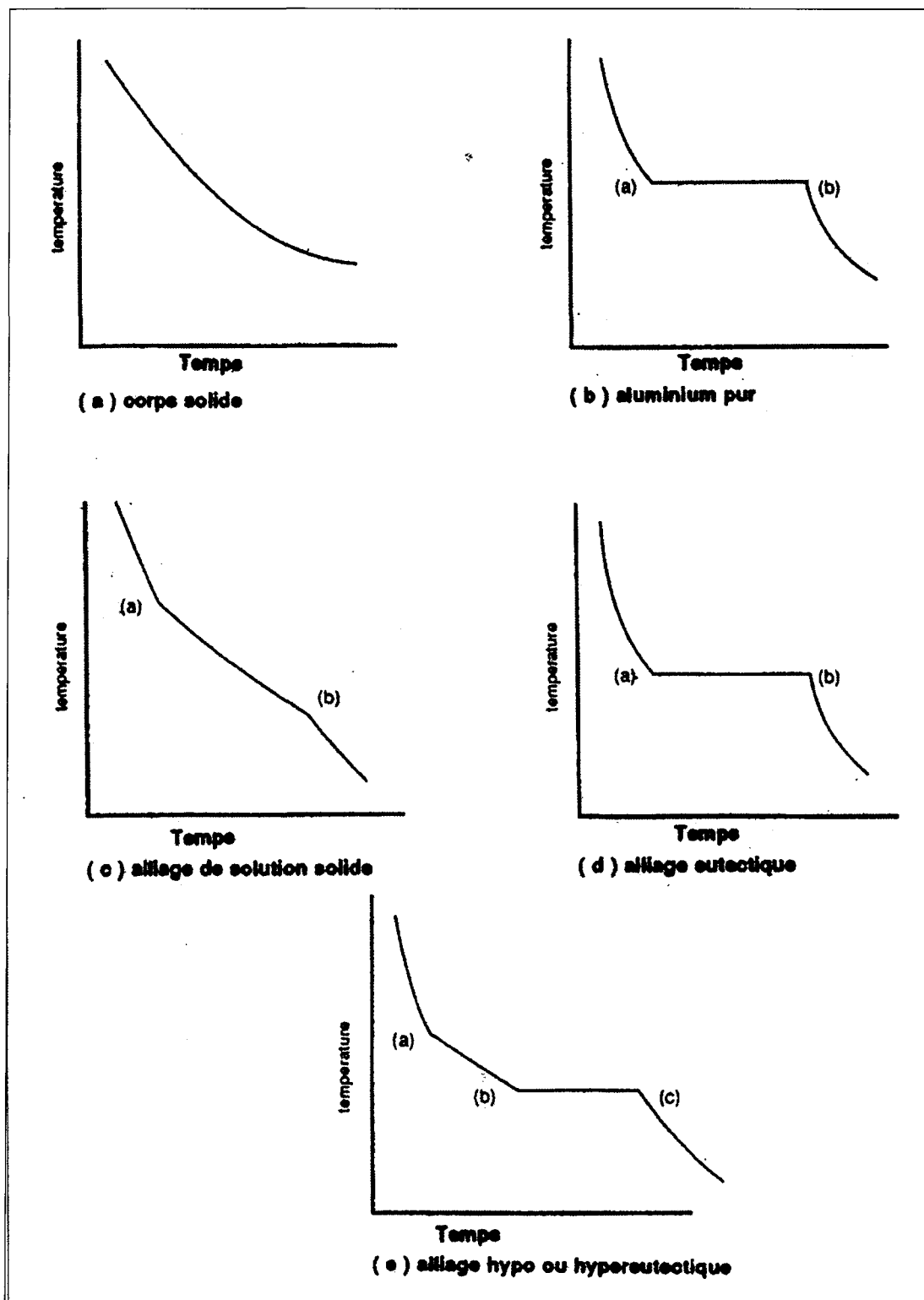


Figure 9. Graphiques de la solidification de différents métaux et alliages.

de refroidissement en raison de la diminution du gradient de température entre le solide et son environnement. Lors de la solidification d'un métal pur, on observe la présence d'un plateau (graphique b). La solidification d'un alliage de solution solide montre une absence de plateau (graphique c). Les alliages eutectiques se solidifieront comme un métal pur (graphiques d ou b). Finalement, le graphique de la solidification des alliages hypoeutectiques ou hypereutectiques (graphique e) combinera la forme d'un alliage de solution solide (graphique c) et celle d'un alliage eutectique (graphique d)^{6,54}.

Lors de la solidification de tout alliage ou métal, quelques phénomènes particuliers peuvent apparaître (figure 10)⁵⁵⁻⁵⁷. Souvent, puisque le taux de solidification n'est pas infinitésimal (i.e. parfaitement à l'équilibre), une surfusion ou « undercooling »^{33,58-62} est possible (figures 11 et 12). La solidification ne s'amorce pas à la température d'équilibre (T_E) mais à la température de surfusion (T_S). Ainsi,

$$\text{surfusion} = \Delta T_S = T_E - T_S = (K_1 + K_2) \dot{T} \quad (\text{équation 10})$$

avec :

- ΔT_S : surfusion (°C) ;
- T_E : température d'équilibre (°C) ;
- T_S : température de surfusion (°C) ;
- K_1 : constante de proportionnalité en fonction du taux de solidification (s) ;
- K_2 : constante de proportionnalité en fonction des éléments d'alliage (s) ;
- \dot{T} : taux de solidification (°C/s).

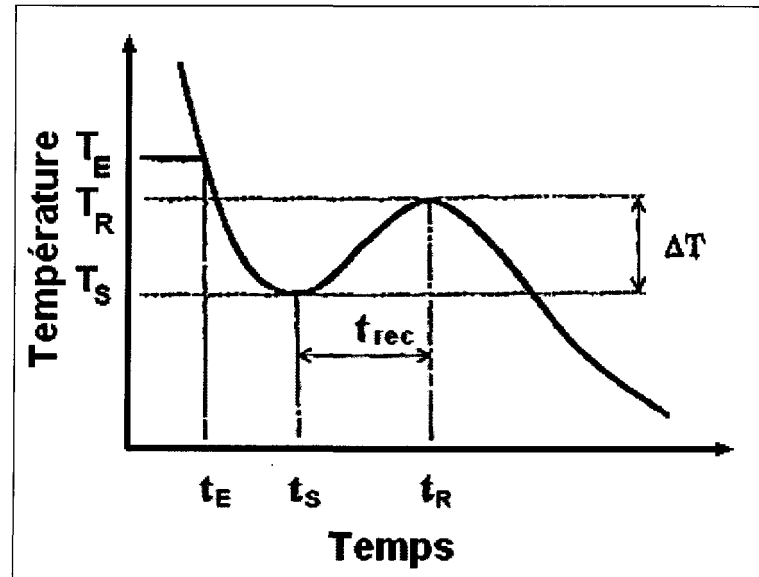


Figure 10. Effets de différents phénomènes sur le début de la solidification des dendrites d' α -aluminium.

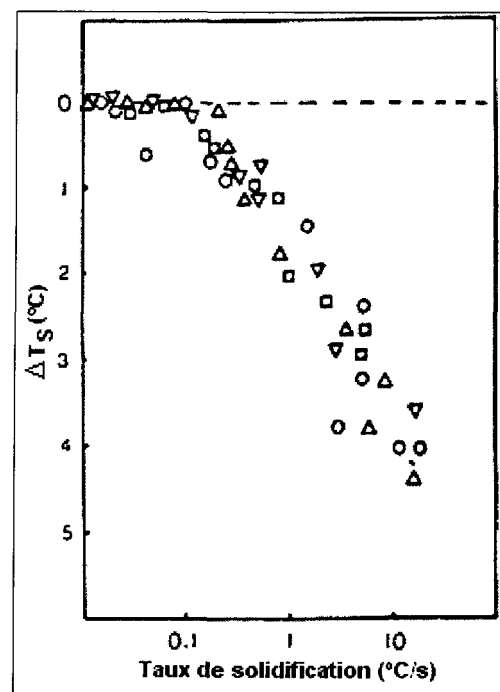


Figure 11. ΔT_S en fonction du taux de solidification pour des alliages Pb-Cu³³.

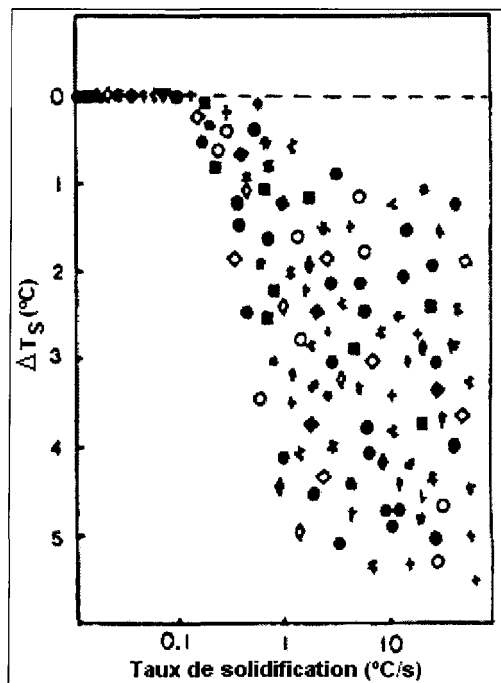


Figure 12. ΔT_S en fonction du taux de solidification pour différents alliages d'aluminium³³.

Ensuite, en fonction de différents paramètres (concentration de certains éléments d'alliage, etc.), une recalescence est possible. Lors de ce phénomène, la température de l'alliage augmente légèrement jusqu'à un maximum avant de redescendre à nouveau. Cette température maximale se nomme « température de recalescence » (T_R). La chaleur latente émise lors du déclenchement de la solidification, au moment où l'alliage atteint la température T_S , explique en partie ce phénomène.

De plus, à chacune des températures (T_E , T_S , T_R) est associée le temps correspondant (t_E , t_S , t_R). Aussi, dans la littérature, on retrouve les paramètres ΔT et t_{rec} . ΔT est égal à la différence entre la température de recalescence et la température de surfusion ($\Delta T = T_R - T_S$). Quant à t_{rec} , il est égal à la différence entre t_R (le temps relié à la température de

recalescence) et t_S (le temps relié à la température de surfusion). Ainsi, $t_{rec} = t_R - t_S$.

Il est parfois possible d'établir une corrélation entre la taille des grains et ΔT ou t_{rec} ^{56,63}. De plus, ΔT et t_{rec} peuvent parfois être réunies sous une seule variable, soit le paramètre de pointe du liquidus (PPL ou « liquidus peak parameter »). Pour obtenir ce paramètre (figure 13), on calcule d'abord la dérivée première⁶⁵ (dT/dt) de la courbe de solidification, puis on évalue l'aire sous cette courbe (la surface hachurée). Comme pour ΔT et t_{rec} , il existe parfois une corrélation entre la taille des grains et ce paramètre^{63,64}.

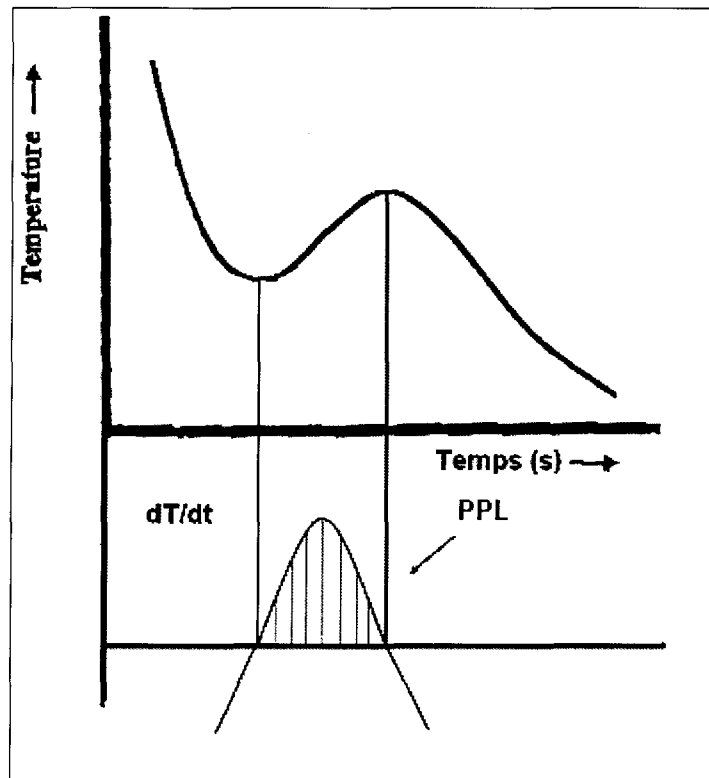


Figure 13. Paramètre de pointe du liquidus.

2.9 ÉTUDE DE LA SOLIDIFICATION DE L'ALLIAGE A356.2 PAR ANALYSE THERMIQUE

Lors de la solidification de cet alliage, deux phases principales apparaissent et peuvent être identifiées (figure 14). Tout d'abord, à 610°C débute la formation du réseau dendritique d' α -aluminium (α -Al). Ensuite, la seconde phase principale, l'eutectique Al-Si, apparaît lorsque la température atteint 577°C (figure 15).

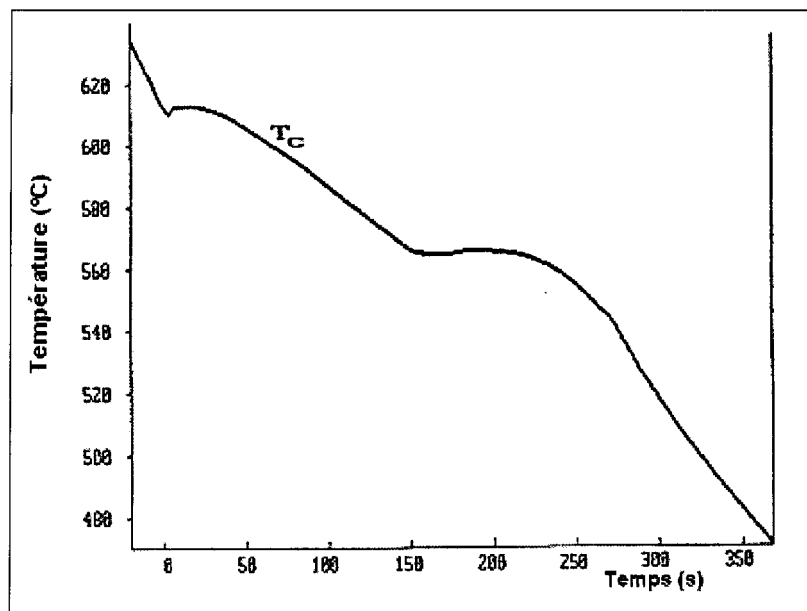


Figure 14. Graphique de la solidification de l'alliage A356.2.

Il est possible de caractériser davantage le processus de solidification avec l'utilisation de la dérivée première (dT/dt ou T') de la courbe de solidification ($T(t)$) (figure 16)⁶⁴. La dérivée première correspond à la pente de la courbe de solidification. Elle correspond aussi au taux de refroidissement de l'alliage. La formation d'une nouvelle phase libère de

l'énergie (chaleur latente), ce qui augmente la dérivée première (le taux de refroidissement diminue).

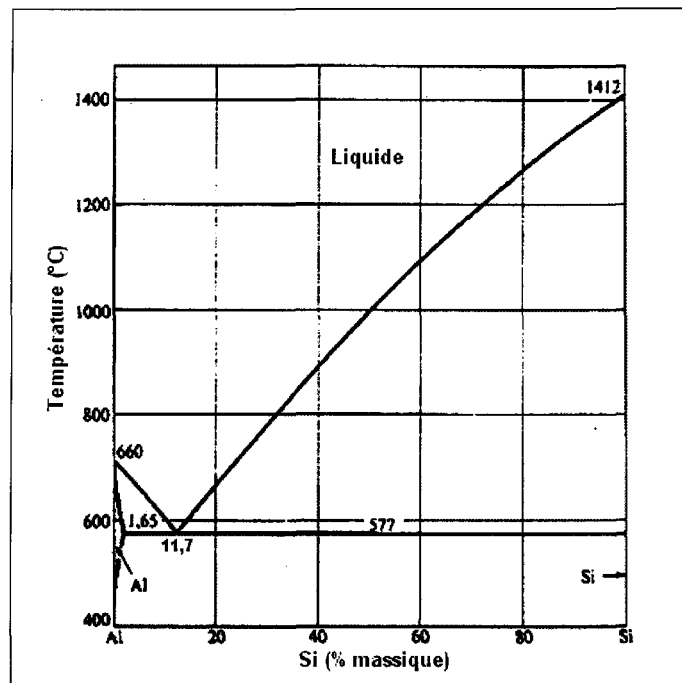


Figure 15. Diagramme d'équilibre Al-Si.

Dans la partie initiale de la courbe, l'alliage est entièrement liquide et le taux de refroidissement est d'environ $0,9^{\circ}\text{C/s}$ (figures 14 et 16). En l'absence de solidification, le taux de refroidissement diminuerait peu à peu avec le temps (ligne pointillée de la figure 16). Cette ligne pointillée se nomme « dérivée de la courbe zéro » (« zero curve derivative »). Comme le refroidissement résulte de radiations de même que de la convection naturelle entre l'air ambiant et le moule, le taux de refroidissement est

directement relié à la différence de température entre ces milieux. Celui-ci diminuera donc graduellement avec le temps.

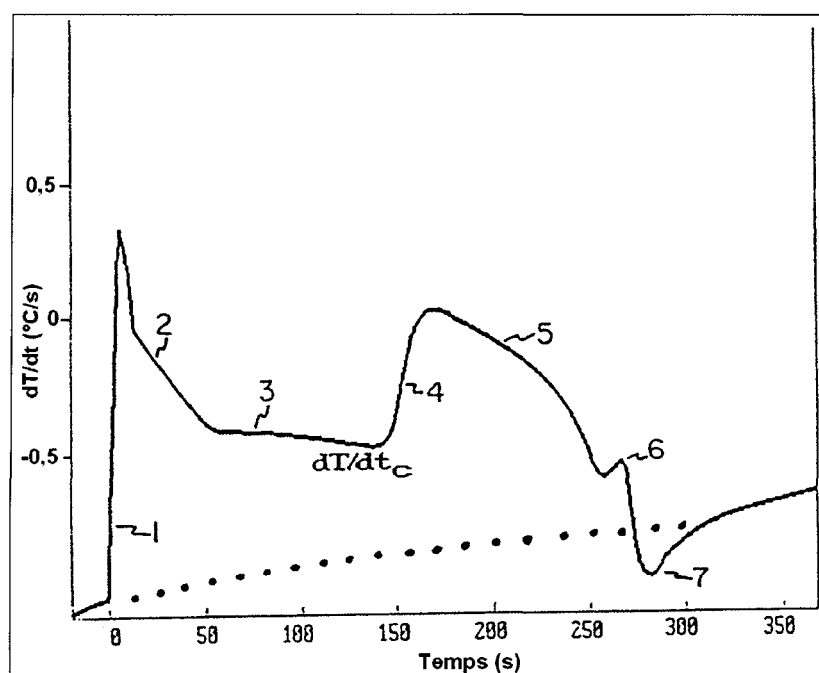


Figure 16. Dérivée première ou dT/dt de la courbe de solidification de l'alliage A356.2⁶⁴.

On observe plutôt une déviation très nette de la dérivée par rapport à la courbe en pointillée (figure 16, point 1). Cette dérivée augmente pour atteindre un maximum de $0,4^{\circ}\text{C/s}$ puis diminue quelque peu. Autrement dit, lorsque la dérivée est maximale, l'échantillon se réchauffe à un taux de $0,4^{\circ}\text{C/s}$. Ce dégagement d'énergie résulte de la nucléation soudaine des grains d'aluminium ($\alpha\text{-Al}$). Avec le temps, le taux de nucléation s'abaisse et la croissance frontale des dendrites d' α -aluminium progresse des parois légèrement plus froides vers le centre du moule (point 2). Après quelque temps, le réseau dendritique d'aluminium occupe tout le volume du métal. Toute croissance ultérieure des

dendrites se produira uniquement de manière latérale. Cela correspond à l'épaississement des dendrites (point 3). On remarque que la courbe demeure au-dessus de la courbe en pointillée (la courbe de refroidissement de base), en raison de la croissance continue des cristaux (grains) d'aluminium (α -Al). Ensuite, il y a une autre augmentation rapide de la dérivée qui résulte de l'apparition soudaine, par nucléation, de cristaux de silicium de phase eutectique (point 4). Peu à peu, la solidification du silicium (et aussi de l'aluminium solide qui constitue l'eutectique) se poursuit (point 5). Similairement à la formation des grains d'aluminium, la solidification de l'eutectique (points 4 et 5) est initialement rapide, puis ralentit à mesure que progresse la solidification. Finalement, apparaît la phase Mg_2Si (point 6). La formation de cette phase s'observe difficilement sur la courbe initiale (figure 14) mais se distingue facilement ici (figure 16). D'où l'importance de l'utilisation de la dérivée première (dT/dt).

Lorsque la solidification est complète, la dérivée de la courbe de solidification revient à la courbe de base (ou dérivée de la courbe zéro, en pointillée). Cependant, un petit fléchissement est observable juste en-dessous de la courbe de base (point 7). Ce phénomène s'explique par la position du thermocouple située au centre du moule cylindrique. À la fin de la solidification, l'énergie libérée par la formation des différentes phases cesse soudainement. Il survient alors une uniformisation rapide du gradient de température du centre vers la paroi. Ce rééquilibre transitoire de la température explique le fléchissement de la courbe à cet endroit (point 7)⁶⁴.

Un autre développement important en analyse thermique est l'utilisation de deux thermocouples, l'un placé à la paroi et l'autre au centre du moule. C'est ce que l'on appelle

l'analyse thermique différentielle (« differential thermal analysis »). Avec celle-ci, le moule doit d'abord être préchauffé avant la coulée, ce qui évite tout refroidissement rapide en surface. Ainsi, le contenu entier du moule refroidit uniformément avant le début de la solidification. Par conséquent, il est possible de détecter des variations de la courbe de solidification qui résultent de la formation de nouvelles phases. Autrement dit, une nouvelle phase se forme d'abord en surface. Ensuite, la solidification (et la chaleur latente produite) progresse vers le centre de l'échantillon.

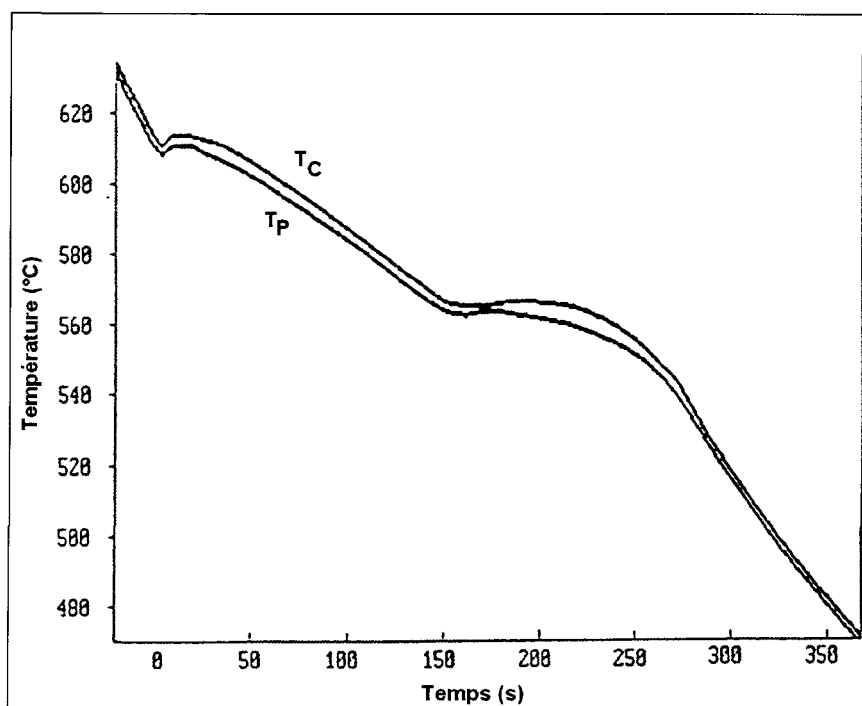


Figure 17. Courbes de solidification à la paroi (T_P) et au centre (T_C) du creuset.

Une première observation montre que le métal près de la paroi est plus froid que celui au centre (figure 17). Si on calcule la différence entre la température à la paroi (T_P) et celle

au centre (T_C), c'est-à-dire $T_P - T_C$, on obtient un nouveau graphique (figure 18). Puisque la conductivité thermique de l'aluminium solide est égale à celle à l'état liquide, le gradient thermique avant et après la solidification demeure le même ($\approx 2^\circ\text{C}$). Lorsque débute la solidification du réseau dendritique d' α -Al (point 1, figure 18), la surface s'échauffe et la différence entre T_P et T_C diminue (la courbe s'élève).

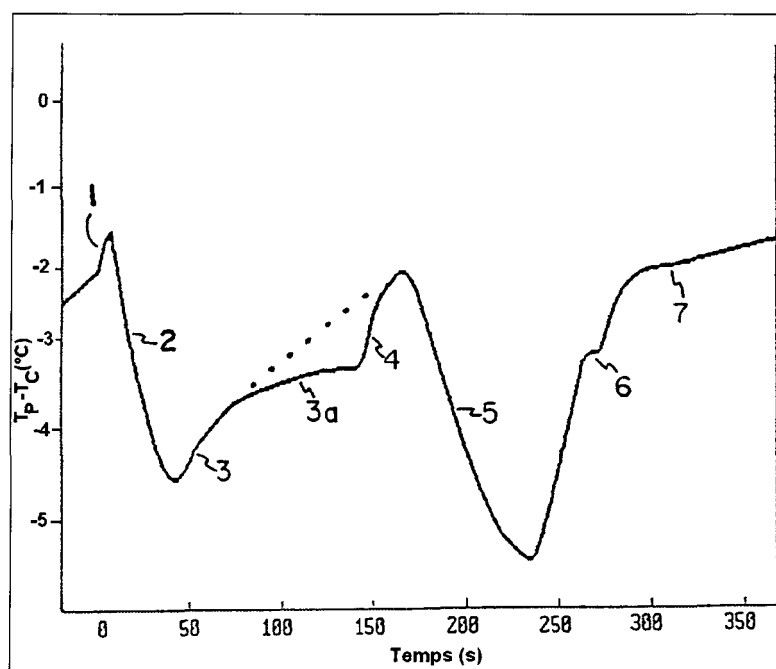


Figure 18. Graphique de la différence entre T_P et T_C en fonction du temps⁶⁴.

À mesure que progresse la solidification, davantage d'énergie est générée au centre qu'en surface. La différence entre T_P et T_C s'accroît (la courbe descend). Après un certain temps, les dendrites d' α -aluminium occupent tout le volume de l'alliage (entre les points 2 et 3). Cela signifie qu'à ce moment, tous les grains sont formés. Ensuite, il n'y a qu'un

épaississement des dendrites ou croissance latérale (point 3). Finalement, toutes les autres réactions sont exactement les mêmes que celles décrites précédemment (points 4 à 7).

2.10 CALCUL DE LA FRACTION SOLIDE PAR ANALYSE THERMIQUE

Lors de la solidification, il y a un changement de phase. La proportion de métal solide augmente peu à peu. Il est possible de calculer l'évolution de la fraction solide à l'aide de l'analyse thermique. Tout d'abord, on assume que le refroidissement est newtonien (aucun gradient thermique interne). On peut alors poser l'équation suivante pour le système moule-métal :

$$\begin{aligned} & (\text{énergie générée par une transformation de phase}) - (\text{énergie perdue par le métal}) \\ & \qquad \qquad \qquad = (\text{énergie transmise au moule}) \end{aligned}$$

Donc,

$$\frac{dQ_L}{dt} - V \cdot \rho \cdot C_p \frac{dT}{dt} = hA(T - T_0) \quad (\text{équation 11})$$

avec :

- Q_L : chaleur latente de solidification (J) ;
- V : volume de l'échantillon (m^3) ;
- ρ : masse volumique (kg/m^3) ;
- C_p : chaleur spécifique du métal ($\text{J}/\text{kg}^\circ\text{C}$) ;
- T : température du métal ($^\circ\text{C}$) ;

- t : temps (s) ;
- h : coefficient de transfert de chaleur ($\text{J/m}^2\text{s } ^\circ\text{C}$) ;
- A : surface (m^2) ;
- T_0 : température ambiante ($^\circ\text{C}$).

Après réarrangement, l'équation précédente donne :

$$\frac{dT}{dt} = \frac{1}{V\rho C_p} \left[\frac{dQ_L}{dt} - hA(T - T_0) \right] \quad (\text{équation 12})$$

Cette dernière équation est associée à la courbe de solidification^{66,67}. En l'absence de formation de phase, l'équation 12 se réduit à :

$$\frac{dT}{dt} = - \frac{hA(T - T_0)}{V\rho C_p} \quad (\text{équation 13})$$

Cette dernière équation se nomme « dérivée de la courbe zéro » (« zero curve derivative »). Cette courbe peut alors être tracée de même que la courbe de solidification et sa dérivée première (figure 19).

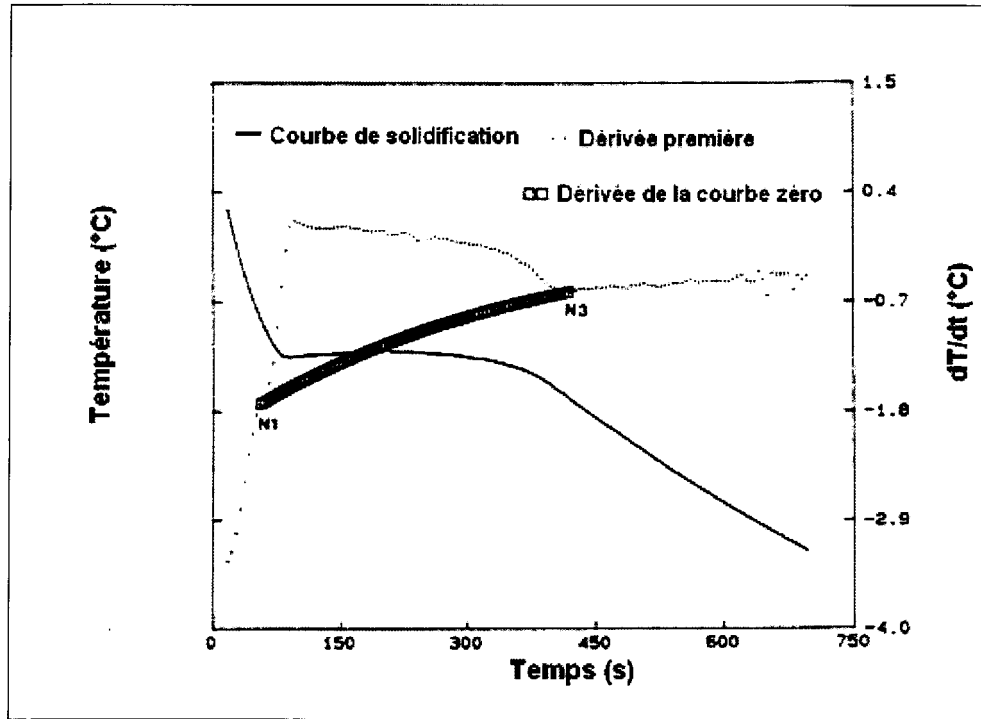


Figure 19. Courbe de solidification, dérivée première et de la courbe zéro d'un métal pur.

Si on soustrait l'équation 13 de l'équation 12, on obtient :

$$\frac{dQ_L}{dt} = V\rho C_p \left[\left(\frac{dT}{dt} \right)_{cs} - \left(\frac{dT}{dt} \right)_{cz} \right] \quad (\text{équation 14})$$

Les indices « cs » et « cz » représentent respectivement la courbe de solidification et la courbe zéro. Après intégration, l'équation 14 devient :

$$Q_L = V\rho C_p \int_0^{t_s} \left[\left(\frac{dT}{dt} \right)_{cs} - \left(\frac{dT}{dt} \right)_{zc} \right] dt \quad (\text{équation 15})$$

Or,

$$L = Q_L / V\rho \quad (\text{équation 16})$$

$L = C_p$ (Aire sous la dérivée de la courbe de solidification - l'aire sous la dérivée de la courbe zéro)

La variable « L » indique la chaleur latente de solidification et t_s est le temps de solidification. À partir de l'équation 16, la chaleur latente de solidification peut être intégrée numériquement. Finalement, la fraction solide f_s au temps t peut être calculée en évaluant le rapport entre la surface couverte au temps t et la surface totale⁶⁶⁻⁶⁸ (figure 20).

$$f_s = \frac{\int_0^t \left[\left(\frac{dT}{dt} \right)_{cs} - \left(\frac{dT}{dt} \right)_{cz} \right] dt}{\int_0^s \left[\left(\frac{dT}{dt} \right)_{cs} - \left(\frac{dT}{dt} \right)_{cz} \right] dt}$$

$$f_s = \frac{C_p}{L} \int_0^t \left[\left(\frac{dT}{dt} \right)_{cs} - \left(\frac{dT}{dt} \right)_{cz} \right] dt \quad (\text{équation 17})$$

Avec l'équation 17, il est possible de calculer f_s par intégration numérique. En outre, cela permet d'obtenir différents graphiques (figure 21). De plus, il est possible de calculer le taux et la quantité d'énergie libérée lors de la formation des différentes phases⁶⁹.

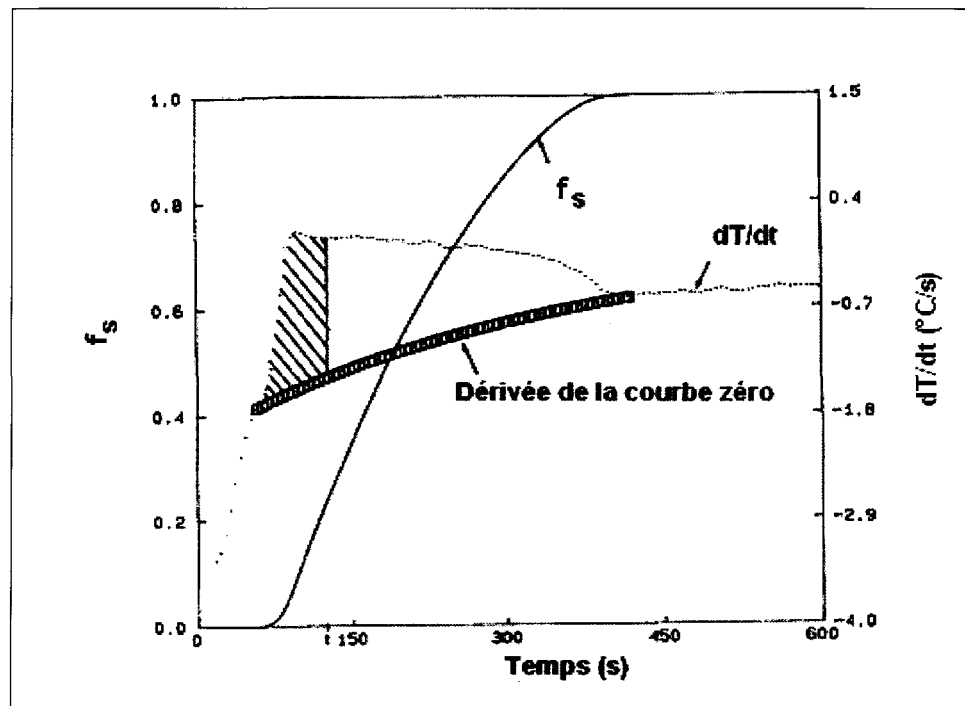


Figure 20. Calcul de la fraction solide f_s en fonction du temps.

Le point de concordance des dendrites (« dendrite coherency point ») apparaît sur les figures 16 et 18. Dans le cas de l'alliage A356.2, ce point correspond à une fraction solide de 23 %. Cela signifie que cet alliage est complètement rempli de dendrites d'aluminium après que le quart de la chaleur latente de solidification ait été libérée. Cette caractéristique de l'alliage a une influence sur sa coulabilité et sa fluidité. Lorsque ce point est atteint, la macrostructure et en particulier les grains sont pratiquement fixés définitivement. Aussi, l'alliage présente un certain degré de rigidité qui résulte de l'enchâssement du réseau dendritique. Par conséquent, à partir de ce point commencent à apparaître certains problèmes tels que les retassures et les porosités. De plus, c'est aussi à partir de ce point que peuvent s'initier des contraintes et mener au craquage à chaud⁶⁴.

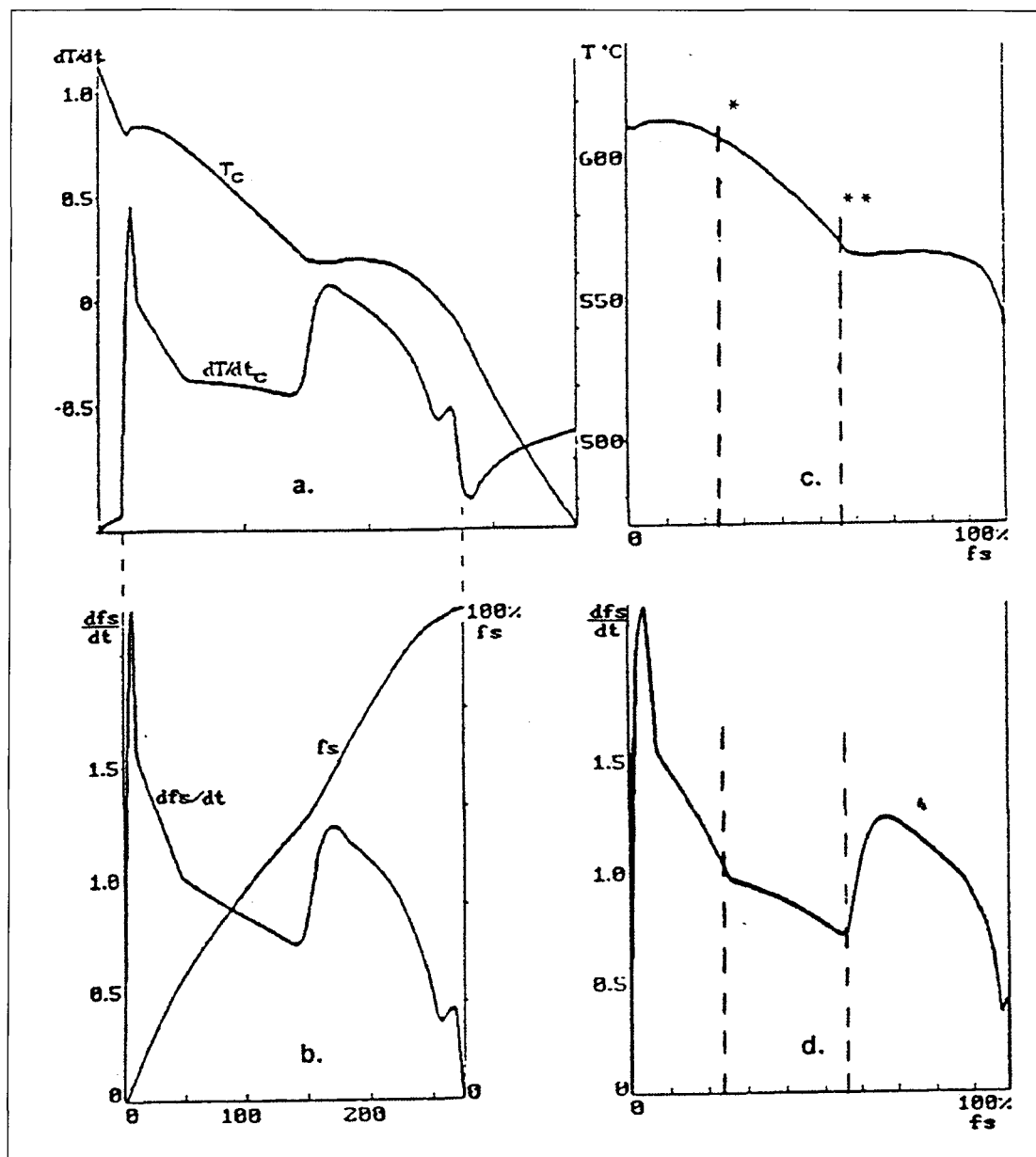


Figure 21. Différents graphiques de la fraction solide f_s pour l'alliage A356.2 à un taux de solidification de $0,6^{\circ}\text{C/s}$ ⁶⁴.

- a) Courbe de solidification et sa dérivée première (dT/dt) ;
- b) Courbes calculées du taux de solidification et de la fraction solide (f_s) en fonction du temps ;
- c) Température en fonction de la fraction solide (f_s) ;
- d) Taux relatif de la fraction solide (df_s/dt) en fonction de la fraction solide (f_s).

Notes : * : point de concordance des dendrites ($f_s = 0,23$).

** : début de la solidification de l'eutectique ($f_s = 0,58$).

2.11 EFFETS DE LA REDUCTION DE LA TAILLE DES GRAINS SUR LES PROPRIETES MECANIQUES

De façon générale, la réduction de la taille des grains améliore les propriétés mécaniques. Pour certains métaux et alliages, il existe une relation mathématique entre la taille des grains et la limite élastique ($R_{e0,2}$). C'est l'équation de Hall-Petch⁵¹ :

$$R_{e0,2} = \sigma_0 + k d^{-1/2} \quad (\text{équation 18})$$

avec $R_{e0,2}$: limite élastique conventionnelle (MPa) ;

σ_0 : constante (MPa) ;

k : paramètre dont la valeur dépend du métal ;

d : taille des grains (mm ou μm).

Toutefois, contrairement aux métaux de structure c.c. (réseau cubique centré), la valeur de k est faible pour les métaux de structure c.f.c. (réseau cubique à faces centrées) tel que l'aluminium et h.c. (système hexagonal compact). Par conséquent, certaines propriétés mécaniques ($R_{e0,2}$, etc.) varient peu en fonction de la taille des grains⁵¹ (figure 22).

Néanmoins, la réduction de la taille des grains permet d'accroître le nombre de barrières microstructurales à la propagation des fissures⁷⁰. De plus, la formation de grains plus petits a des conséquences directes sur les différents mécanismes de formation et de propagation des fissures⁷⁰. Il en résulte une amélioration des propriétés en fatigue (ténacité). Aussi, la réduction de la taille des grains améliore la répartition de la porosité, ce

qui permet aussi d'augmenter la ténacité⁷¹⁻⁷³. Il est à noter que la modification de l'eutectique Al-Si améliore également la redistribution de la porosité⁷⁴. Évidemment, les propriétés en fatigue sont optimales lorsque les porosités et les défauts de surface sont minimales⁷⁵.

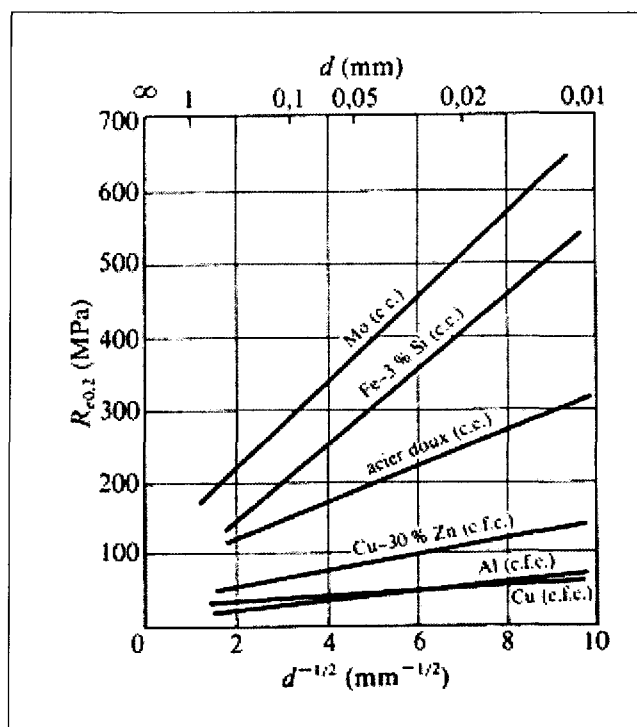


Figure 22. $R_{e0,2}$ en fonction de la taille des grains pour divers métaux et alliages.

De plus, l'amélioration des propriétés mécaniques suite à l'augmentation du taux de solidification ne résulte pas uniquement de la réduction de la taille des grains. Cette amélioration s'explique également par la diminution de l'espace interdendritique (DAS ou « dendrite arm spacing »)^{76,77}. Aussi, l'augmentation du taux de solidification minimise la taille des porosités et améliore par conséquent les propriétés mécaniques⁷⁸.

Les traitements combinés de l'affinage des grains et de la modification (de la structure eutectique Al-Si) permettent d'améliorer les propriétés mécaniques en traction de même que la ductilité⁷⁹⁻⁸¹.

CHAPITRE III
PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

CHAPITRE III

PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

3.1 ALLIAGE ET MATIERE DE BASE

Toutes les études sont effectuées avec l'alliage A356.2 (tableau 1).

Tableau 1. Composition nominale de l'alliage A356.2.

Élément	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Al
(%massique)	6,5-7,5	0,12	0,10	0,05	0,3-0,45	0,05	0,20	bal.

On utilise un alliage mère (« master alloy ») Al-10% Ti ou de la poudre de TiAl_3 afin d'accroître la concentration en titane.

3.2 PROCEDURE DE FONTE ET DE COULEE

Les échantillons sont produits en série. Chaque série commence par l'alliage de base (A356.2) sans aucun ajout de titane supplémentaire. On augmente d'abord la concentration en titane par intervalle de 0,02 % jusqu'à une augmentation théorique de 0,10 % (par rapport à la concentration initiale). Ensuite, à partir d'une augmentation théorique de 0,10 %, on accroît la concentration par intervalle de 0,10 % jusqu'à une augmentation théorique de 1,00 % (en proportion massique).

De plus, chaque série d'échantillons correspond à une température de surchauffe et à une température de coulée constantes (figure 23a). La température de coulée de 750°C procure une surchauffe suffisante afin faciliter la coulée (en général, une centaine de degré Celsius de plus que la température du début de la solidification de l'alliage). Cette température assure aussi une certaine fluidité à l'alliage. La température de surchauffe ou de coulée de 950°C permet d'étudier l'effet d'une surchauffe élevée (quelques centaines de degrés Celsius). De plus, en général, à cette température, tout l'alliage devient à l'état liquide (y compris les intermétalliques de $TiAl_3$).

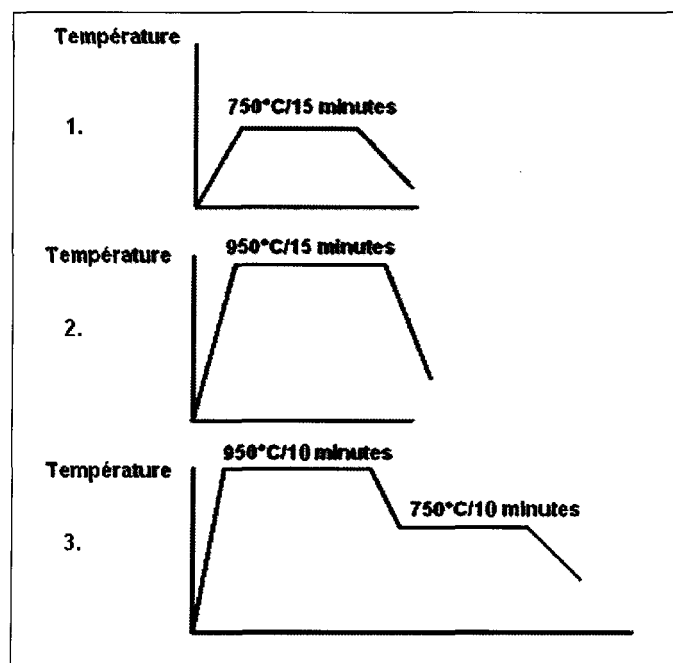


Figure 23a. Températures de surchauffe et de coulée.

Lorsque l'échantillon atteint la température de coulée (750°C ou 950°C), on démarre l'agitation pour une durée de 15 minutes. Un agitateur en graphite est généralement utilisé

à cet fin (s'il s'agit d'un agitateur en acier inoxydable, celui-ci doit d'abord être enrobé d'un enduit spécial). L'échantillon est coulé immédiatement après ce délai. Si l'échantillon est surchauffé à 950°C puis coulé à 750°C, l'agitation n'est que de 10 minutes à 950°C et à 750°C. L'agitation mécanique permet de répartir et d'uniformiser adéquatement les charges de titane et de silicium dans tout le métal en fusion. L'agitation est particulièrement importante pour ce système en raison de la différence entre la masse volumique de l'alliage A356.2 (2685 kg/m³) et celle des intermétalliques de TiAl₃ (3368 kg/m³).

Pour chaque série, des lingots d'alliage A356.2 sont sciés afin de constituer des masses de 650 g. Une de ces masses est ensuite placée dans un creuset puis envoyée au four. Pendant le chauffage, les charges de titane et de silicium sont calculées, pesées et ajoutées à l'échantillon. Les charges sont fractionnées le plus possible afin de faciliter leur distribution et leur dissolution.

Avant la coulée de chaque échantillon, un moule en graphite est d'abord préchauffé à 600°C. Ce moule est de forme cylindrique et ses dimensions sont approximativement de 100 mm de hauteur et de 60 mm de diamètre. Le moule est préchauffé afin d'assurer un refroidissement le plus près possible de l'équilibre. Le taux de solidification est d'environ 1°C/s.

Quelques instants avant la coulée de l'échantillon, on retire le moule du four. Un thermocouple de type K (chromel/alumel) est inséré au centre dans le bas de ce moule (figure 23b). Cela permet de recueillir les données sur la solidification de l'échantillon (température en fonction de temps) à l'aide du système d'acquisition de données. Le taux d'échantillonnage est de 50 lectures/seconde. Les données sont recueillies jusqu'à ce que la

température de l'échantillon atteigne environ 450°C. Ensuite, on retire l'échantillon du moule. L'échantillon refroidit alors jusqu'à la température ambiante. Parfois, afin d'accélérer le refroidissement, on place l'échantillon sous un jet d'eau froide pour quelques secondes.

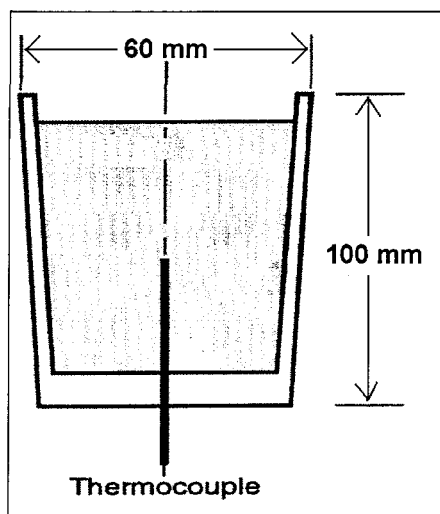


Figure 23b. Moule de l'analyse thermique.

3.3 INJECTION DE POUDRE

Lors des essais effectués avec de la poudre, la procédure et les équipements sont, en général, les mêmes. La principale différence est l'équipement utilisé pour l'injection de la poudre (figure 24).

Le principe de l'injection de poudre est le suivant⁸². Un lit de particules est d'abord chauffé sous atmosphère inerte. Ensuite, la circulation du gaz inerte (argon généralement) entraîne les particules dans le métal en fusion. Un agitateur brise alors les bulles qui emprisonnent les particules, ce qui permet une distribution uniforme dans tout l'alliage.

Le système d'injection de poudre comprend un tube de fluidisation (1), un tube de transport (2), une buse d'injection (3), un support ajustable (4), un four (5), un agitateur réversible (6 et 7) et des barrières (« baffles ») (8).

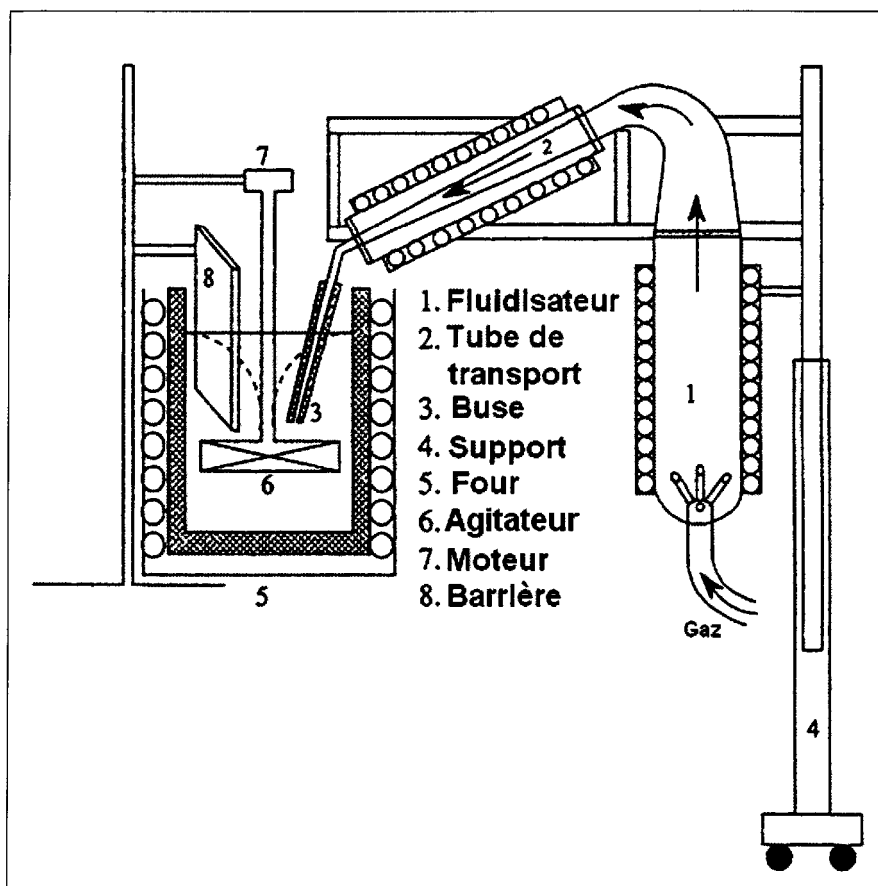


Figure 24. Schéma du montage pour l'injection de poudre⁸².

Le tube de fluidisation est un tube de verre (environ 4,5 cm de diamètre et 30 cm de longueur). La base de ce tube est munie de buses pour l'alimentation (circulation) du gaz inerte tandis que sa sortie est rattachée au tube de transport. Les différentes buses sont disposées de manière à éviter la formation de zone morte de même que pour maintenir une

fluidisation uniforme. De plus, un circuit d'éléments chauffants électriques entoure le tube et assure un chauffage adéquat de la poudre.

Ensuite, le tube de transport, qui est aussi chauffé pour minimiser les pertes thermiques, est rattaché à une buse d'injection d'environ 2 mm de diamètre. La buse d'injection est recouverte d'un tube d'alumine, ce qui permet de résister aux contraintes exercées par l'agitateur. Ce dernier est constitué de graphite ou d'acier inoxydable et est recouvert d'un enduit. La buse d'injection ainsi que l'agitateur sont montés sur un support ajustable, ce qui permet de modifier leur position (la profondeur surtout) dans le métal liquide, si nécessaire. Enfin, les différentes barrières ou « baffles » minimisent la formation de tourbillons (vortex) dans le creuset.

Avant chaque injection, une certaine quantité de poudre est placée dans le tube de fluidisation. Cette poudre est ensuite chauffée pendant 2 à 3 heures. Le chauffage est nécessaire afin d'éliminer toute trace d'humidité. De plus, un faible débit de gaz inerte (argon) circule dans la poudre. Ce débit de gaz inerte est suffisamment faible afin de ne pas transporter la poudre hors du tube de fluidisation. Il contribue à assécher complètement la poudre et à éviter l'agglomération. La température de préchauffage dépend de la poudre utilisée.

Pendant ce temps, une certaine quantité d'alliage est mise dans un creuset puis placée dans le four. Lorsque l'échantillon atteint la température désirée, on descend l'agitateur dans le métal en fusion jusqu'à environ 5 cm du fond du creuset. Ensuite, on insère la buse d'injection. Celle-ci a été préalablement chauffée afin d'éviter tout choc thermique. La position de la buse est cruciale. En effet, davantage de particules sont introduites et

incorporées dans l'alliage si l'injection s'effectue le plus près possible des pales de l'agitateur.

Le sens de rotation de l'agitateur est ajusté de manière à repousser le métal liquide vers le fond du creuset et non vers la surface. La vitesse de rotation de l'agitateur doit être suffisante afin de briser les bulles efficacement. Toutefois, une forte agitation forme un important vortex. L'installation de barrières permet de minimiser ou éliminer la formation de vortex, ce qui procure une agitation maximale.

Ensuite, on augmente le débit de gaz afin de fluidifier la poudre. Le débit dépend de la quantité de poudre dans le tube de fluidisation. Il permet de séparer les particules les unes des autres et de mettre le tout en suspension. Le débit de gaz est ajusté afin que seul une très faible quantité (débit) de particules parvient à s'échapper du nuage (lit) en fluidisation et est entraînée jusqu'au tube de transport. À partir de là, la vitesse des particules augmente graduellement jusqu'à leur injection. L'agitateur brise les bulles de gaz inerte et des particules sont incorporées à l'alliage en fusion. Par contre, quelques particules échappent à l'agitation et remontent à la surface.

Jusqu'à 2 % de particules (en volume) peuvent être injectées dans un alliage. Les dimensions de l'équipement rendent plus difficiles les tentatives de dépasser cette concentration. Ainsi, si le tube de fluidisation est rempli davantage que le tiers de sa hauteur, la fluidisation devient plus difficile. Le débit de gaz doit être plus grand et des agglomérats de particules peuvent être entraînés directement dans l'alliage.

En résumé, cette méthode permet d'injecter n'importe quel type de poudres et ce, quelque soit leur mouillabilité ou leur réactivité. En outre, cela permet de conserver les

caractéristiques de surface des particules (poudre) de même que la chimie de l'ensemble de l'alliage. Cette méthode permet aussi d'éviter la formation d'oxydes de même que des porosités. Finalement, il est possible d'obtenir une distribution uniforme des particules à une faible fraction volumique et ce, pour de très fines particules (≈ 2 à $3 \mu\text{m}$).

3.4 PREPARATION AUX ANALYSES METALLOGRAPHIQUES

Afin de réaliser les différentes analyses métallographiques, on procède d'abord à la coupe des échantillons. Les échantillons sont sciés à partir du bas afin d'obtenir les meilleurs résultats possibles. On coupe deux rondelles. La première rondelle est la plus basse. Elle est usinée et servira à obtenir une analyse chimique. La seconde rondelle est sciée à l'aide d'une scie verticale afin d'obtenir une pastille. Celle-ci sera utilisée pour l'analyse de la microstructure. Cette seconde rondelle doit toujours être prélevée au-dessus de la première rondelle afin d'être située le plus près possible de la pointe du thermocouple. Ainsi, la microstructure qui sera observée sur l'échantillon (pastille) correspondra le plus possible à l'analyse thermique.

Cette seconde rondelle (pastille) est ensuite enrobée de bakélite. De plus, celle-ci est enrobée de manière à ce que le polissage puisse s'effectuer sur la surface dirigée vers le haut du moule.

L'étape suivante est le polissage. Le polissage débute par le sablage à l'aide de papiers de carbures de silicium. La rugosité diminue graduellement d'une étape à l'autre (120, 240, 320, 400, 600, 800 puis 900). Chaque étape dure environ de 2 à 3 minutes. Pour l'étape

finale, on emploie un tapis spécial et le fluide utilisé est une sorte de suspension colloïdale de silice (exemple : le « mastermet »).

3.5 ANALYSES METALLOGRAPHIQUES

Pour la mesure de la taille des grains, les échantillons subissent d'abord une attaque chimique. La solution la plus efficace est la solution de Keller (tableau 2).

Tableau 2. Composition de la solution de Keller pour l'attaque chimique.

Acide	HNO ₃	HCl	HF
Proportion (% vol.)	66 %	33 %	1 %

Lorsque l'attaque chimique est complétée, les échantillons sont photographiés à l'aide d'un montage spécial (figure 25). La particularité de ce montage est l'utilisation de quatre projecteurs de couleurs différentes : rouge, bleu, jaune et vert⁸³. En effet, puisque l'orientation de chaque grain est variable, les couleurs sont reflétées différemment et il est alors possible de distinguer plus facilement les grains sur la surface du métal.

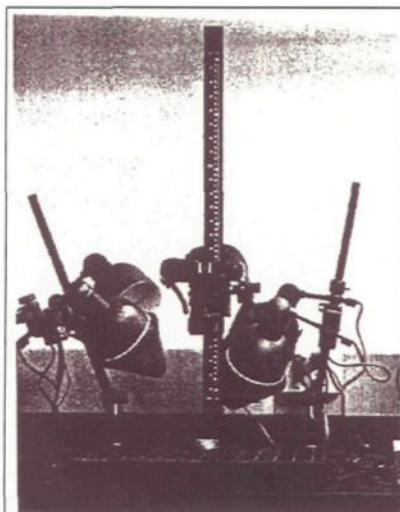


Figure 25. Montage pour la photographie des échantillons.

Les photographies sont numérisées et les mesures de la taille des grains sont effectuées avec un logiciel spécial. Pour ce faire, on utilise la méthode de la ligne d'interception ou « line intercept method ». Une ligne est d'abord tracée (ligne A-B, figure 26). On compte ensuite le nombre de grains qui est traversé par cette ligne. Enfin, on divise la longueur de la ligne (en fonction de l'échelle) par le nombre de grains, ce qui donne la taille moyenne des grains.

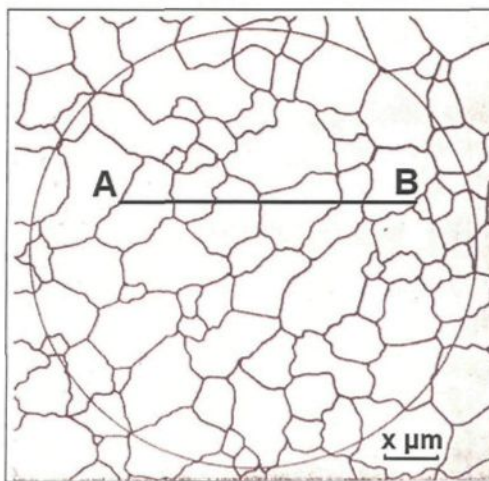


Figure 26. Mesure de la taille des grains.

La microstructure est étudiée par différentes méthodes d'analyse par microsonde électronique (figure 27). L'électron rétrodiffusé ou « backscatter » permet d'obtenir une image de la microstructure. Ensuite, les rayons-X à dispersion ou « EDX » et la spectroscopie à dispersion de longueur d'onde ou « WDS » sont utilisés pour identifier et déterminer la composition chimique des différentes phases. Finalement, la cartographie permet d'étudier la distribution des éléments dans les différentes phases.

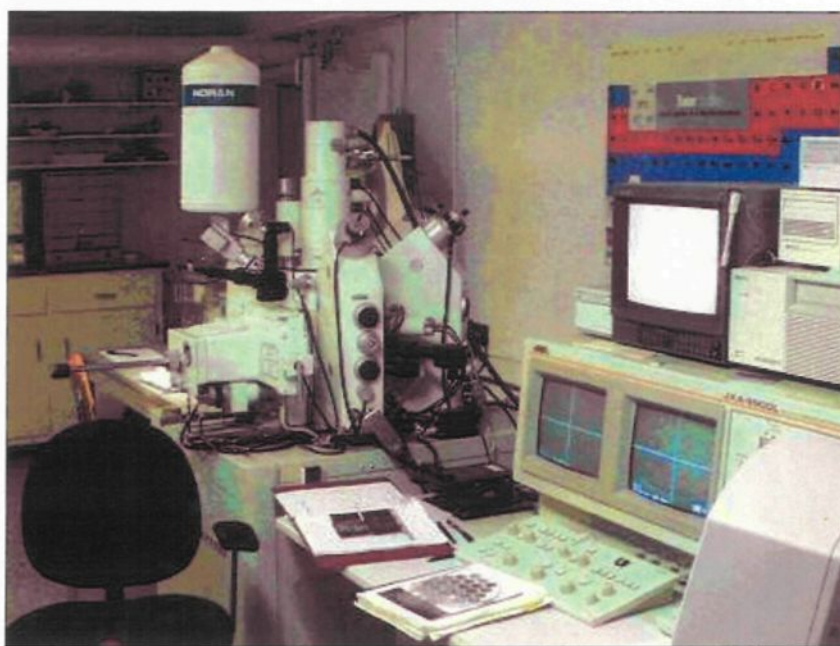


Figure 27. Microsonde électronique.

CHAPITRE IV
RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

CHAPITRE IV

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

4.1 ANALYSE CHIMIQUE

Pour le titane, la concentration finale dans un échantillon est approximativement égale à la somme de la concentration initiale dans l'alliage (voir échantillon 1, 16, 31 ou 49) et de celle de l'augmentation théorique (voir annexe A). Pour le silicium, sa concentration doit se situer entre 6,5 et 7,5 % (proportion massique). Pour le bore, puisque cet élément n'est pas étudié spécifiquement dans ce projet de recherche, sa concentration doit être minimale.

4.2 ANALYSE THERMIQUE

Initialement, puisque la concentration en titane est faible, la solidification de l'aluminium (α -Al) s'amorce par une recalescence (figure 28).

Dès que la concentration en titane augmente quelque peu, la solidification de l'aluminium peut commencer selon deux manières différentes. Pour la première, la pente de la courbe de solidification (dT/dt) augmente légèrement mais demeure négative (figure 29). Avec l'autre courbe, on observe l'apparition d'un plateau (figure 30a). Finalement, il est parfois possible d'observer une recalescence et ce, même si la concentration en titane est élevée. Celle-ci est cependant très faible (voir section 4.2.2).

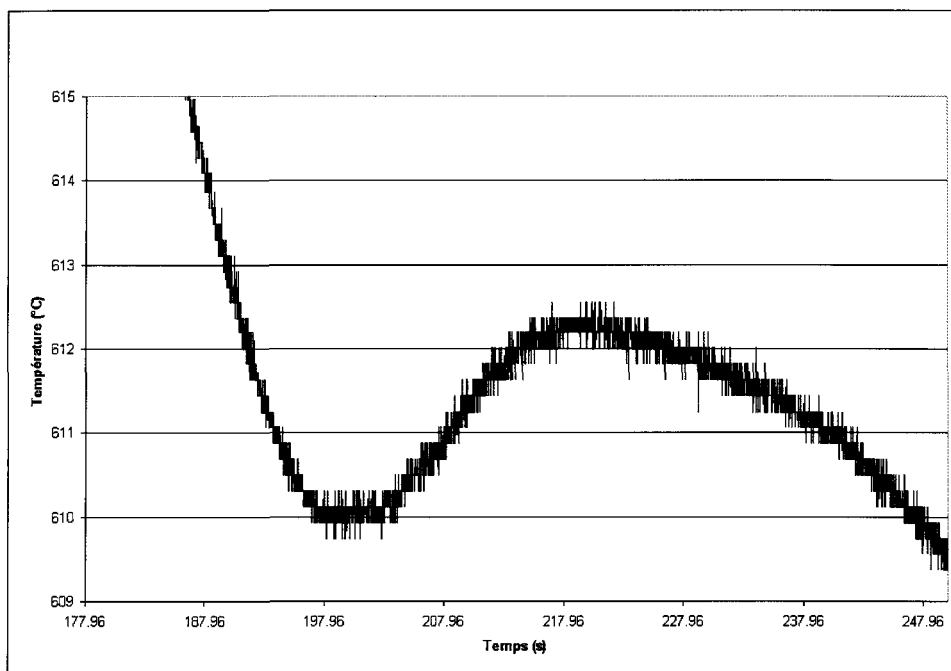


Figure 28. Début de la solidification de l'aluminium.

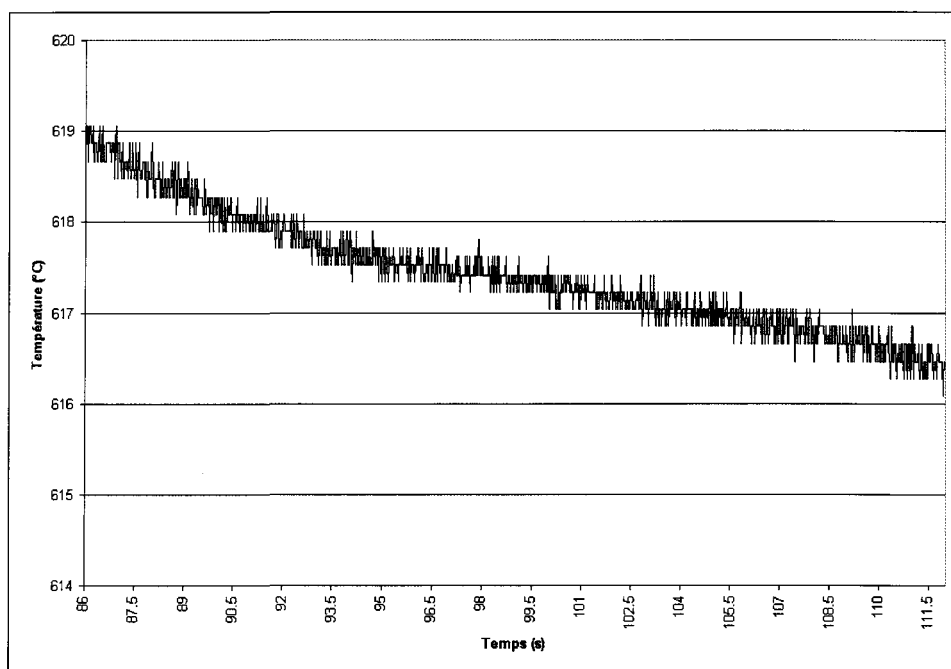


Figure 29. Début de la solidification de l'aluminium.

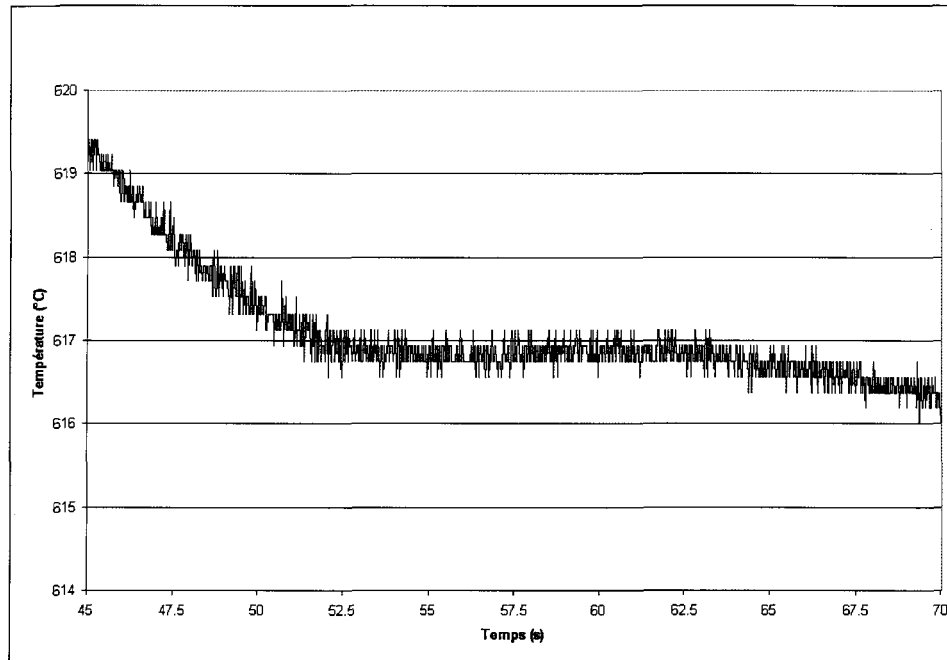


Figure 30a. Début de la solidification de l'aluminium.

À chacune de ces courbes est associée différentes variables (figure 30b). En présence d'une recalescence (courbe a), les variables sont exactement les mêmes que celles définies précédemment (figure 10). Par contre, en l'absence de recalescence, les variables ΔT et t_{rec} sont nulles. Aussi, les variables T_S et T_R deviennent égales ($T_S = T_R$). De plus, si on observe uniquement une diminution du taux de solidification (dT/dt), la variable t_p est nulle (courbe b). Si la solidification s'accompagne d'un plateau, la durée de ce plateau correspond à la variable t_p (courbe c).

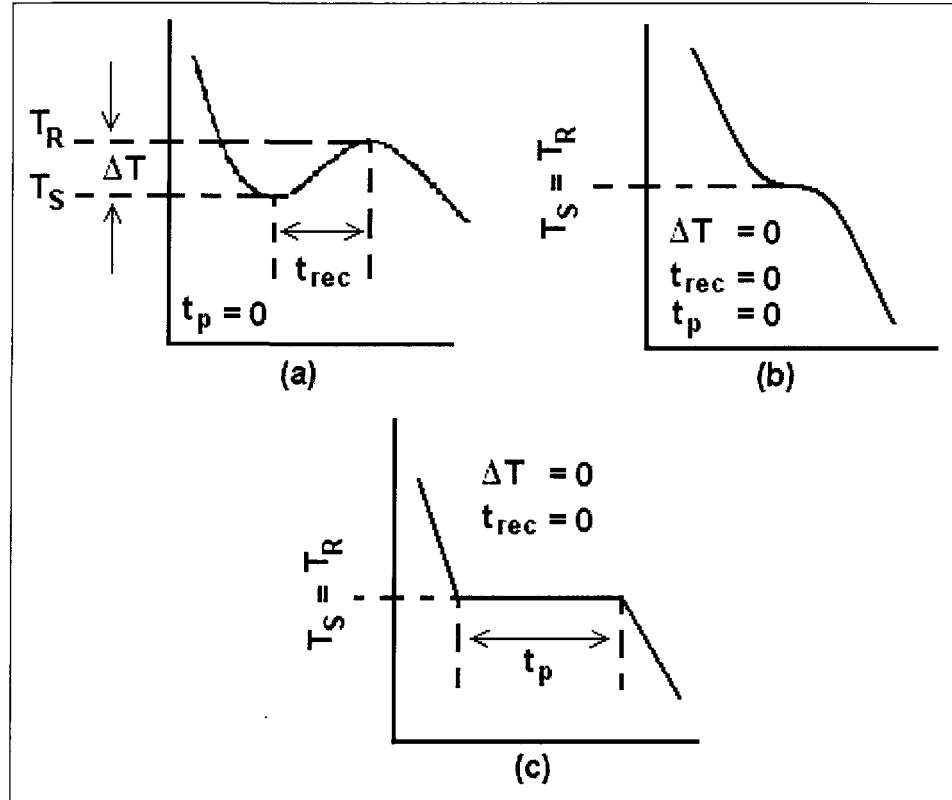


Figure 30b. Définition des différentes variables pour chaque courbe de solidification.

Voici la liste des variables qui sont utilisées dans ce chapitre :

- T_S : température de surfusion ($^{\circ}\text{C}$) ;
- T_R : température de recalescence ($^{\circ}\text{C}$) ;
- ΔT : différence entre T_R et T_S ($^{\circ}\text{C}$) ;
- t_{rec} : durée de la recalescence (s) ;
- t_p : durée du plateau (s).

4.2.1 Températures de surfusion (T_S) et de recalescence (T_R) en fonction de la concentration en titane

Lors d'une coulée à 750°C sans surchauffe, la hausse initiale de la concentration en titane entraîne une élévation des températures de surfusion et recalescence (T_S et T_R). De plus, à partir d'une concentration d'environ 0,15 %, on observe une fluctuation importante de ces températures (figures 31 et 32). Ensuite, avec une concentration d'environ 0,25 %, les températures peuvent osciller entre deux limites (minimum et maximum). Finalement, si les concentrations dépassent environ 0,40 %, il n'y a plus de fluctuation. Les températures augmentent alors peu à peu et deviennent constantes à partir d'une concentration de 0,95 % environ.

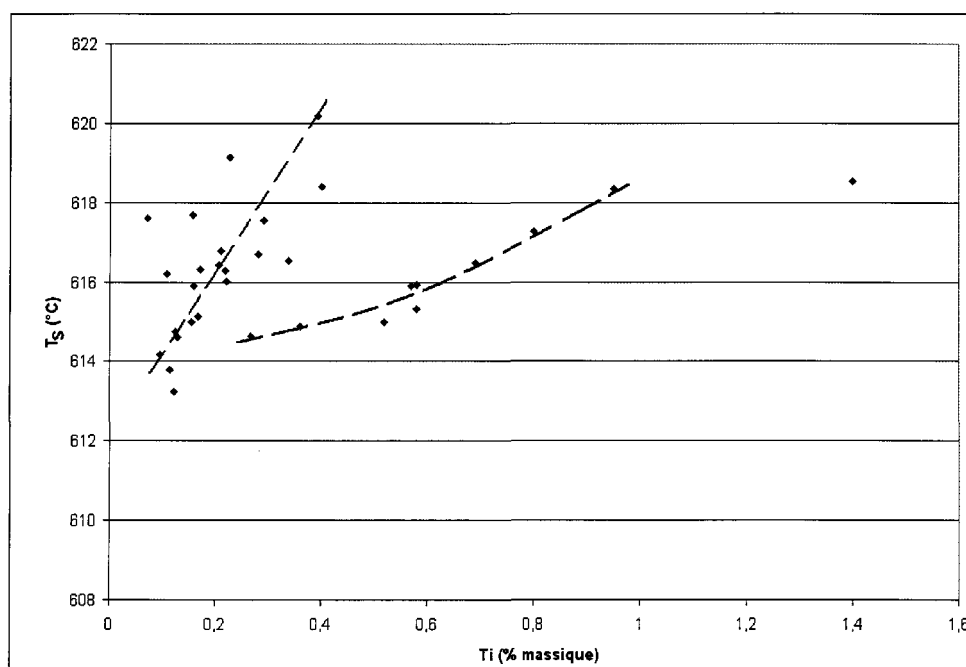


Figure 31. T_S en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.

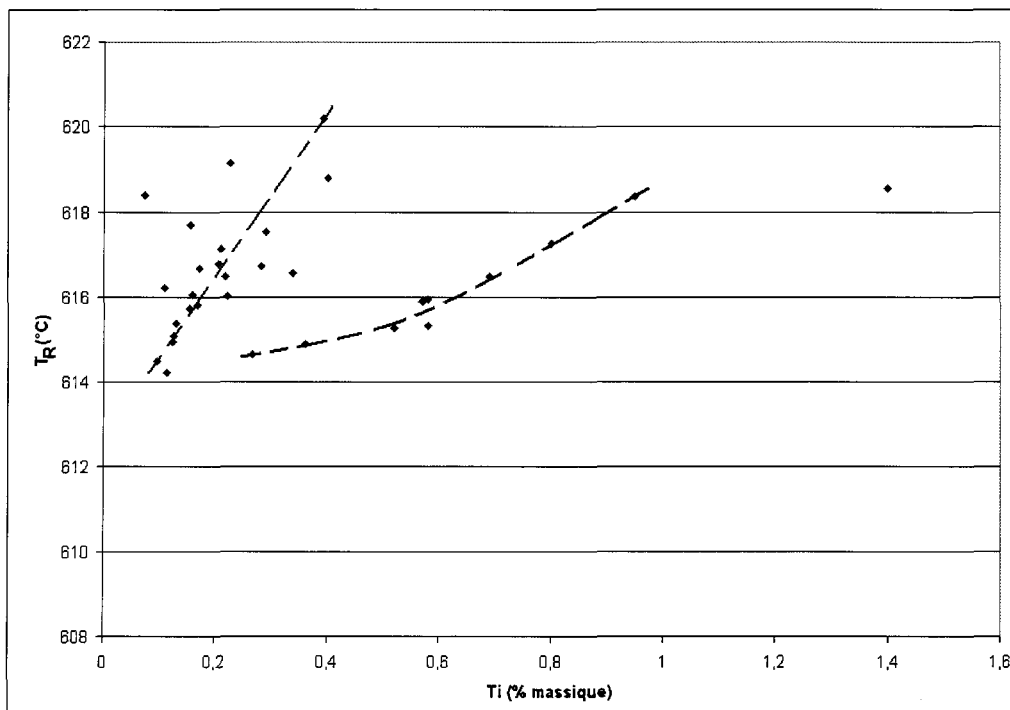


Figure 32. T_R en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.

Pour une coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C, les principales observations sont, en général, similaires (figures 33 et 34). Néanmoins, il y a quelques différences entre ces deux conditions. Tout d'abord, la fluctuation initiale des températures, lorsque la concentration est faible, semble moins importante. Deuxièmement, les températures reviennent à des valeurs plus faibles (environ 610°C) et ce, à une concentration en titane légèrement plus faible (environ 0,20 %). Aussi, les températures deviennent constantes à une concentration également un peu plus faible (environ 0,75 % comparativement à approximativement 0,95 %).

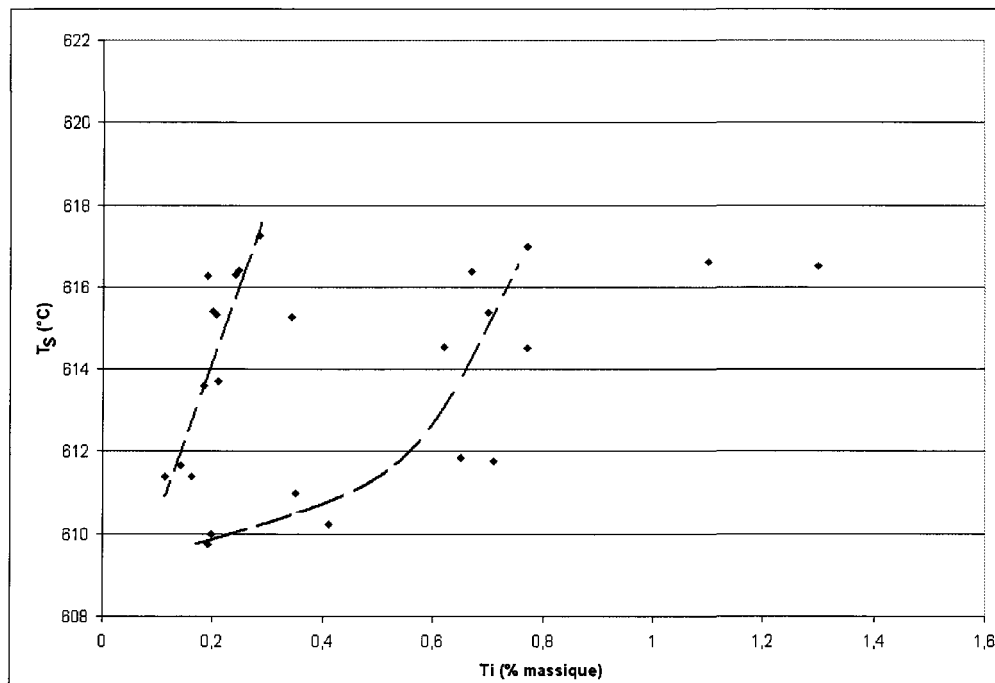


Figure 33. T_S en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.

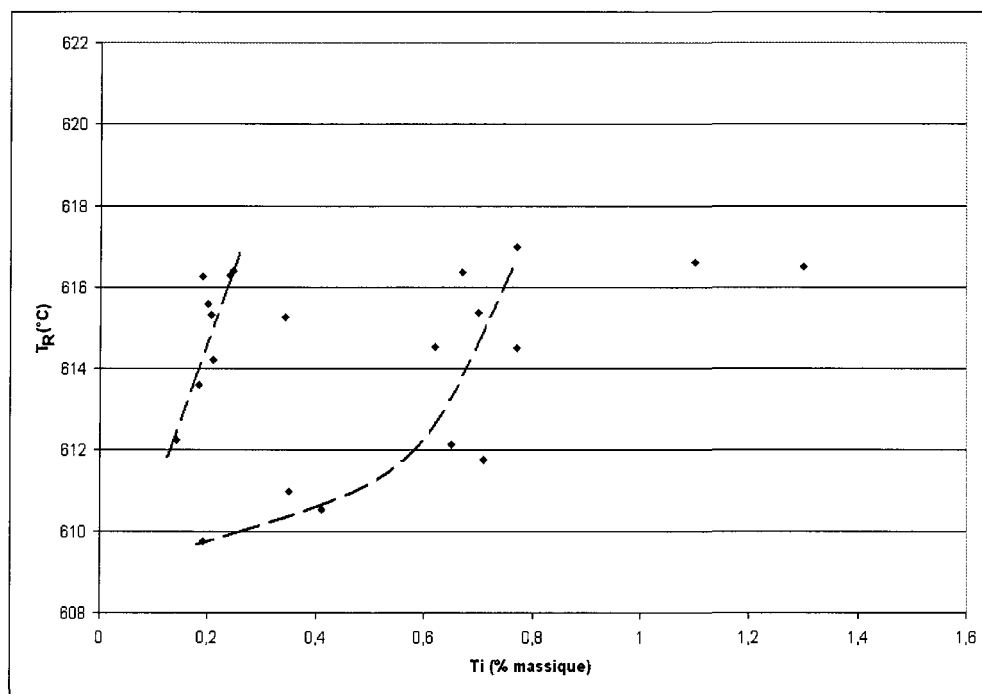


Figure 34. T_R en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.

Dans le cas d'une coulée à 950°C, les températures (T_S , T_R) augmentent rapidement initialement en fonction de la concentration en titane. Ensuite, à partir d'une certaine concentration, les températures s'accroissent plus lentement. Enfin, pour une même concentration en titane, les températures atteignent des valeurs généralement plus faibles comparativement à une coulée à 750°C avec ou sans surchauffe à 950°C (figures 35 et 36).

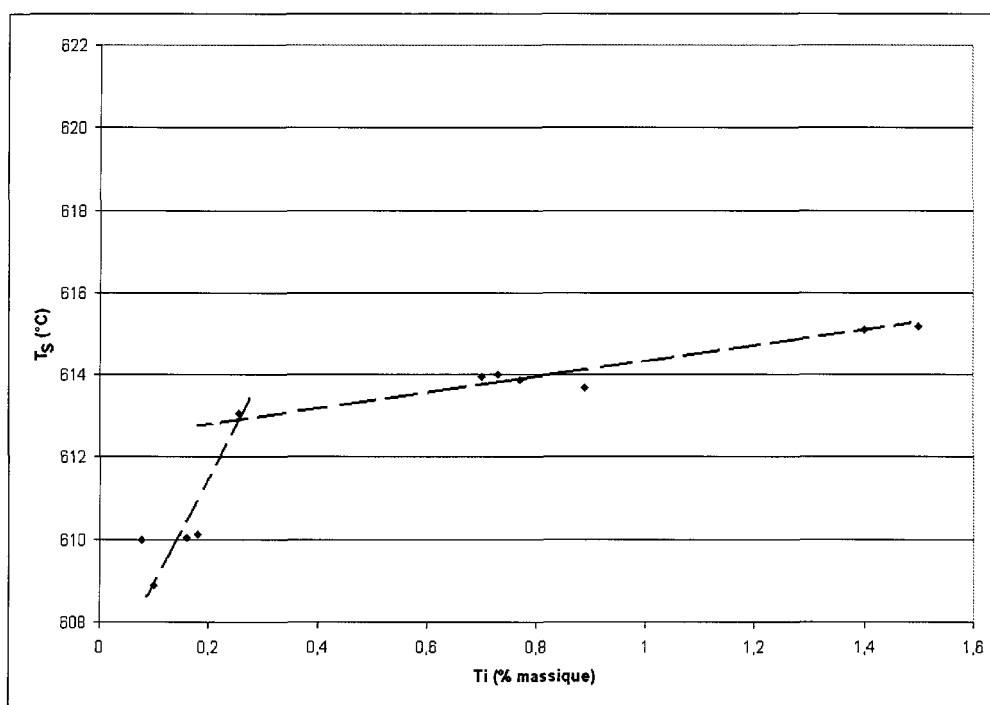


Figure 35. T_S en fonction de la concentration en titane. Coulée à 950°C.

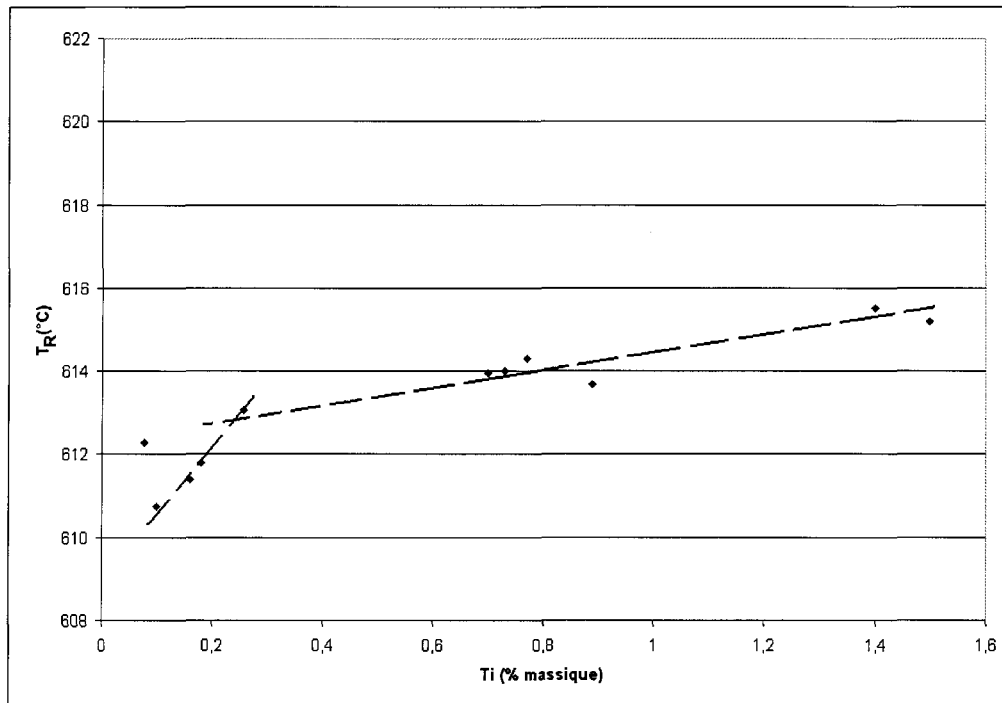


Figure 36. T_R en fonction de la concentration en titane. Coulée à 950°C.

En résumé, en général les températures (T_S et T_R) augmentent initialement en fonction de la concentration en titane lorsque celle-ci est faible, c'est-à-dire inférieure à 0,20 % approximativement (figures 37 et 38). Ensuite, les températures reviennent presque à leurs valeurs initiales. Enfin, elles augmentent peu à peu pour devenir finalement constantes. De plus, on note que, par convention : zone I = $[Ti] < 0,20\%$ environ et zone II = $[Ti] > 0,20\%$ environ.

Néanmoins, l'utilisation de ces graphiques qui regroupent toutes les conditions (figures 37 et 38, par exemple) ne peut servir qu'à visualiser quelque peu des tendances globales et générales. Les températures de surchauffe et de coulée constituent des variables indépendantes. Par conséquent, les observations obtenues avec ces graphiques sont toujours très approximatives.

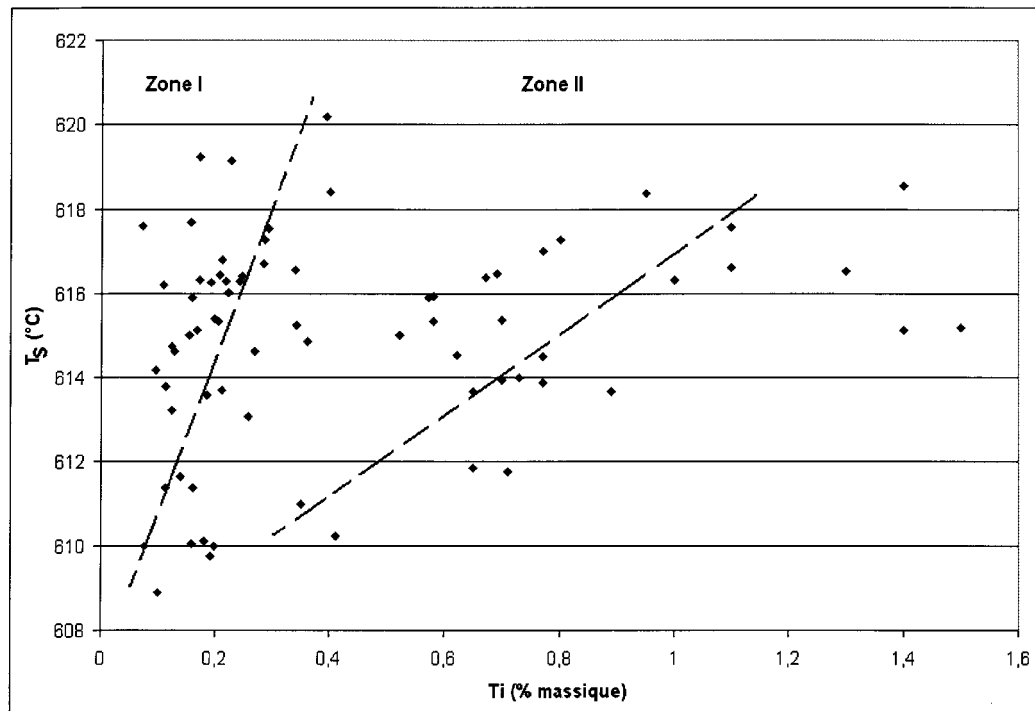


Figure 37. T_S en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.

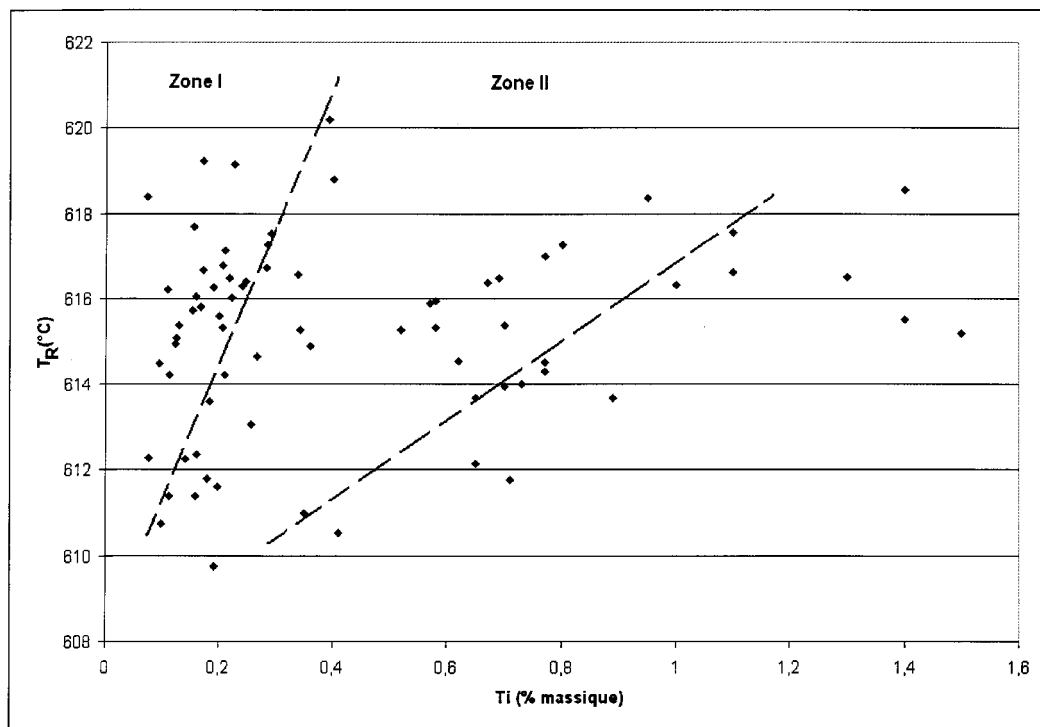


Figure 38. T_R en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.

4.2.2 ΔT en fonction de la concentration en titane

En général, ΔT diminue avec l'augmentation initiale de la composition en titane dans le métal. Lorsque la concentration en titane dépasse une certaine valeur (environ 0,20 %), ΔT devient nul (figures 39 à 42 inclusivement). Toutefois, on observe parfois que ΔT n'est pas nul et ce, même si la concentration en titane est élevée (supérieure à 0,20 % environ). Il est néanmoins très faible ($\approx 0,25-0,5^\circ\text{C}$). Aussi, ΔT peut être nul à une concentration en titane inférieure à 0,20 % environ.

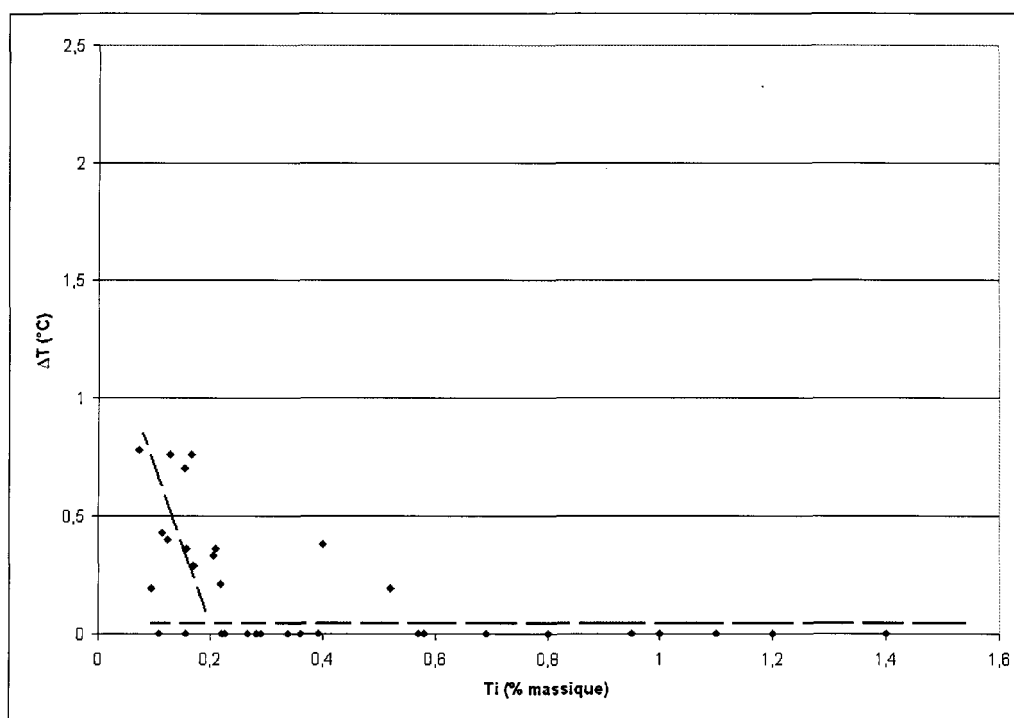


Figure 39. ΔT en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.

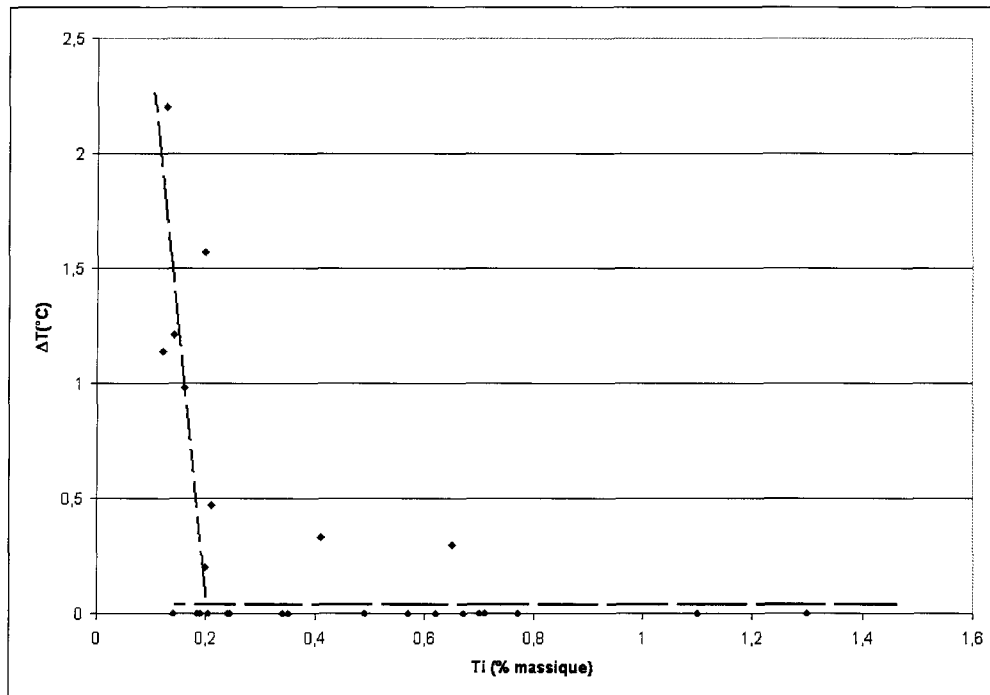


Figure 40. ΔT en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C .

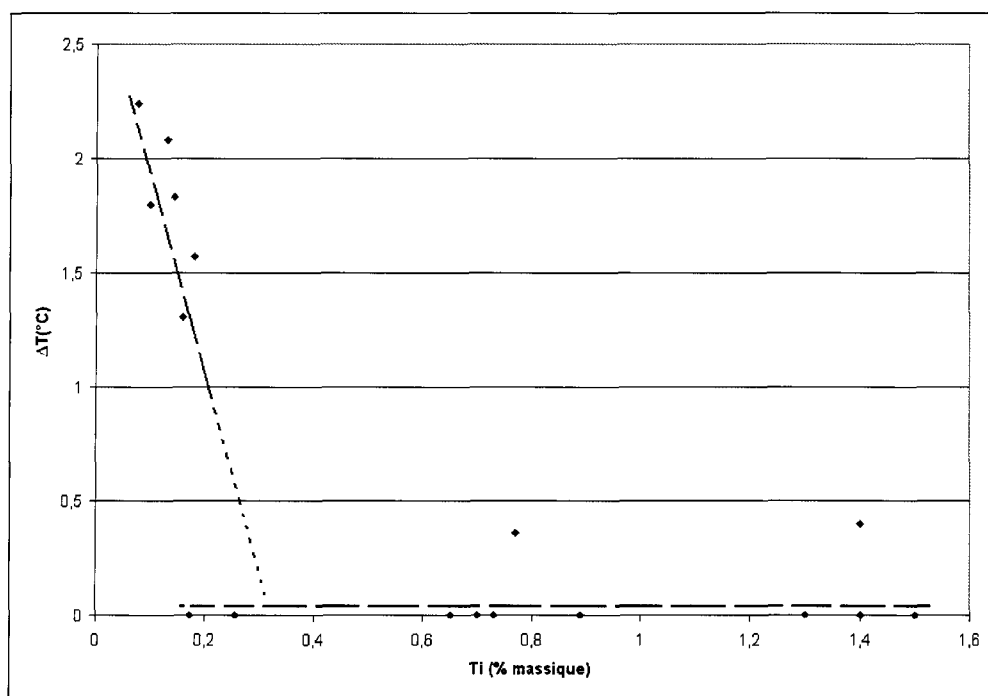


Figure 41. ΔT en fonction de la concentration en titane. Coulée à 950°C .

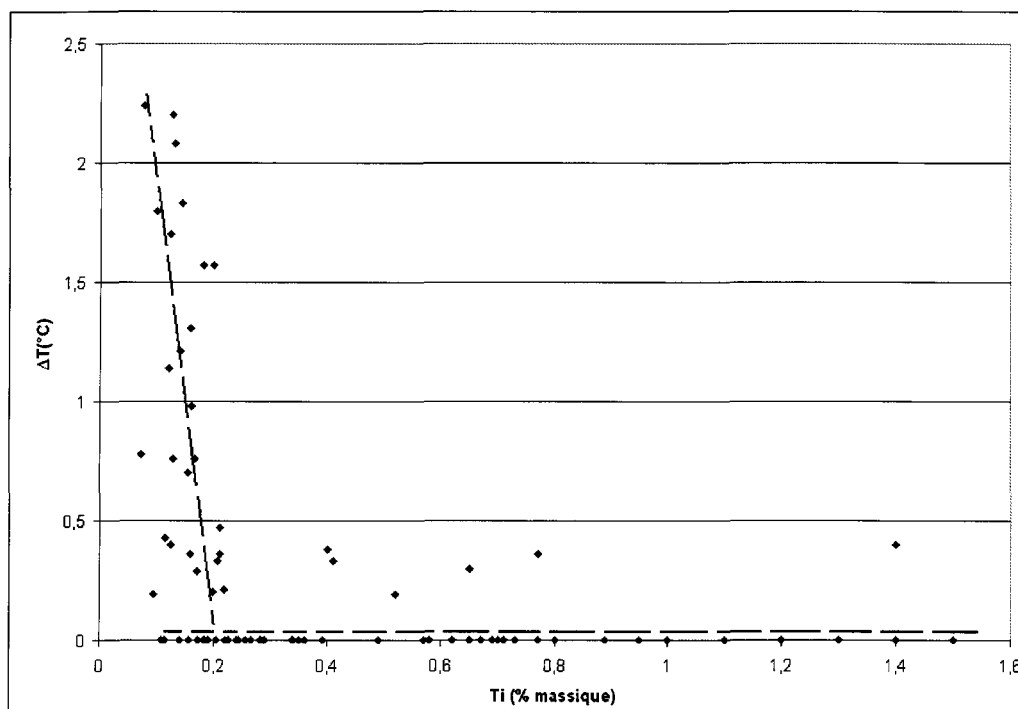


Figure 42. ΔT en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.

4.2.3 t_{rec} en fonction de la concentration en titane

Les différentes variations de t_{rec} en fonction de la concentration en titane (figures 43 à 46) correspondent aux différentes courbes qui sont observées au tout début de la solidification de l'aluminium (figures 28 à 30a) et ce, tel que défini précédemment (figure 30b).

Lors d'une coulée à 750°C sans surchauffe, le nombre de données expérimentales est insuffisant afin d'analyser correctement la variation de t_{rec} (figure 43). Pour une coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C, il n'y a pas de variation particulière pour t_{rec} , apparemment (figure 44).

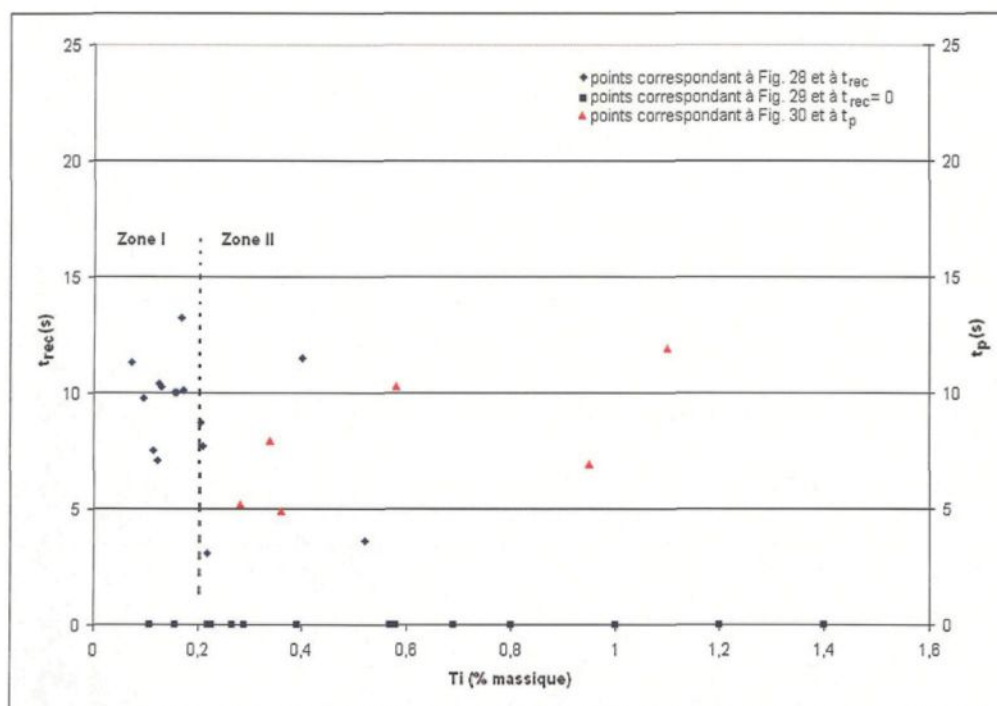


Figure 43. t_{rec} en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.

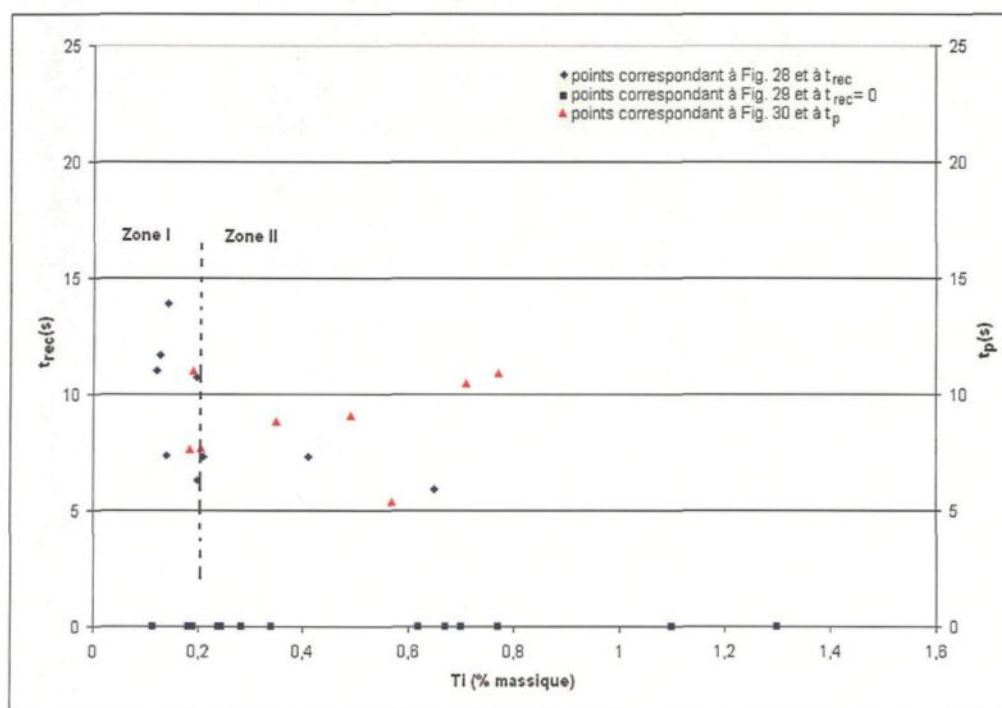


Figure 44. t_{rec} en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.

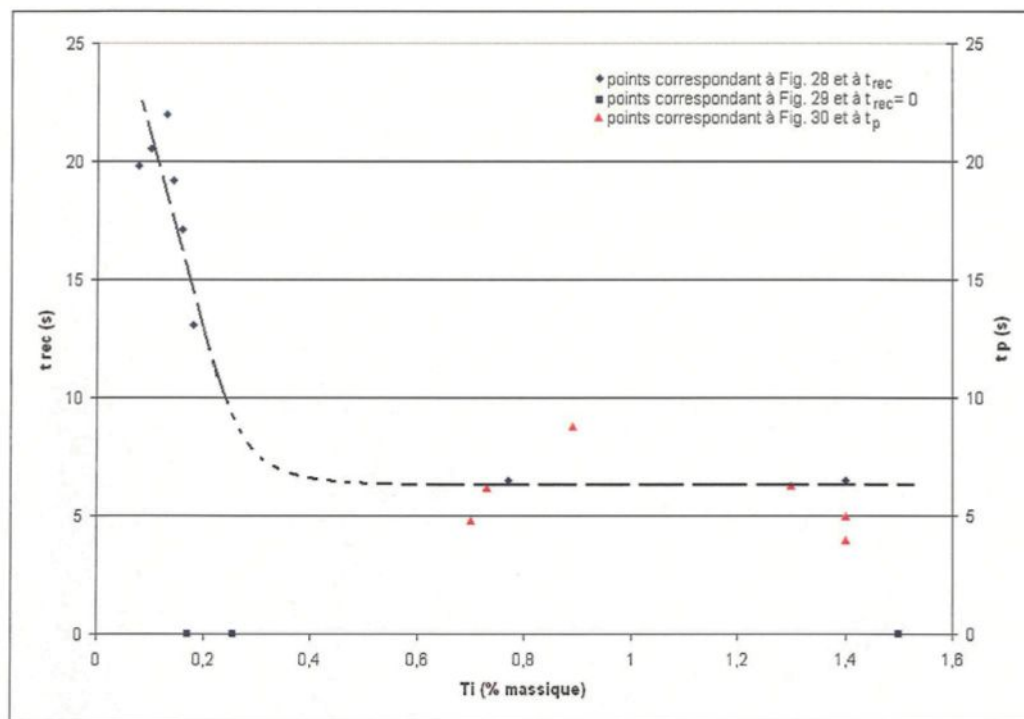


Figure 45. t_{rec} en fonction de la concentration en titane. Coulée à 950°C.

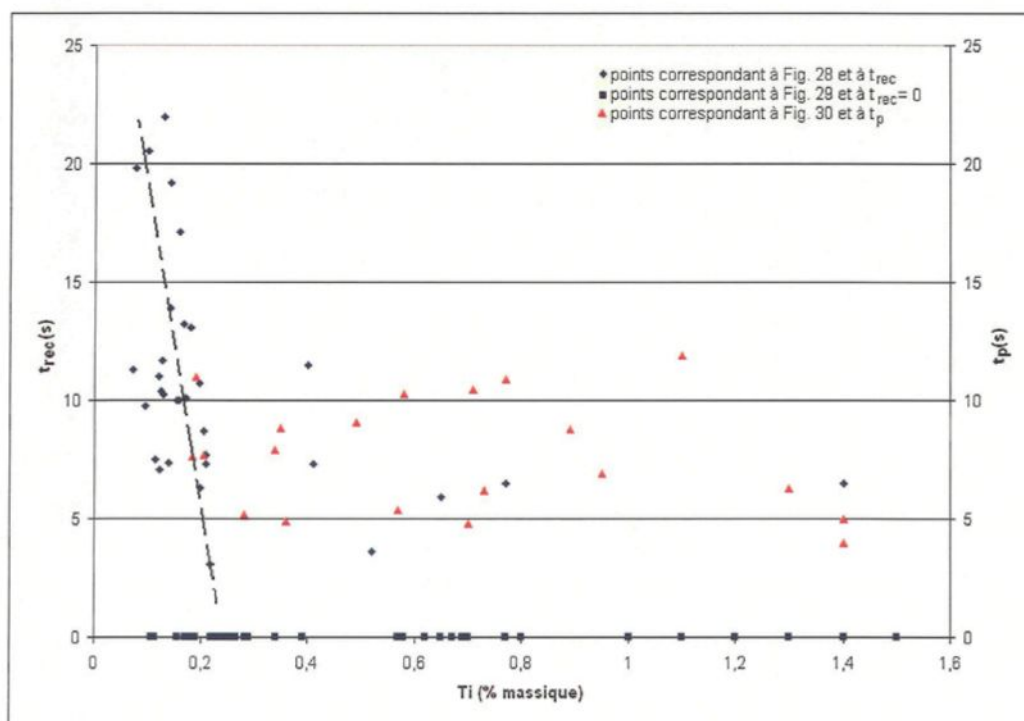


Figure 46. t_{rec} en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.

Pour une coulée à 950°C, t_{rec} diminue en fonction de la concentration en titane (figure 45, page précédente). Aussi, le graphique qui regroupe toutes les conditions résume globalement mais approximativement les différentes variations de ce paramètre (figure 46, page précédente). Enfin, la variable t_p est approximativement constante et ce, quelque soit les conditions expérimentales.

4.3 ANALYSE ET DESCRIPTION DE LA MACROSTRUCTURE

Lorsque la concentration en titane est faible, la taille des grains est élevée. Ensuite, si la concentration augmente, la taille des grains diminue. Finalement, lorsque la concentration atteint environ 0,20 %, la taille des grains devient minimale (figures 47 à 50).

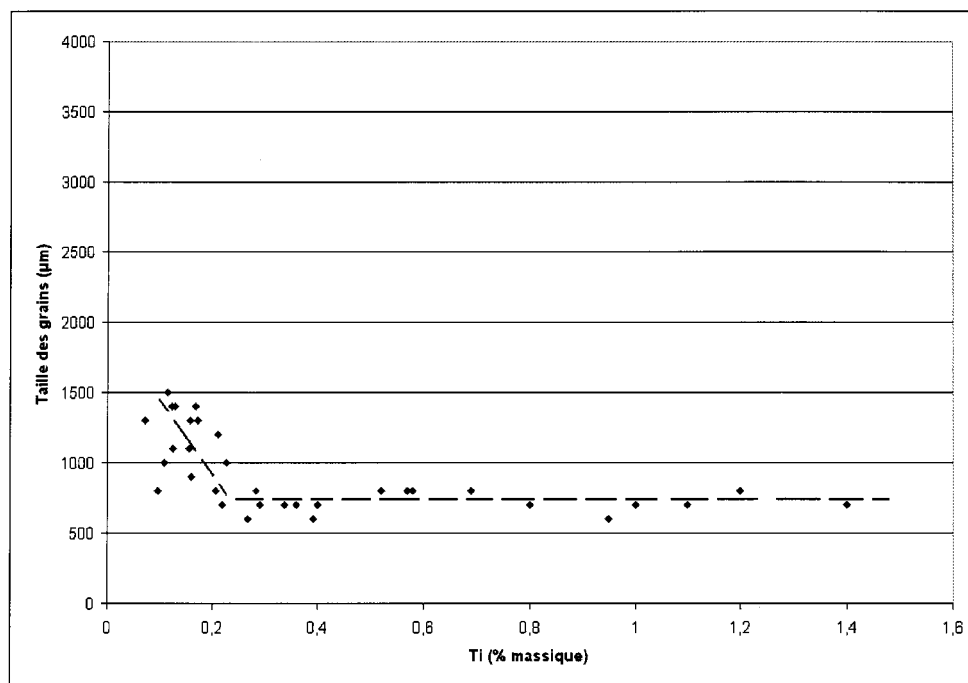


Figure 47. Taille des grains en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.

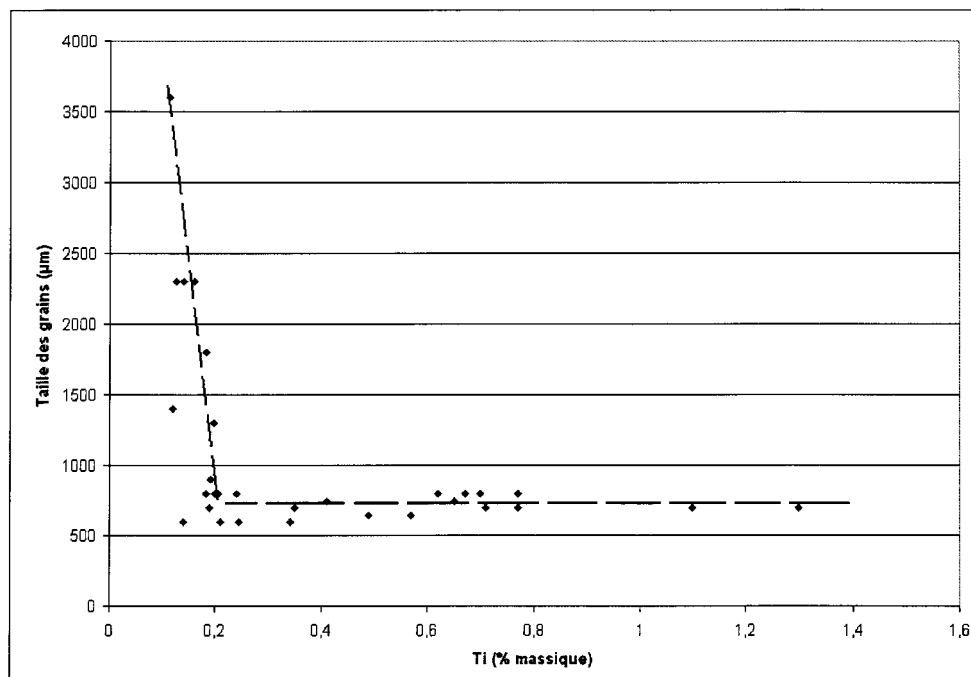


Figure 48. Taille des grains en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.

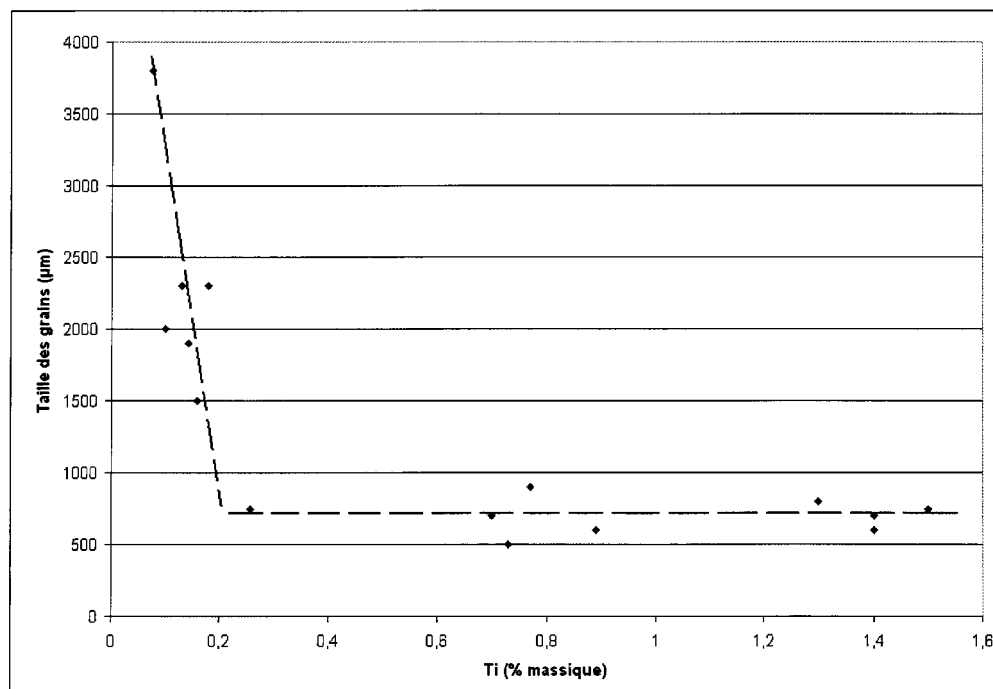


Figure 49. Taille des grains en fonction de la concentration en titane. Coulée à 950°C.

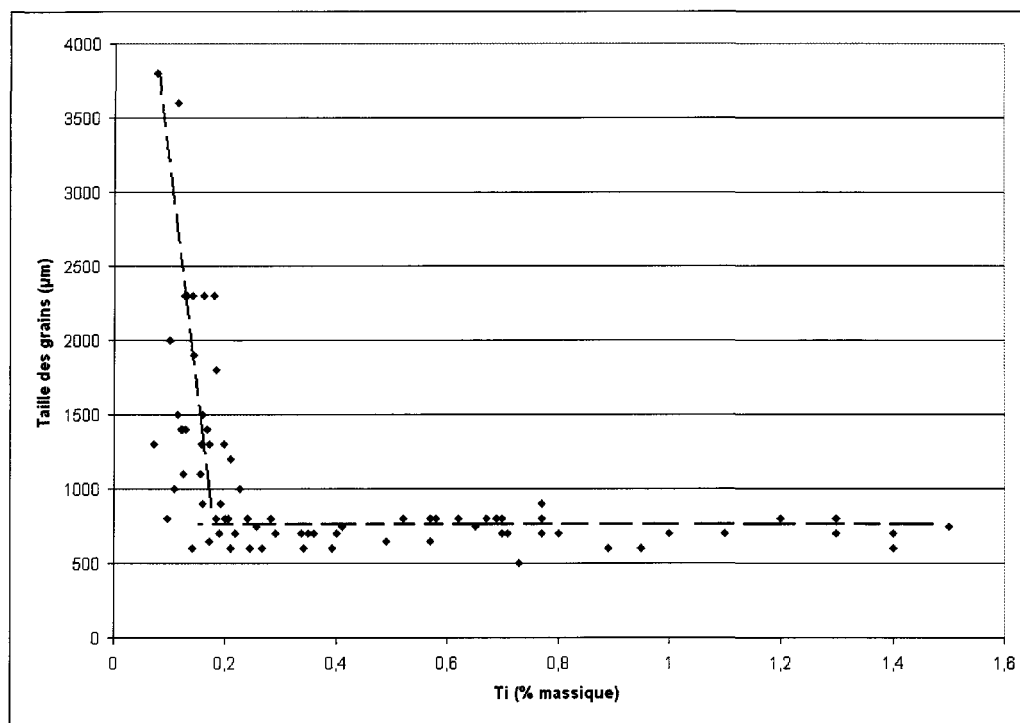


Figure 50. Taille des grains en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.

4.3.1 Effet de la surchauffe sur la taille des grains

Les grains sont plus petits lors d'une coulée à 750°C sans surchauffe (figures 51 et 52). L'effet de la surchauffe sur la taille des grains s'observe tant que la composition en titane est faible (comparer les figures 51 et 52 avec la figure 53).

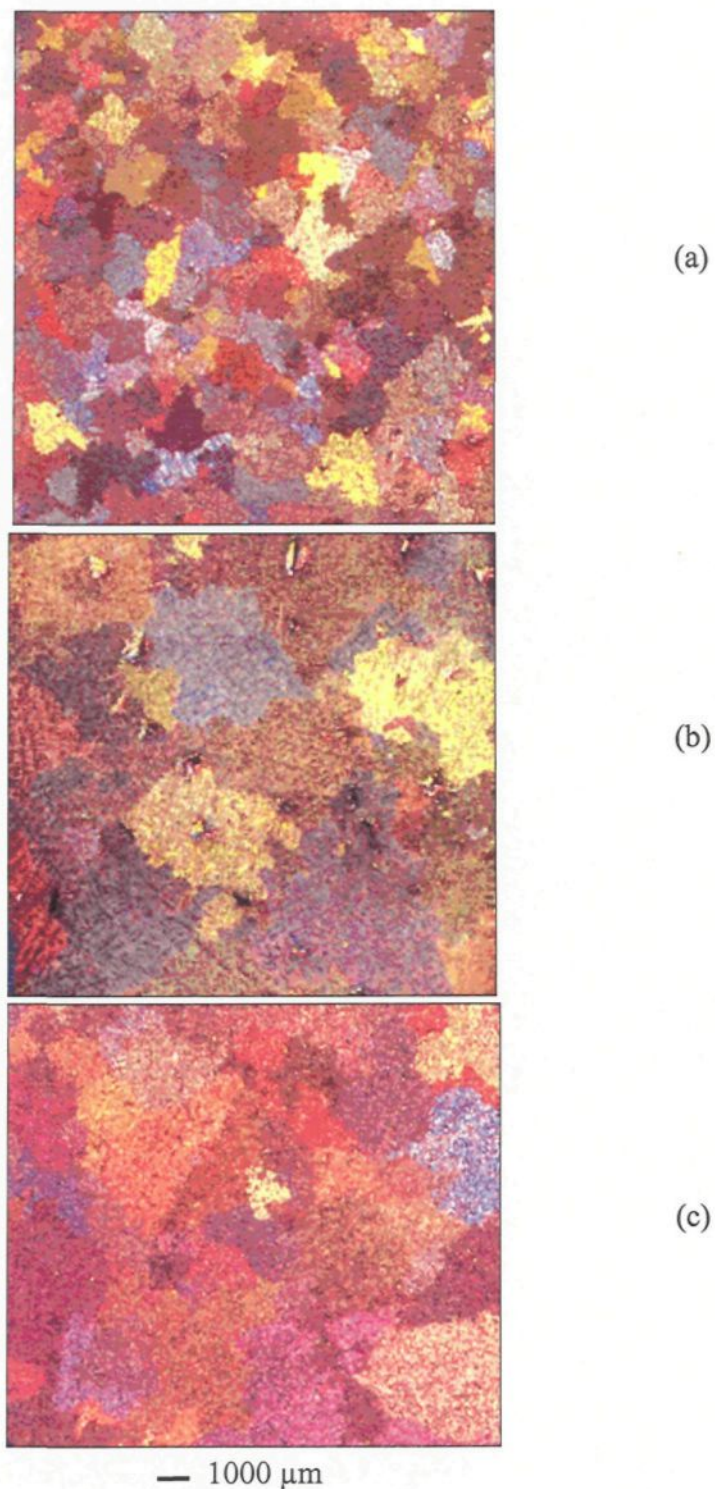


Figure 51. Macrostructures à une concentration d'environ 0,10% Ti.

a) Échantillon 49, coulé à 750°C sans surchauffe, taille des grains de 1300 μm ;

b) Échantillon 16, coulé à 950°C, taille des grains de 3800 μm ;

c) Échantillon 66, coulé à 750°C avec surchauffe à 950°C, taille des grains de 3600 μm .

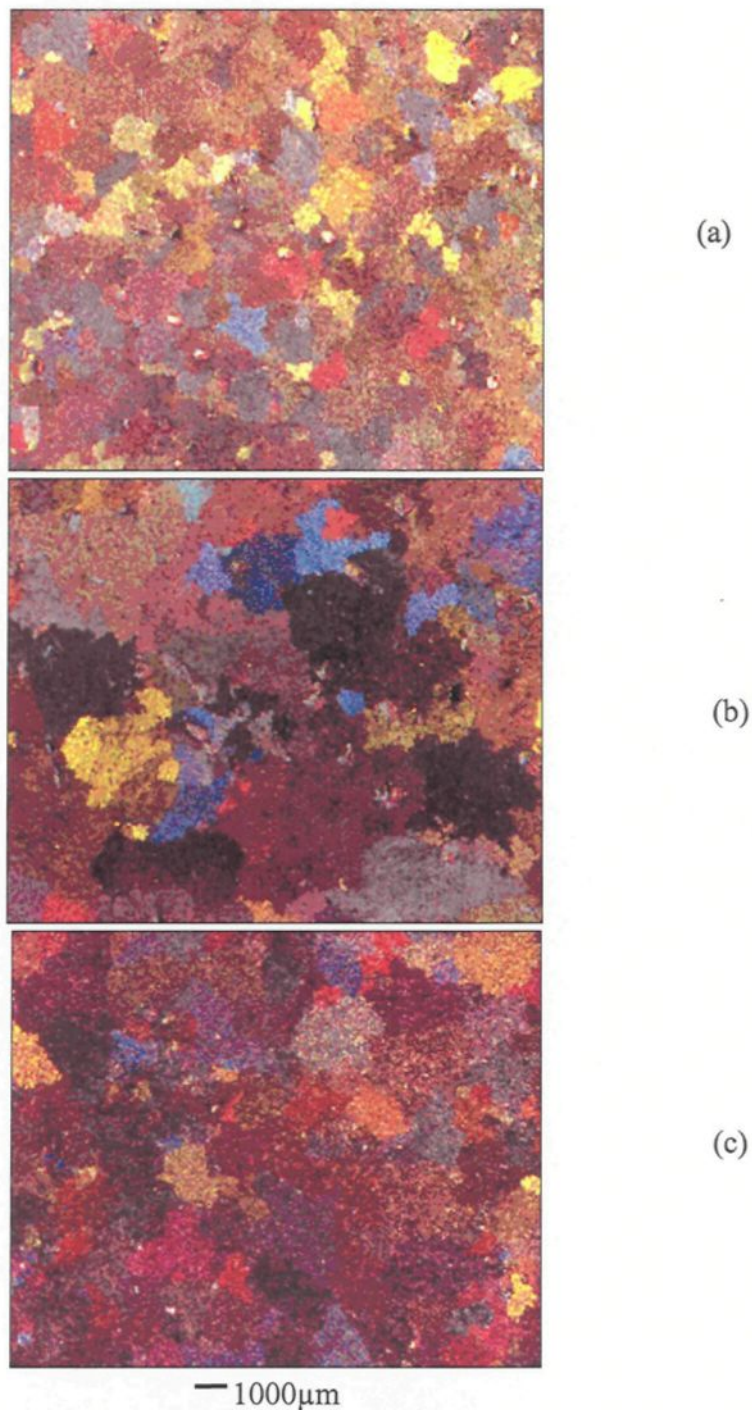


Figure 52. Macrostructures à une concentration d'environ 0,15 % Ti.

- a) Échantillon 53, coulé à 750°C sans surchauffe, taille des grains de 1100 μm ;
- b) Échantillon 18, coulé à 950°C, taille des grains de 2300 μm ;
- c) Échantillon 68, coulé à 750°C avec surchauffe à 950°C, taille des grains de 2300 μm.

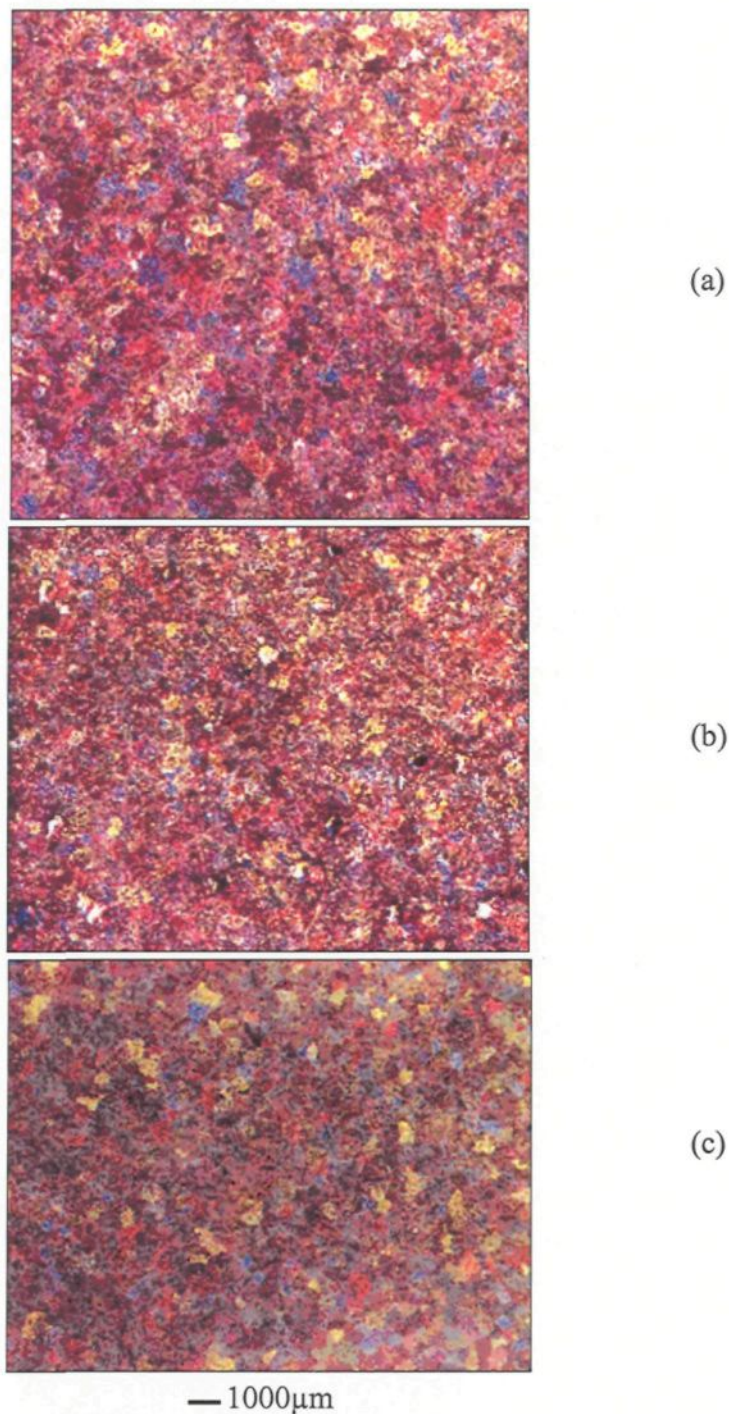


Figure 53. Macrostructures à une concentration d'environ 0,25 %Ti.

- a) Échantillon 52, coulé à 750°C sans surchauffe, taille des grains de 700 μm ;
- b) Échantillon 22, coulé à 950°C, taille des grains de 750 μm ;
- c) Échantillon 37, coulé à 750°C avec surchauffe à 950°C, taille des grains de 600 μm.

4.3.2 Étude de l'affinage des grains par analyse thermique

4.3.2.1 Taille des grains en fonction de ΔT

Pour une coulée à 750°C sans surchauffe, la taille des grains est maximale si ΔT est maximal. Lorsque ΔT est très faible ($< 0,25^\circ\text{C}$) mais pas nul, la taille des grains est minimale (aussi, voir sections 4.2.2). Par contre, pour certaines valeurs de ΔT , la taille des grains peut être minimale ou maximale (figure 54). Dans le cas d'une coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C, les grains sont grands lorsque ΔT est élevé et ils sont petits lorsque ΔT est peu élevé. Aussi, si ΔT est élevé, la fluctuation de la taille des grains peut parfois être importante (figure 55). Avec une coulée à 950°C, la fluctuation de la taille des grains en fonction de ΔT est similaire, en général, à celle d'une coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C (figure 56). Finalement, lorsque ΔT est nul, la taille des grains peut être maximale ou minimale et ce, indépendamment des conditions expérimentales.

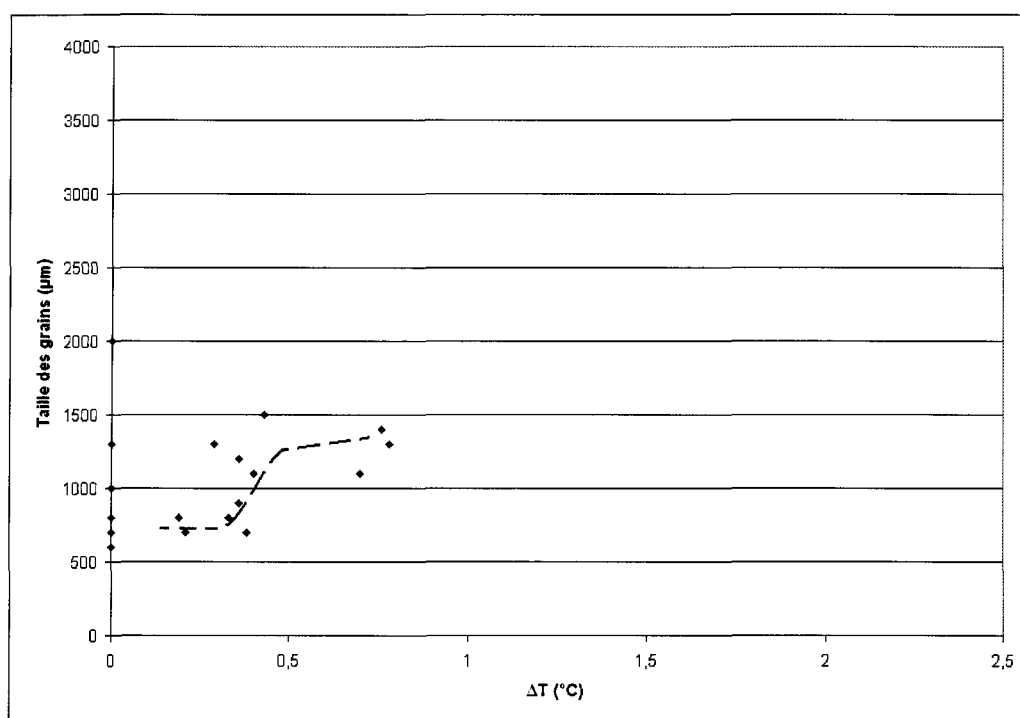


Figure 54. Taille des grains en fonction de ΔT . Coulée à 750°C sans surchauffe.

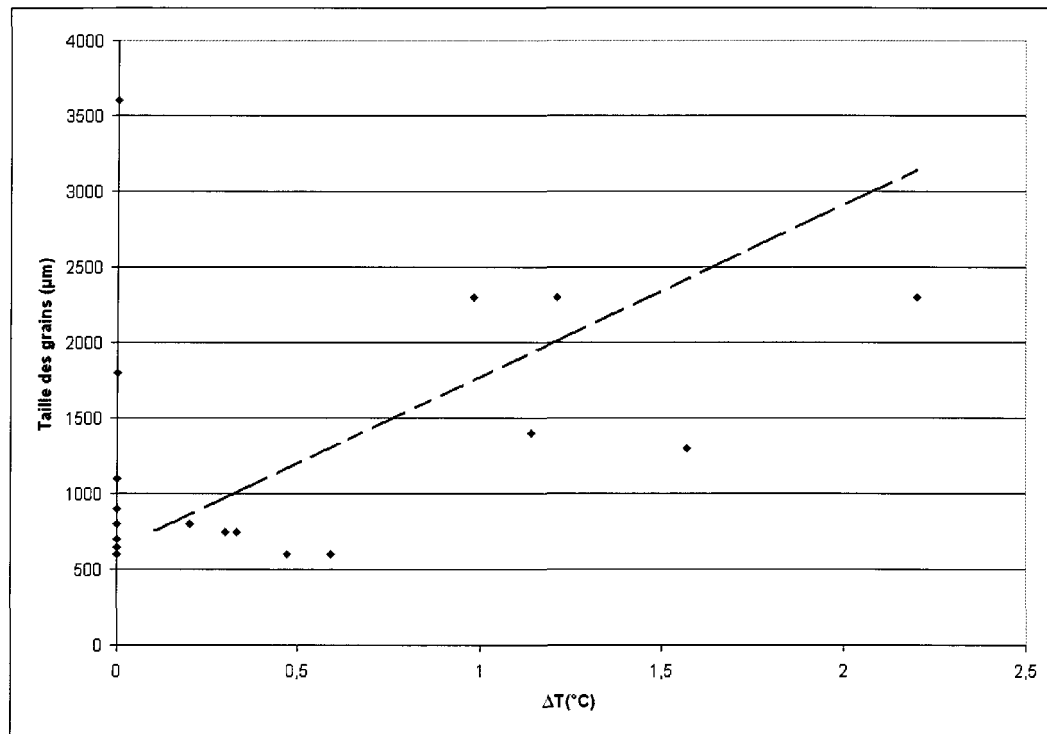


Figure 55. Taille des grains en fonction de ΔT . Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.

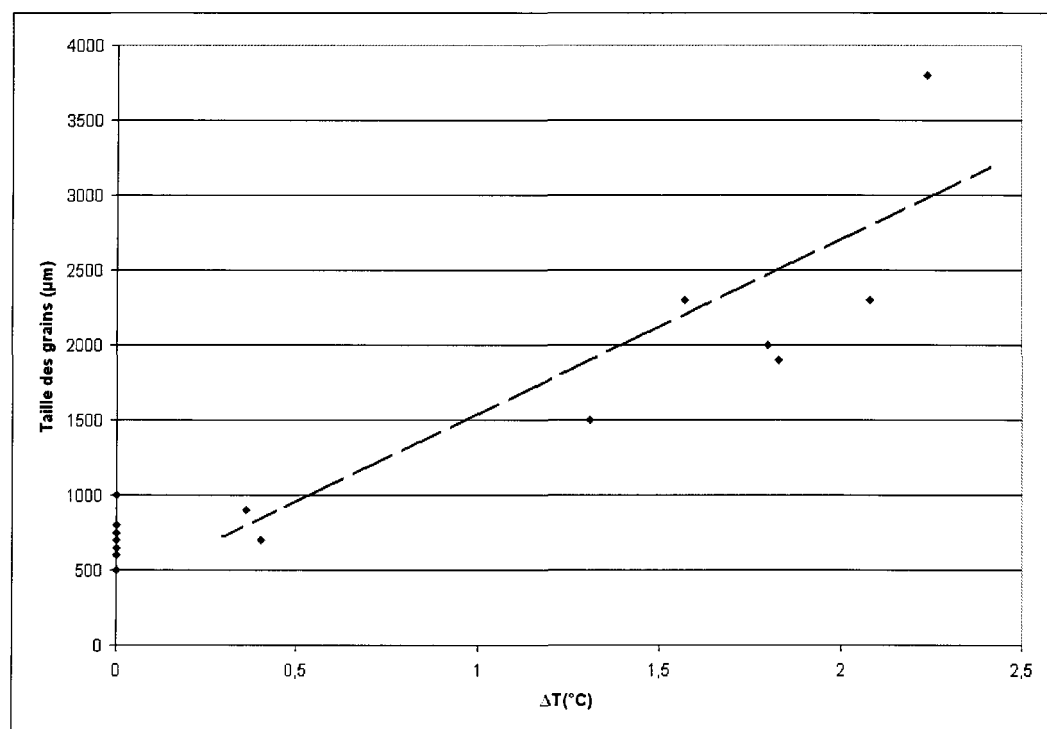


Figure 56. Taille des grains en fonction de ΔT . Coulée à 950°C.

4.3.2.2 Taille des grains en fonction de t_{rec}

Lors d'une coulée à 750°C sans surchauffe, la taille des grains est maximale si t_{rec} est maximal. Ensuite, la taille des grains peut être minimale ou maximale si ce paramètre est assez élevé. Aussi, si t_{rec} est faible (approximativement 5 s) mais non nul, la taille des grains est minimale (figure 57). Pour une coulée à 950°C ou à 750°C avec surchauffe à 950°C, les grains sont grands si t_{rec} est élevé et petits si ce paramètre est faible mais non nul (figures 58 et 59). Aussi, lorsque t_{rec} est nul (et le paramètre $t_p = 0$, symbole ■, voir figures 29 et 30b), les grains peuvent être grands ou petits, quelque soit les conditions expérimentales. Enfin, lorsque le paramètre t_p est non nul (symbole ▲, voir section 4.2.3), la taille des grains est toujours minimale, peu importe les conditions expérimentales.

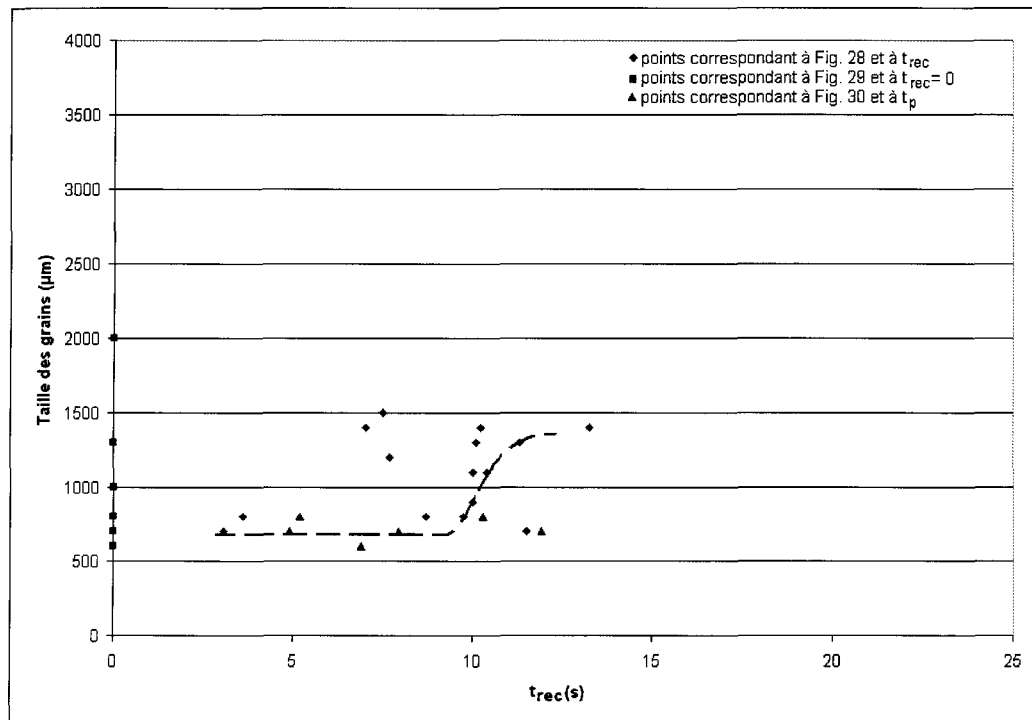


Figure 57. Taille des grains en fonction de t_{rec} . Coulée à 750°C sans surchauffe.

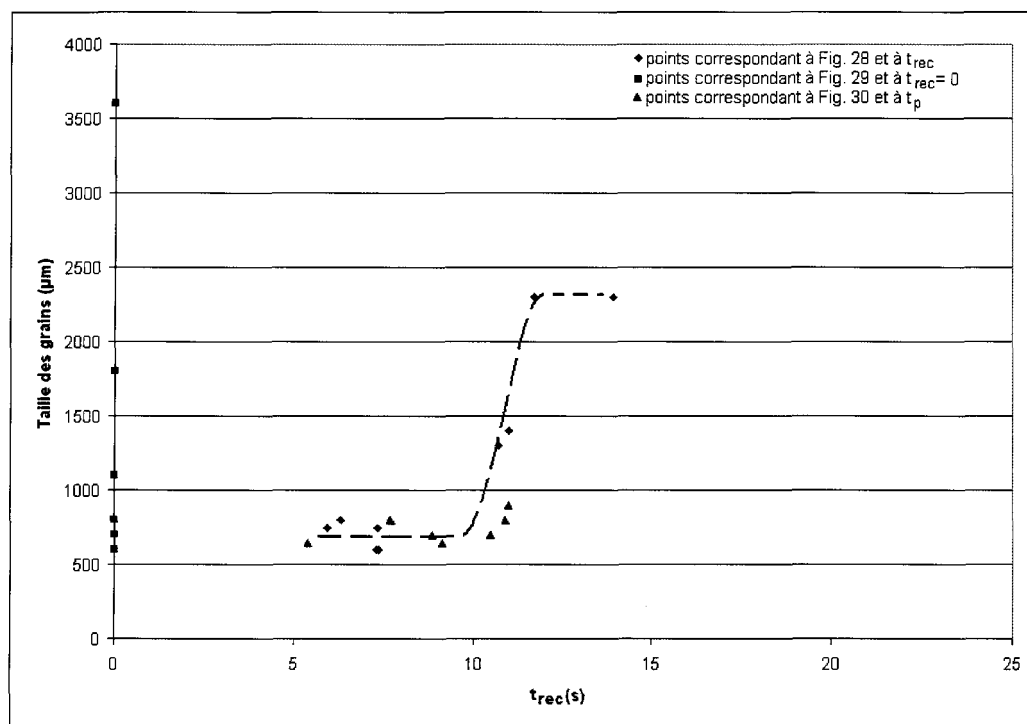


Figure 58. Taille des grains en fonction de t_{rec} . Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.

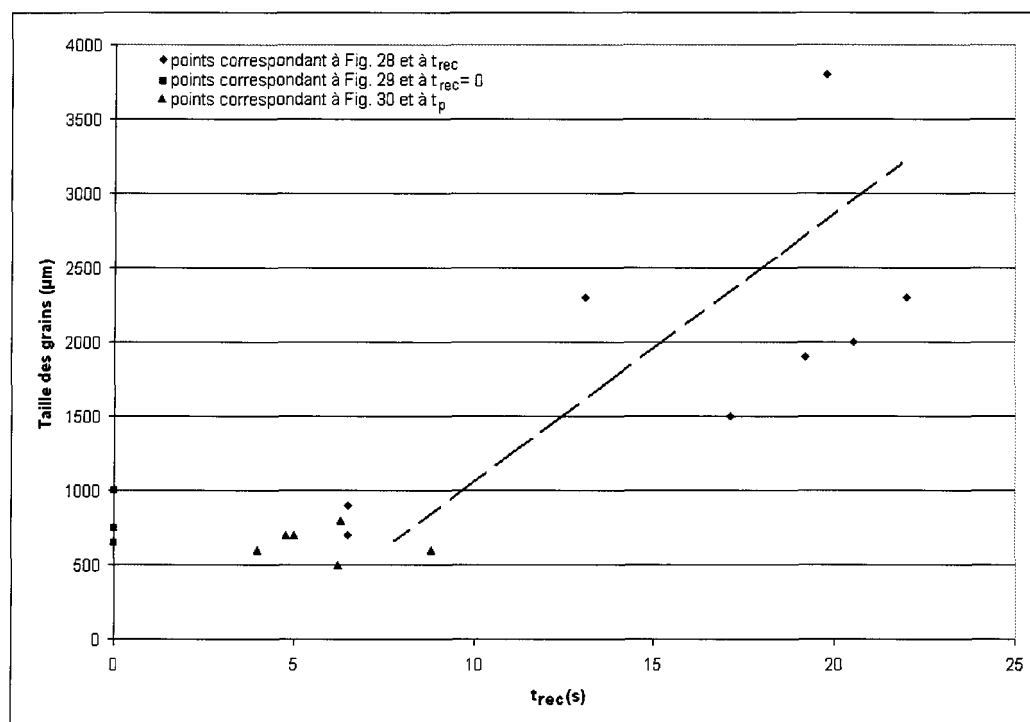


Figure 59. Taille des grains en fonction de t_{rec} . Coulée à 950°C.

4.3.3 Analyse et description de la macrostructure à une concentration élevée en titane

Lorsque la concentration est faible, les grains peuvent devenir très grands. Si la concentration en titane est élevée, la taille des grains devient minimale et il y a peu de différence au niveau de la macrostructure (figure 60).

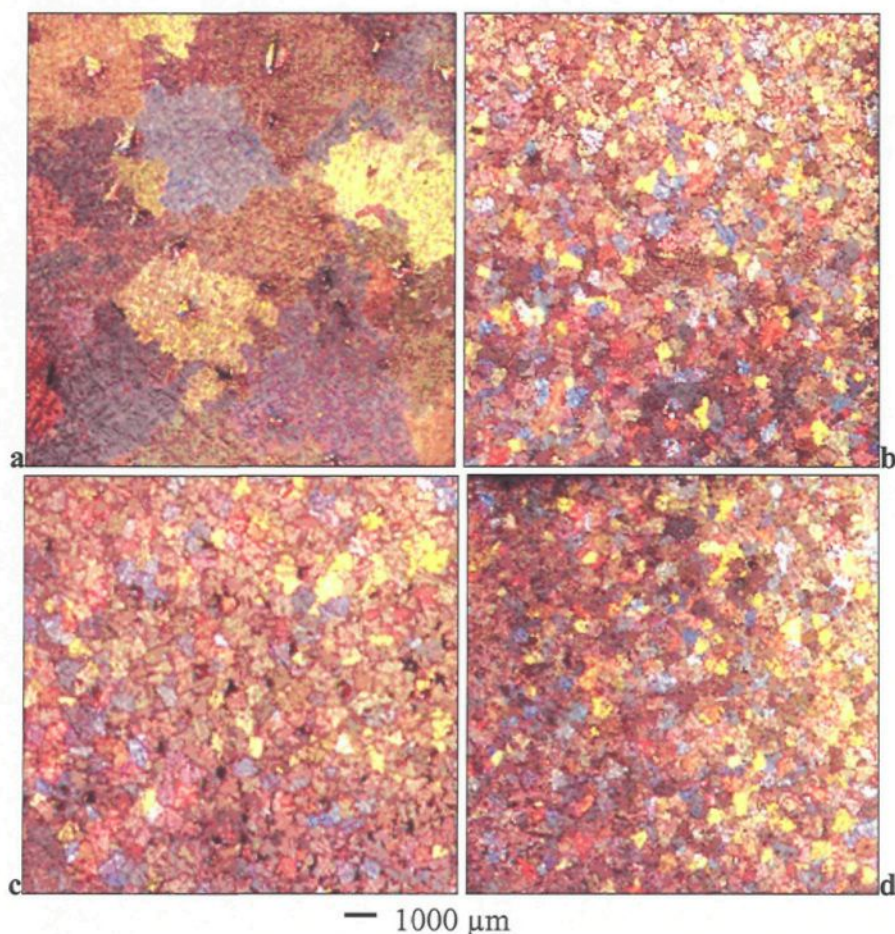


Figure 60. Macrostructures à une concentration élevée en titane.

- a) Échantillon 16, coulé à 950°C, 0,08 %Ti, 3800 μm ;
- b) Échantillon 46, coulé à 750°C sans surchauffe, 1,0%Ti, 600 μm ;
- c) Échantillon 47, coulé à 950°C, 1,6 %Ti, 700 μm ;
- d) Échantillon 48, coulé à 750°C avec surchauffe à 950°C, 2,5%Ti, 700 μm.

Ainsi, lorsque la concentration en titane est élevée, la taille des grains varie alors peu selon les différentes conditions expérimentales (température de surchauffe, température de coulée, fluctuation de la concentration en titane, etc.). Aussi, il est à noter que même s'il n'y a plus d'effet sur la macrostructure (taille des grains), une concentration de plus en plus élevée en titane peut néanmoins avoir des effets sur la microstructure (présence d'intermétalliques, etc.) et, donc, sur les propriétés mécaniques. Ceci est également valable pour les autres paramètres : température de surchauffe et de coulée, etc.

4.4 ANALYSE ET DESCRIPTION DE LA MICROSTRUCTURE

La microstructure d'un alliage Al-7% Si est constituée de deux phases: la matrice d'aluminium (α -Al) et l'eutectique Al-Si (figure 61). En présence de titane, une troisième phase apparaît : les plaquettes de Ti(Al,Si)_3 (figure 62).

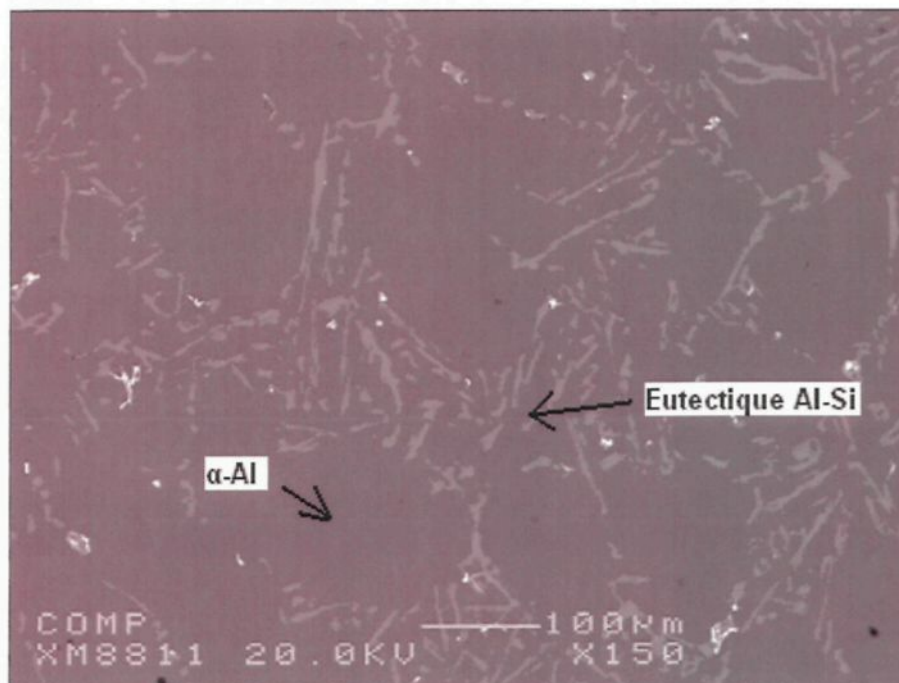


Figure 61. Microstructure initiale. Échantillon #1 (0,125 % de Ti).

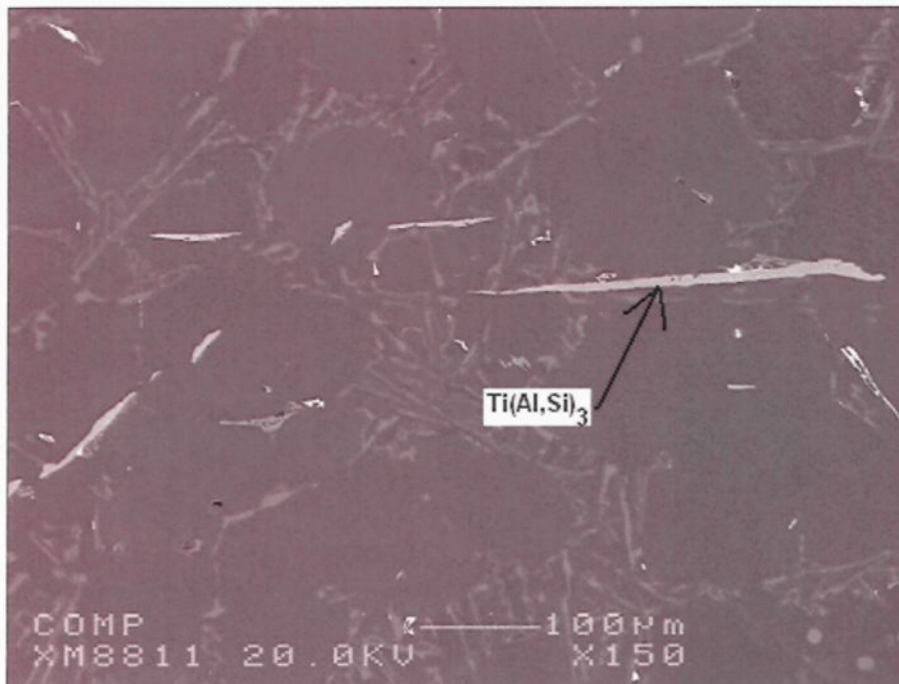


Figure 62. Microstructure avec plaquettes de Ti(Al,Si)_3 . Échantillon # 7 (0,291 % de Ti).

En effet, une analyse par rayons-X à dispersion ou « EDX » et la cartographie montrent la présence de silicium dans les plaquettes de TiAl_3 (figures 63 à 65).

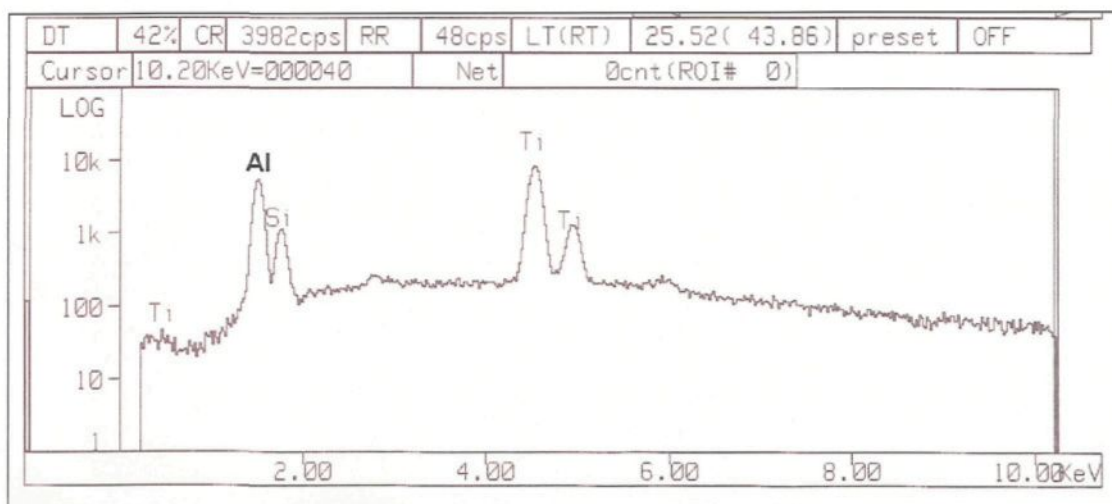


Figure 63. Analyse par rayons-X à dispersion ou « EDX » d'une plaquette de TiAl_3 dans l'alliage 356.

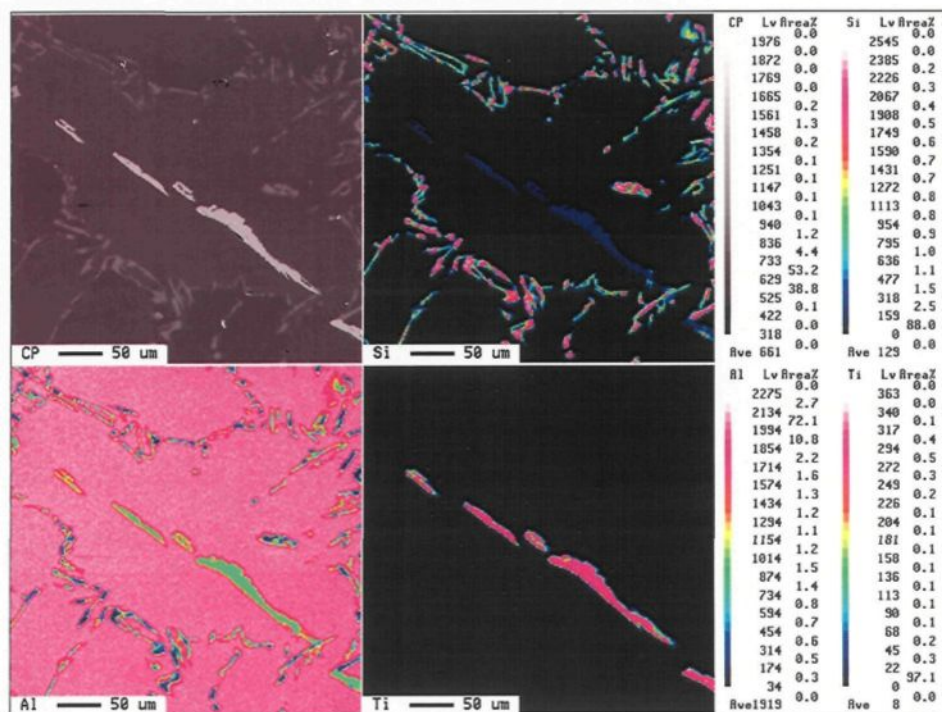


Figure 64. Cartographie des éléments Al, Si et Ti. Échantillon # 7 (0,291 % de Ti).

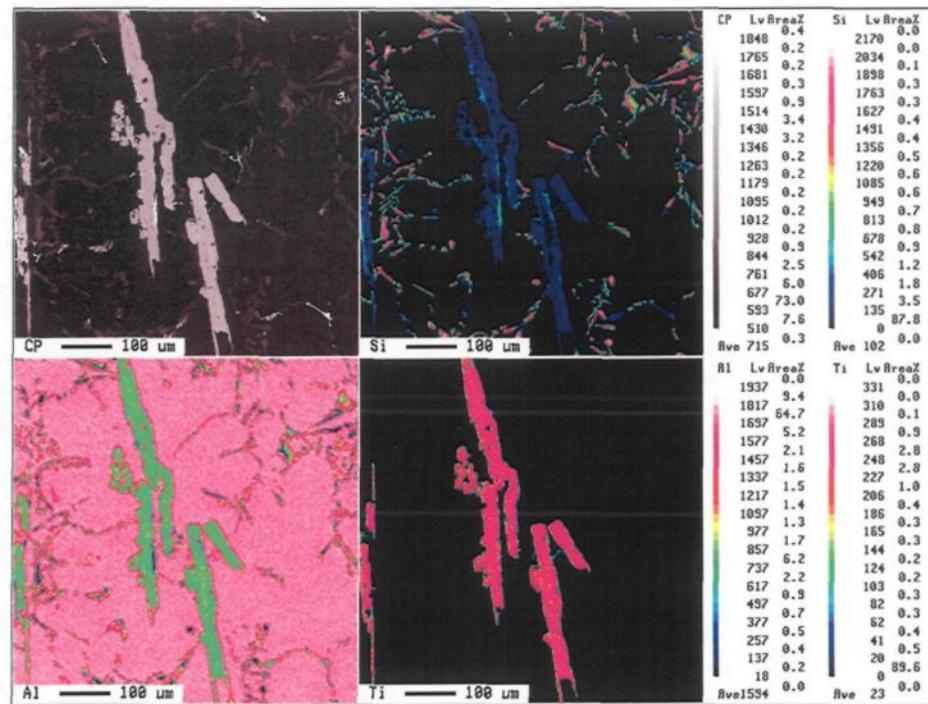


Figure 65. Cartographie des éléments Al, Si et Ti. Échantillon # 13 (1,00 % de Ti).

De plus, une analyse par spectroscopie à dispersion de longueur d'onde ou « WDS » permet de déterminer la composition exacte (tableau 3) : environ 55 % d'aluminium, 35 % de titane et 10 % de silicium (proportion massique). Aussi, la concentration en titane (0,10-1,0 %) n'a pas d'effet sur la composition chimique de ces plaquettes dans l'alliage.

Tableau 3. Analyse par spectroscopie à dispersion de longueur d'onde ou « WDS » des plaquettes de TiAl_3 pour différents échantillons.

Échantillon	Proportion massique (%)	Proportion atomique (%)	Nombre de lectures	Formule chimique suggérée
3	Al : 53,48 Ti : 35,48 Si : 10,74	Al : 62,61 Ti : 23,51 Si : 12,17	2	Ti(Al,Si)_3
7	Al : 53,63 Ti : 35,67 Si : 10,71	Al : 62,92 Ti : 23,52 Si : 12,07	17	Ti(Al,Si)_3
9	Al : 54,14 Ti : 35,92 Si : 9,92	Al : 63,41 Ti : 23,66 Si : 11,20	5	Ti(Al,Si)_3
13	Al : 53,70 Ti : 36,70 Si : 9,61	Al : 63,37 Ti : 24,30 Si : 10,95	15	Ti(Al,Si)_3

Dans un même échantillon, il est possible d'observer la présence de plaquettes de Ti(Al,Si)_3 de très petites dimensions ($\approx 1 \mu\text{m}$). Néanmoins, ces plaquettes dissolvent toujours du silicium (figures 66 à 69).

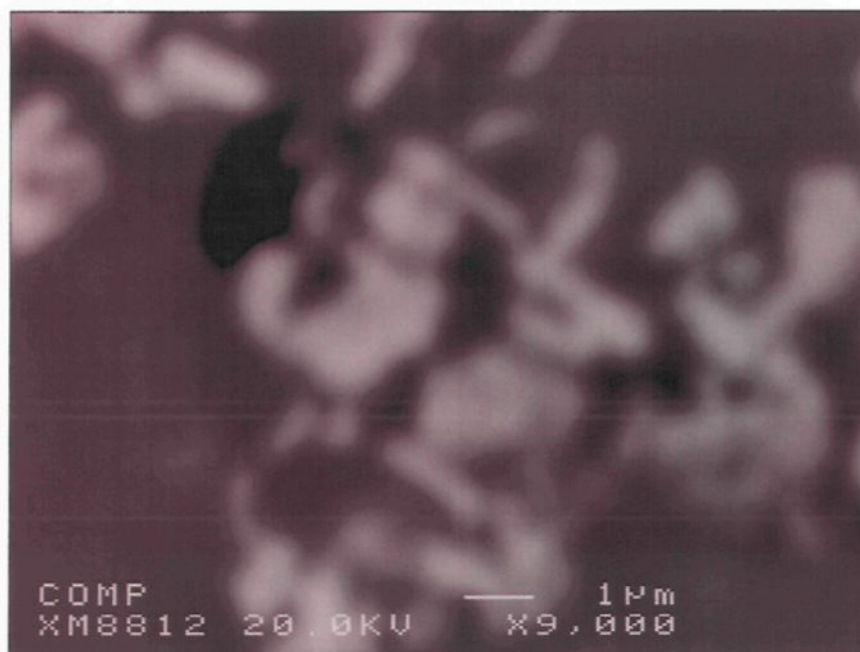


Figure 66. Plaquettes de Ti(Al,Si)_3 de faibles dimensions.

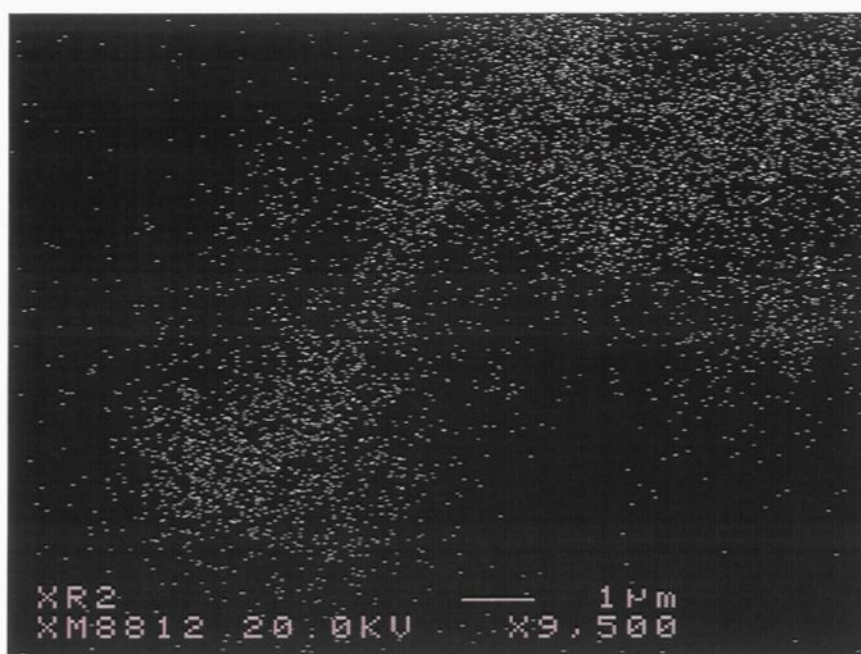


Figure 67. Cartographie aux rayons-X du Si de la figure 66.



Figure 68. Cartographie aux rayons-X du Ti de la figure 66.

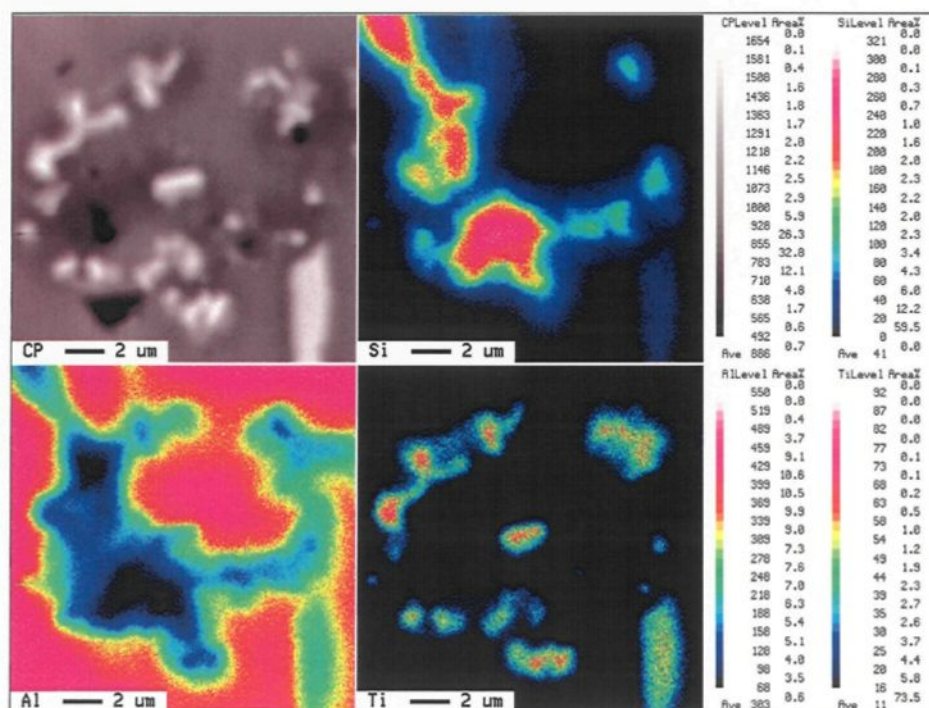


Figure 69. Cartographie des éléments Al, Si et Ti. Plaquettes de $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$ de faibles dimensions.

4.4.1 Étude des plaquettes de TiAl_3 après injection de TiAl_3 en poudre

La morphologie initiale de ces plaquettes de TiAl_3 après injection de poudre (de TiAl_3) est polygonale (figure 70).

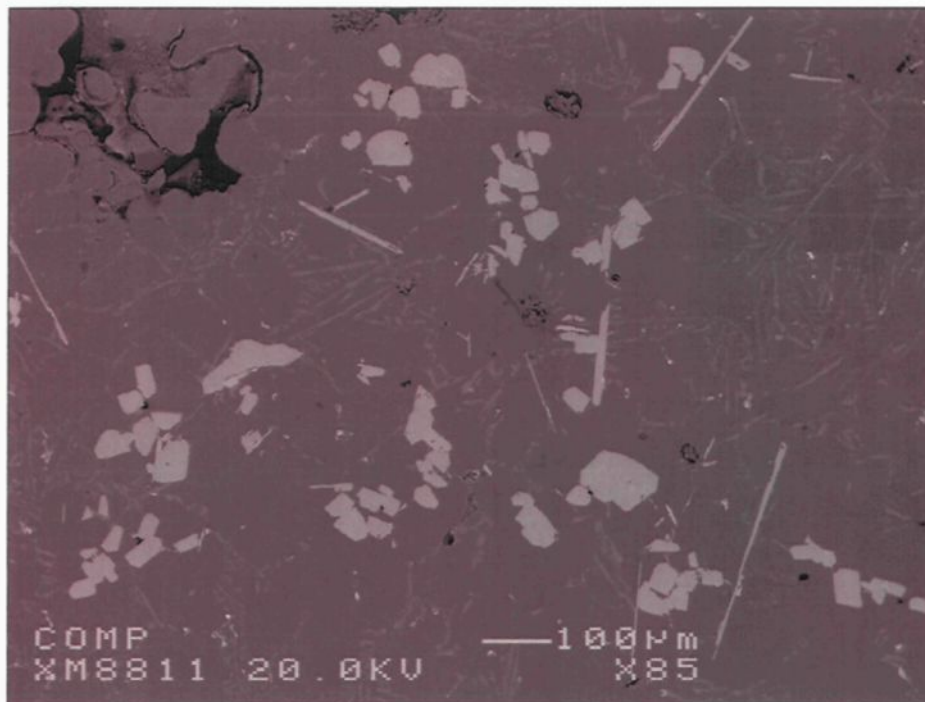


Figure 70. Microstructure après injection de poudre de TiAl_3 . Échantillon # 46 (1,00 % de Ti). Coulée à 750°C sans surchauffe.

Après l'injection de cette poudre (de TiAl_3) dans l'alliage, ces plaquettes dissolvent du silicium (figure 71).

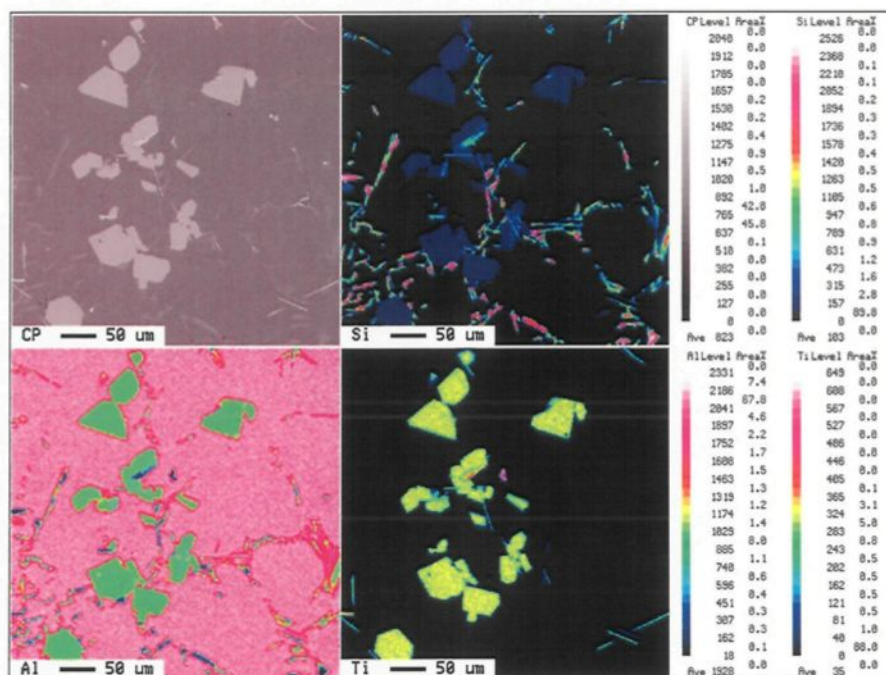


Figure 71. Cartographie des éléments Al, Si et Ti. Échantillon # 46 (1,00 % de Ti).
Coulée à 750°C sans surchauffe.

4.4.2 Étude des plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$ après surchauffe

Si la température est assez élevée, les plaquettes fondent et tout l'alliage est à l'état liquide. Mais lors de la solidification, les plaquettes se reforment. Elles adoptent alors la morphologie sous forme d'aiguilles et semblent fragmentées (figures 72 et 73). En fait, il peut s'agir des dendrites de ces plaquettes (figure 74). De plus, en l'absence de surchauffe, les plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$ peuvent devenir très grandes (quelques centaines de µm de longueur) et semblent peu ou pas fragmentées (figure 75).

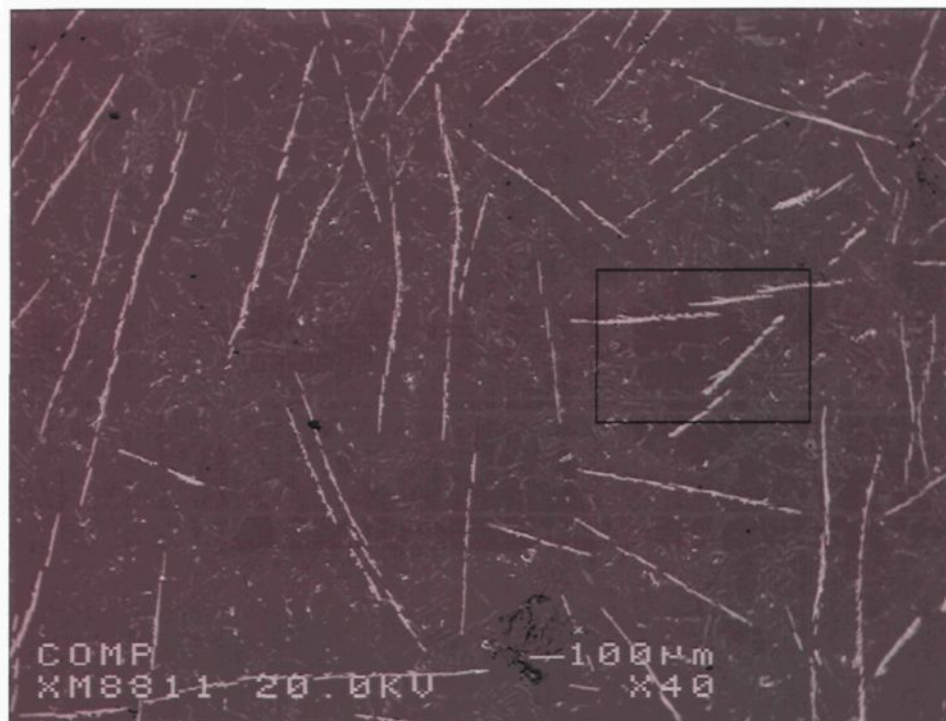


Figure 72. Microstructure après une surchauffe à 950°C. Échantillon # 47 (1,60 % de Ti).

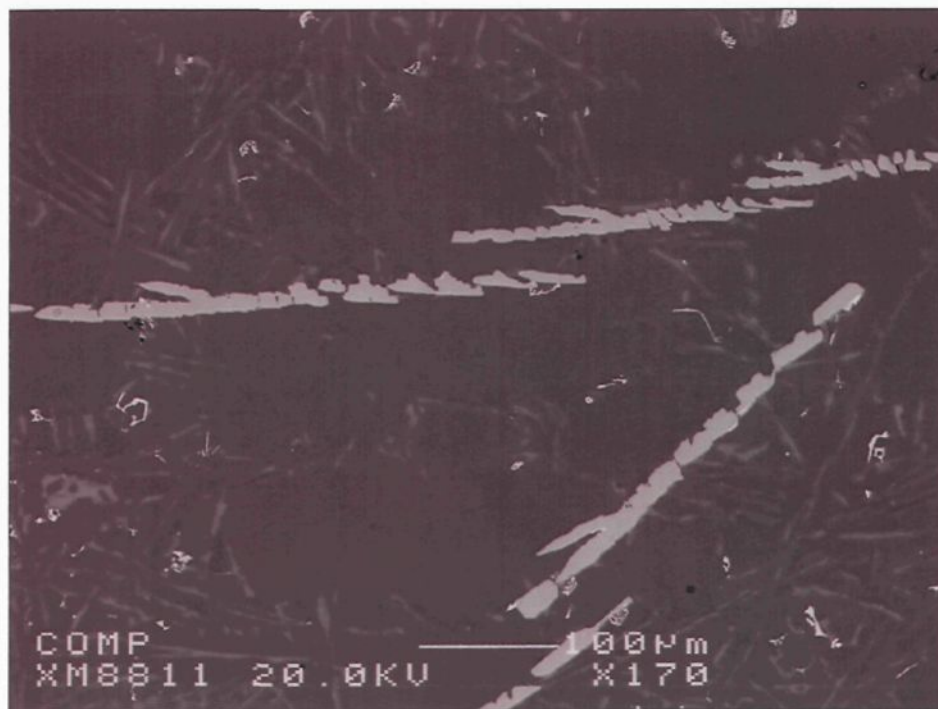


Figure 73. Agrandissement de la partie encadrée de la figure 72.

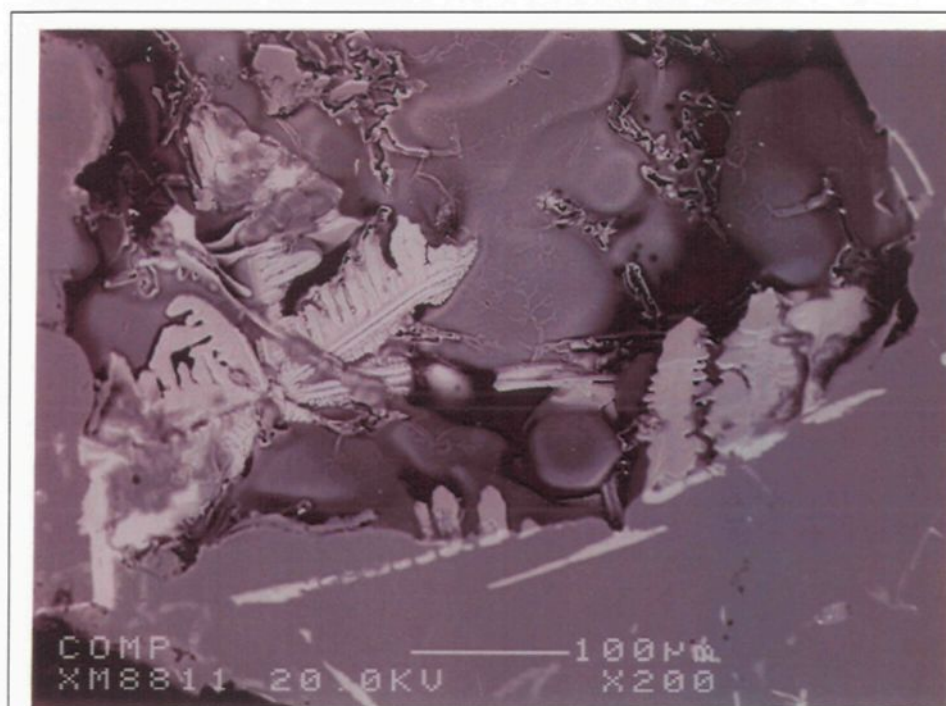


Figure 74. Dendrites de plaquettes de Ti(Al,Si)_3 .

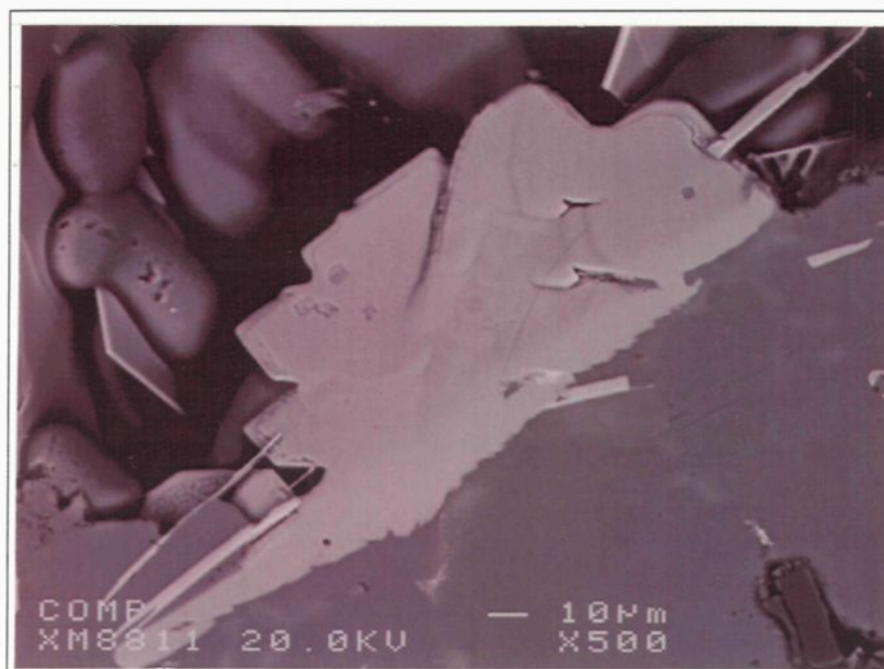


Figure 75. Plaquette de Ti(Al,Si)_3 demeurée à l'état solide.

Une analyse par spectroscopie à dispersion de longueur d'onde ou « WDS » des plaquettes de TiAl_3 après l'injection de poudre (de TiAl_3) dans l'alliage et surchauffe montrent que la composition des plaquettes changent après la dissolution de silicium (tableau 4). La formule chimique devient : $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$.

Tableau 4. Analyse par spectroscopie à dispersion de longueur d'onde ou « WDS » des plaquettes de TiAl_3 après injection de poudre de TiAl_3 dans l'alliage et surchauffe.

Échantillon	Proportion massique	Proportion atomique	Nombre de lectures	Formule chimique suggérée
47	Al : 52,53 % Ti : 36,43 % Si : 9,95 %	Al : 62,50 % Ti : 24,42 % Si : 11,47 %	5	$\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$
48	Al : 52,43 % Ti : 35,75 % Si : 9,69 %	Al : 63,03 % Ti : 24,21 % Si : 11,19 %	2	$\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$

Tous ces résultats expérimentaux montrent que peu importe leur taille, leur morphologie ou les conditions expérimentales (avec ou sans surchauffe à 950°C), la composition chimique des plaquettes de $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$ est constante.

4.4.3 Étude de la fraction surfacique des plaquettes de $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$

Lorsque la concentration en titane est faible (< 0,20 % environ), la fraction surfacique des plaquettes de $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$ (en %) est très faible, voire nulle. Si la concentration dépasse 0,20 %, la fraction surfacique augmente en fonction de la concentration (figures 76 à 78).

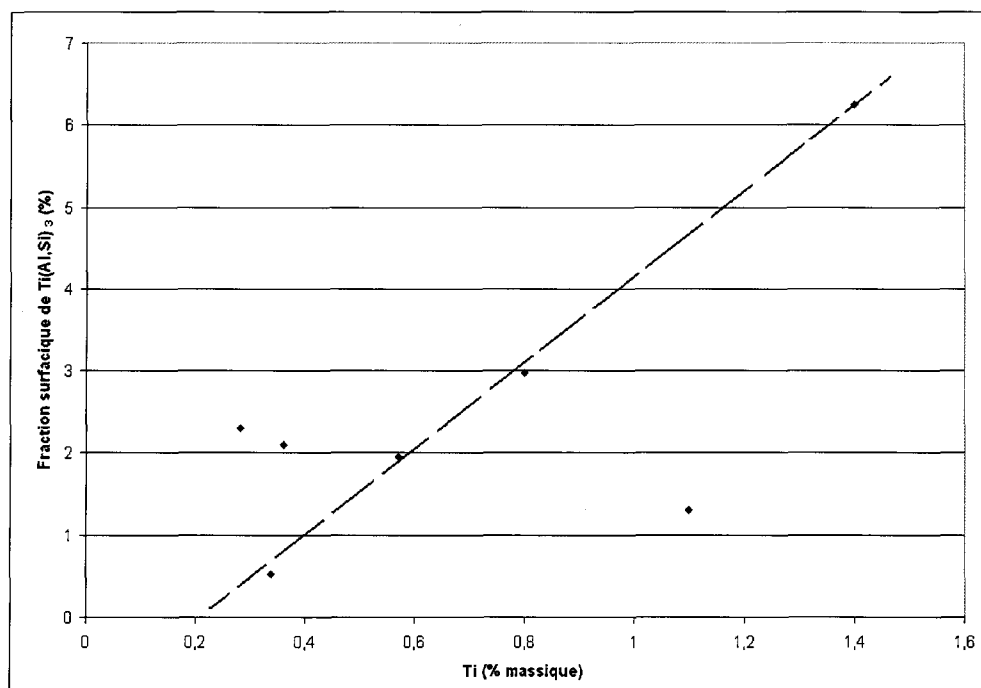


Figure 76. Fraction surfacique des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 (en %) en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.

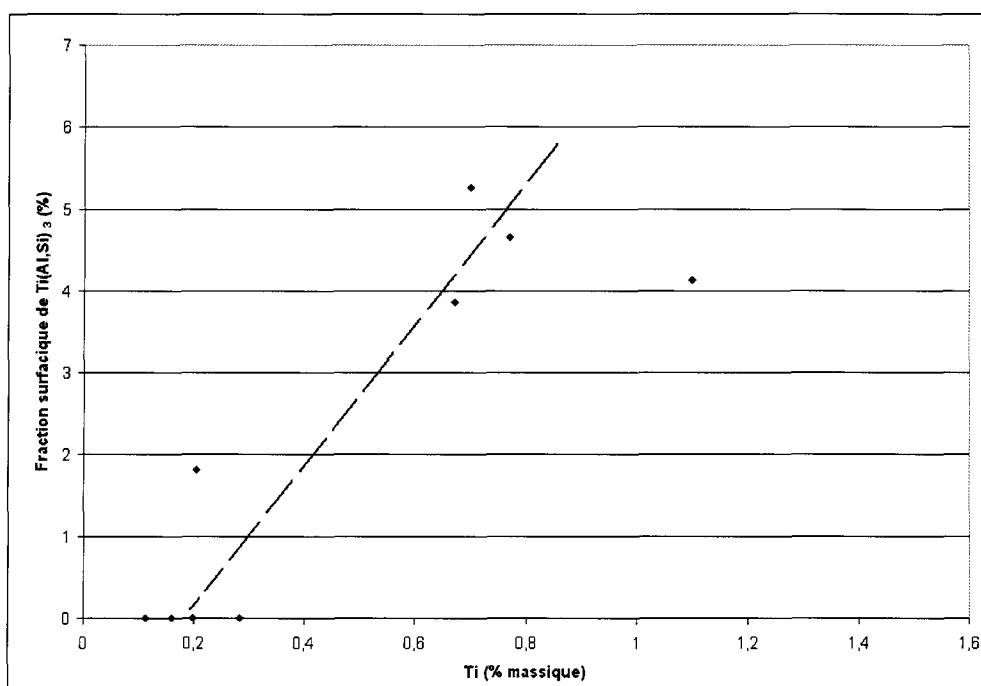


Figure 77. Fraction surfacique des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 (en %) en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.

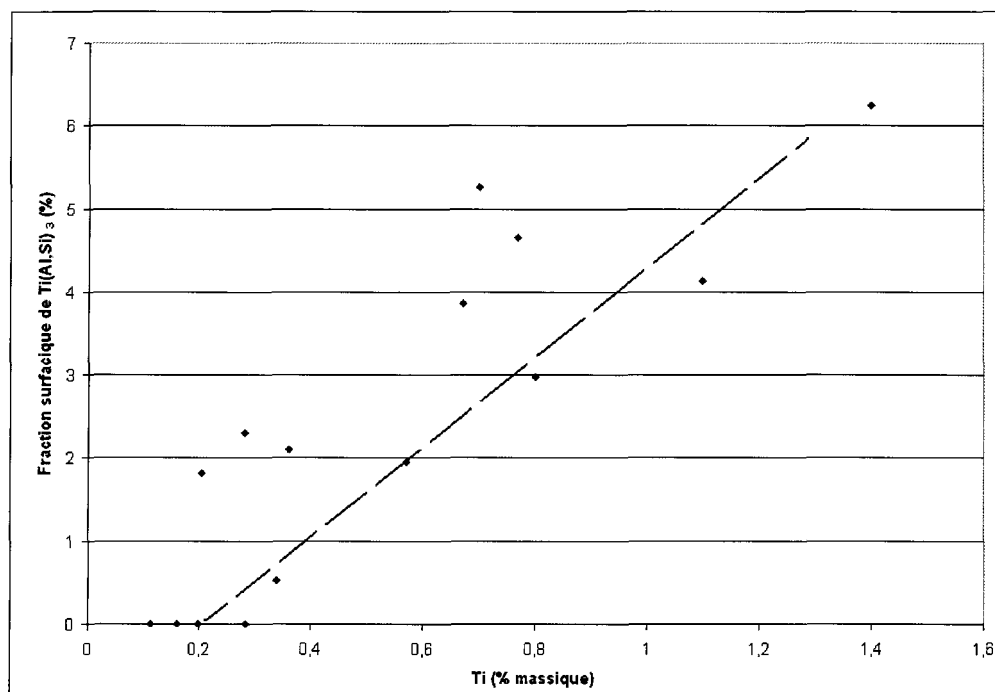


Figure 78. Fraction surfacique des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 (en %) en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.

4.4.4 Étude de la taille des plaquettes de Ti(Al,Si)_3

Les plaquettes de Ti(Al,Si)_3 apparaissent lorsque la concentration en titane est supérieure à environ 0,20 %. À partir de cette concentration, la taille des plaquettes augmente approximativement avec la concentration. De plus, cette augmentation est assez rapide. Finalement, lorsque la concentration devient élevée (≈ 1 %), le nombre de résultats expérimentaux est insuffisant afin de déterminer la variation précise : stagnation ou augmentation de la taille (figures 79 à 81).

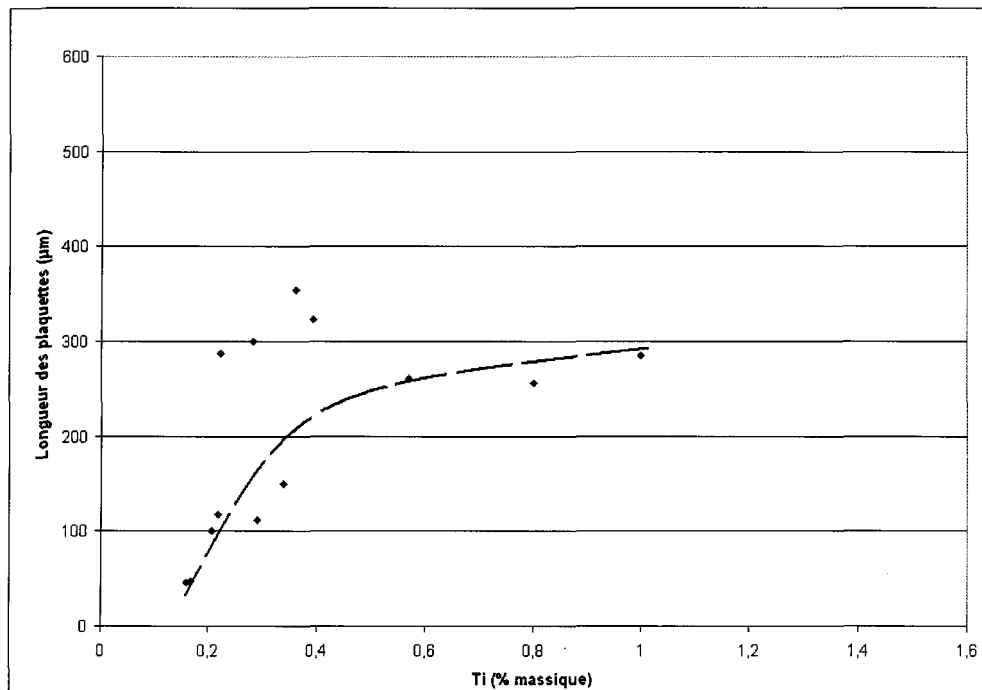


Figure 79. Taille des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C sans surchauffe.

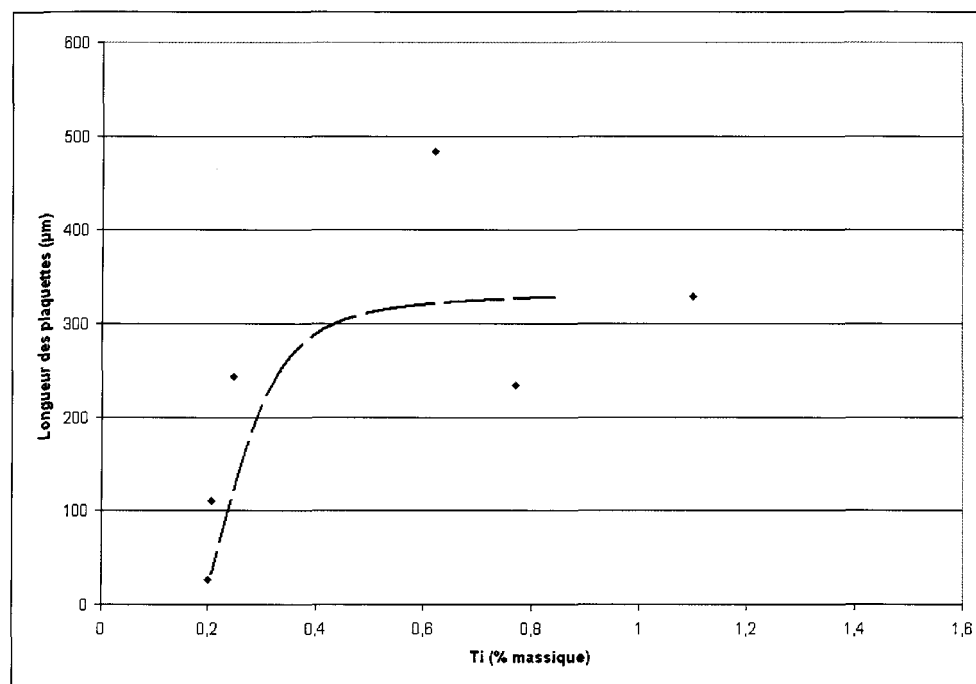


Figure 80. Taille des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 en fonction de la concentration en titane. Coulée à 750°C avec surchauffe à 950°C.

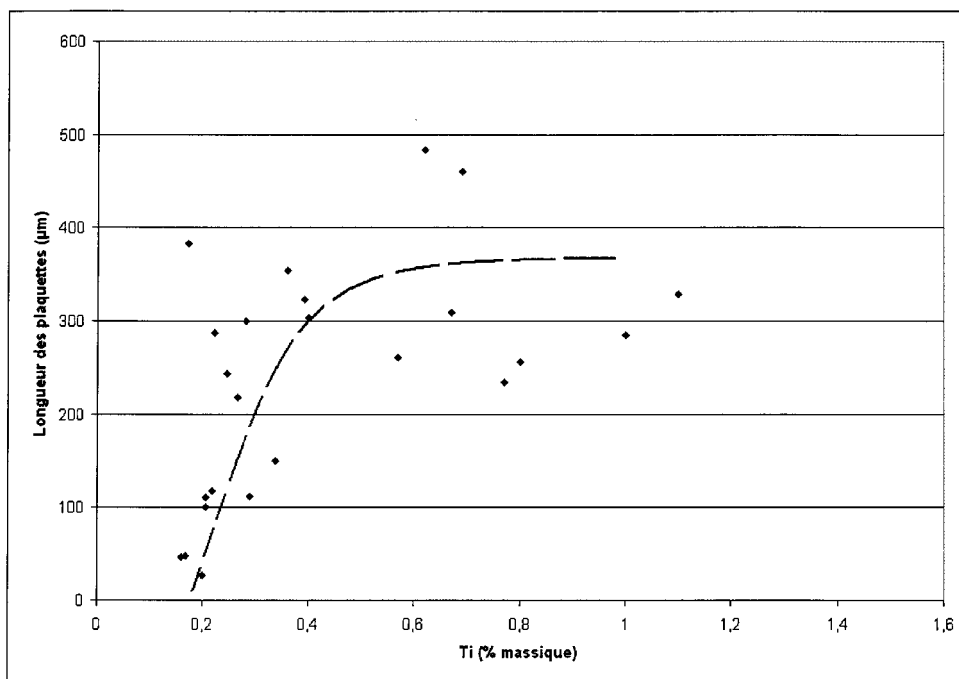


Figure 81. Taille des plaquettes de Ti(Al,Si)_3 en fonction de la concentration en titane. Toutes les conditions.

4.5 SYNTHÈSE DE LA PHÉNOMÉNOLOGIE DE L’AFFINAGE DES GRAINS EN PRESENCE DE TITANE

Pour décrire les principaux phénomènes de l’affinage des grains en présence de titane, il faut d’abord étudier le diagramme d’équilibre Al-Ti (figure 2). Ce diagramme indique la formation d’intermétallique TiAl_3 dans une matrice d’aluminium ($\alpha\text{-Al}$). Ainsi, la microstructure d’un alliage binaire Al-Ti montre des particules de TiAl_3 qui sont en fait des plaquettes. La taille de ces plaquettes est variable et peut atteindre jusqu’à quelques centaines de microns (figure 82). Une analyse par rayons-X à dispersion ou « EDX » d’une plaquette de TiAl_3 dans un alliage binaire Al-10% Ti révèle la présence d’aluminium et de titane (figure 83).

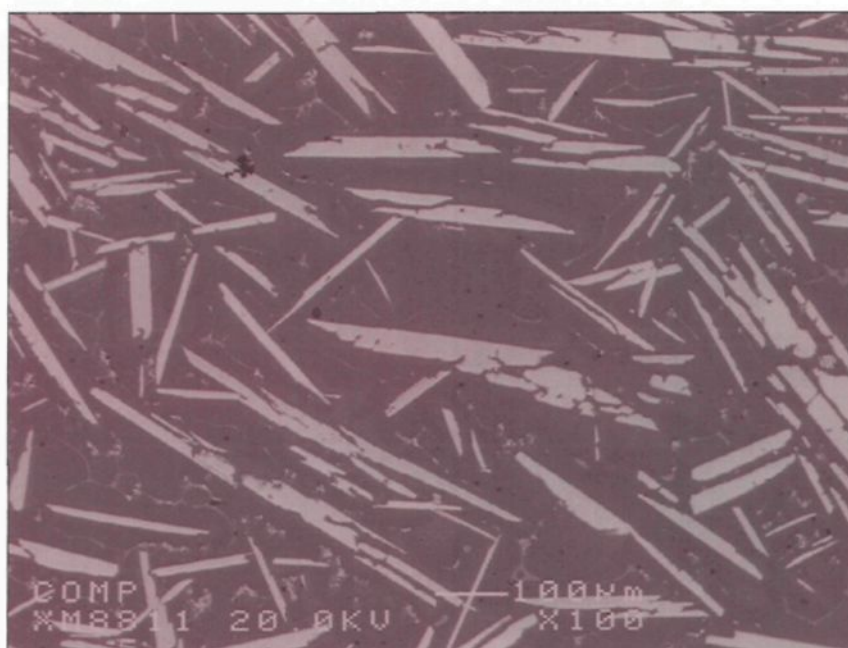


Figure 82. Microstructure d'un alliage binaire Al-10% Ti.

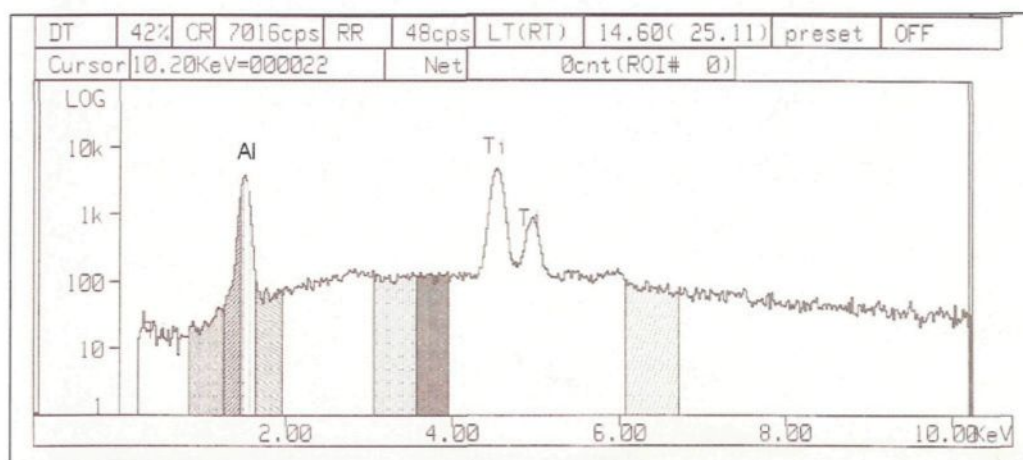


Figure 83. Analyse par rayons-X à dispersion ou « EDX » d'une plaquette de TiAl_3 dans un alliage binaire Al-10% Ti.

Après la solidification, on observe la présence d'aluminium (α -Al) autour de plaquettes de TiAl_3 (figure 84). En effet, les plaquettes réagissent avec le métal en fusion lors de la solidification d'après la réaction péritectique suivante⁷⁶ :

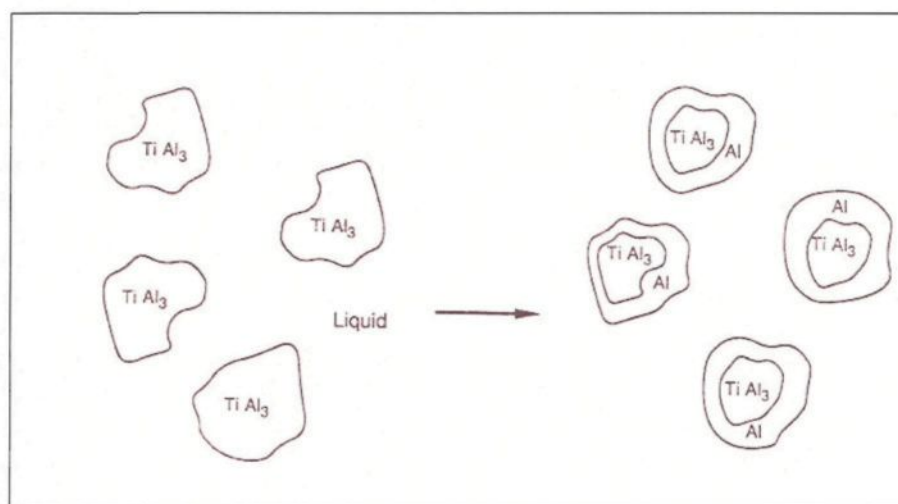
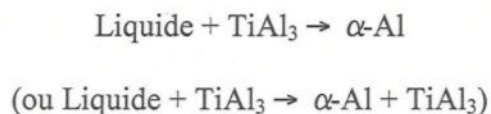


Figure 84. Réaction péritectique entre l'aluminium en fusion et les plaquettes de TiAl_3 ⁷⁶.

La taille des grains diminue en fonction de la concentration en titane. Toutefois, la diminution n'est pas parfaitement continue et graduelle. Ainsi, d'un échantillon à l'autre, la taille des grains peut devenir minimale et ce, même si la concentration est inférieure à 0,20%. Autrement dit, pour une même concentration en titane, la taille des grains peut être minimale ou non (lorsque la concentration est inférieure à 0,20 % environ).

De plus, s'il y a présence de plaquettes de Ti(Al,Si)_3 dans la microstructure, la taille des grains est nécessairement minimale. Il serait intéressant de vérifier si le phénomène inverse est possible : si une taille des grains minimale implique obligatoirement la présence de plaquettes de Ti(Al,Si)_3 dans la microstructure (pour les cas où la concentration en titane est inférieure à 0,20 %).

CHAPITRE V

CONCLUSION

CHAPITRE V

CONCLUSION

L'objectif principal de ce projet de recherche est d'étudier l'affinage des grains de l'alliage A356 en présence de titane de même que les différents effets de la présence ou de l'augmentation de la concentration de cet élément dans l'alliage. L'étude de la macrostructure et de la microstructure et les résultats de l'analyse thermique permettent de déduire les conclusions suivantes :

1. Les températures de surfusion (T_S) et de recalescence (T_R) augmentent avec l'accroissement initial de la concentration en titane. Si la concentration atteint 0,25 % environ, on observe une diminution rapide de ces températures. Ensuite, les températures augmentent à nouveau avec la concentration et deviennent finalement constantes. Ces températures varient également selon la température de surchauffe et de coulée.
2. Le paramètre ΔT diminue en fonction de la concentration en titane et, à partir d'une concentration d'environ 0,20 %, ce paramètre devient nul.
3. La taille des grains diminue en fonction de la concentration en titane. Si la concentration dépasse environ 0,20 %, la taille des grains devient minimale.

4. Pour le paramètre t_{rec} , pour une concentration de plus de 0,20 %, il peut être nul. Sinon, le nombre de résultats expérimentaux est insuffisant afin de déterminer la variation exacte.
5. Dans l'alliage 356, les intermétalliques $TiAl_3$ dissolvent environ 10 % de silicium (en proportion massique). Ce phénomène est confirmé par l'analyse aux rayons-X à dispersion ou « EDX », par cartographie et par spectroscopie à dispersion de longueur d'onde ou « WDS ». La formule chimique de ces plaquettes devient alors : $Ti(Al,Si)_3$.
6. La forme générale des intermétalliques $Ti(Al,Si)_3$ est celle d'une plaquette. Après une surchauffe à 950°C, leur morphologie devient beaucoup plus dendritique.
7. La fraction surfacique des plaquettes de $Ti(Al,Si)_3$ est très faible (ou nulle) si la concentration est inférieure à 0,20 % (environ). Ensuite, à partir de cette concentration, la fraction surfacique augmente avec la concentration.
8. Lorsque la concentration en titane est de moins de 0,20 %, la taille des plaquettes est très faible, voire nulle. Si la concentration dépasse cette limite, leur taille augmente. Par contre, si la concentration devient élevée, le nombre de résultats expérimentaux est insuffisant afin de déterminer la variation exacte : stagnation ou augmentation de la taille. De plus, il est possible d'observer des plaquettes de très petites dimensions ($\approx 1\mu m$ de long) dans un même échantillon.

RECOMMANDATIONS POUR LES TRAVAUX FUTURS

Pour les études futures, il serait intéressant de vérifier l'effet du titane sur les traitements thermiques. Un autre aspect important serait l'effet du titane sur les propriétés mécaniques et ce, en fonction de diverses conditions expérimentales. Aussi, un plus grand nombre de résultats expérimentaux permettrait de déterminer les variations exactes de t_{rec} en fonction de la concentration en titane et des températures de surchauffe et de coulée. En outre, cela permettrait d'étudier aussi plus en détails les diverses variations de la taille des grains en fonction de ΔT et t_{rec} . Cela est également valable pour les études des plaquettes de TiAl_3 (morphologie, taille, etc).

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- 1 I. Maxwell, A. Hellawell, "The constitution of the system Al-Ti-B with reference to aluminum-base alloys", *Metallurgical Transactions*, vol. 3, juin 1972, pp. 1487-1493.
- 2 L. Backerud, S. Yidong, "Grain refining mechanisms in aluminium as a result of additions of titanium and boron, Part I", *Aluminium*, vol. 67, 1991, pp. 780-785.
- 3 H.E.Vatne, "Efficient grain refinement of ingots of commercial wrought aluminium alloys Part I : method for grain refining", *Aluminium*, vol. 75, no.1, 1999, pp. 84-90.
- 4 M. Easton, D. StJohn, "Grain refinement of aluminum alloys: Part 1. The nucleant and solute paradigms- A review of the literature", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 30A, juin 1999, pp. 1613-1633.
- 5 G.P. Jones, J. Pearson, "Factors affecting the grain-refinement of aluminum using titanium and boron additives", *Metallurgical Transactions B*, vol. 7B, juin 1976, pp. 223-234.
- 6 G.K. Sigworth, M.M. Guzowski, "Grain refining of hypoeutectic Al-Si alloys", *AFS Transactions*, vol. 172, 1985, pp. 907-912.
- 7 M.A. Kearns, S.R. Thistlethwaite, P.S. Cooper, "Recent advances in understanding the mechanism of aluminium grain refinement by TiBAl master alloys", *Light Metals 1996*, W. Hale (Éd.), TMS, Warrendale, PA, 1996, pp. 713-720.

- 8 J.A. Spittle, J.M. Keeble, M. Al Meshhedani, "A study of grain refinement efficiency in Al-Si alloy castings", *Proceedings of the 4th decennial international conference on solidification processing*, Sheffield, juillet 1997, pp. 273-276.
- 9 H. Li, T. Sritharan, H.P. Seow, "Grain refinement of DIN226 alloy at high titanium and boron inoculation levels", *Scripta Materialia*, vol. 35, no. 7, 1996, pp. 869-872.
- 10 A.J. Cornish, "The influence of boron on the mechanism of grain refinement in dilute aluminium-titanium alloys", *Metal Science*, vol. 9, 1975, pp. 477-484.
- 11 I.G. Davies, J.M. Dennis, A. Hellawell, "The nucleation of aluminum grains in alloys of aluminum with titanium and boron", *Metallurgical Transactions*, vol. 1, janvier 1970, pp. 275-280.
- 12 J.A. Marcantonio, L.F. Mondolfo, "Grain refinement in aluminum alloyed with titanium and boron", *Metallurgical Transactions*, vol. 2, février 1971, pp. 465-471.
- 13 P. Schumacher, A.L. Greer, J. Worth, P.V. Evans, M.A. Kearns, P. Fisher, A.H. Green, "New studies of nucleation mechanisms in aluminium alloys : implications for grain refinement practice", *Materials Science and Technology*, vol. 14, 1998, pp. 394-404.
- 14 G.K. Sigworth, "The grain refining of aluminum and phase relationship in the Al-Ti-B system", *Metallurgical Transactions A*, vol. 15A, février 1984, pp. 277-282.
- 15 G.K. Sigworth, "Communication on mechanism of grain refinement in aluminum", *Scripta Materialia*, vol. 34, no. 6, 1996, pp. 919-922.
- 16 J. Pearson, P. Cooper, "A review of the basics of grain refining", *Sixth Australian Asian Pacific Conference on Aluminium Cast House Technology*, Sydney, Australie, 26-29

juillet 1999, The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1999, pp. 109-118.

17 L. Backerud, P. Gustafson, M. Johnsson, "Grain refining mechanisms in aluminium as a result of additions of titanium and boron, Part II", *Aluminium*, vol. 67, no. 9, 1991, pp. 910-915.

18 M.M. Guzowski, G.K. Sigworth, D.A. Sentner, "The role of boron in the grain refinement of aluminum with titanium", *Metallurgical Transactions A*, vol. 18A, avril 1987, pp. 603-619.

19 J.A. Marcantonio, L.F. Mondolfo, "The nucleation of aluminium by several intermetallic compounds", *Journal of the Institute of Metals*, vol. 98, 1970, pp. 23-27.

20 M. Johnsson, L. Backerud, "Nucleants in grain refined aluminium after addition of Ti- and B-containing master alloys", *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 83, 1992, pp. 774-780.

21 A. Banerji, W. Reif, Q. Feng, "Metallographic investigation of TiC nucleants in the newly developed Al-Ti-C grain refiner", *Journal of Materials Science*, vol. 29, 1994, pp. 1958-1965.

22 M.A. Haida, A.A. Ghaneya, A. Niazi, "Development and evaluation of Al-Ti-C master alloys as grain refiner for aluminium", *Light Metals 1996*, W. Hale (Éd.), TMS, Warrendale, PA, 1996, pp. 729-736.

23 A. Banerji, W. Reif, "Development of Al-Ti-C grain refiners containing TiC", *Metallurgical Transactions A*, vol. 17A, décembre 1986, pp. 2127-2137.

- 24 A.L. Greer, P.S. Cooper, M.W. Meredith, W. Schneider, P. Schumacher, J.A. Spittle, A. Tronche, "Grain refinement of aluminium alloys by inoculation", *Advanced Engineering Materials*, vol. 5, no. 1-2, 2003, pp. 81-91.
- 25 P.A. Tondel, L. Arnberg, "Grain refinement of an Al-10% Si alloy by Ti-additions", *Proceedings of the 3rd International Conference on Aluminium Alloys*, 1992, pp. 129-134.
- 26 W.V. Youdelis, C.S. Yang, " Ti(Al,Si)_3 compound formation in non-equilibrated Al-Ti-Si alloy", *Metal Science*, octobre 1980, pp. 500-501.
- 27 A.K. Dahle, P.A. Tondel, C.J. Paradies, L. Arnberg, "Effect of grain refinement on the fluidity of two commercial Al-Si foundry alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27A, août 1996, pp. 2305-2313.
- 28 R. Fuoco, E.R. Correa, M. de Andrade Bastos, "Effects of grain refinement on feeding mechanisms in A356 aluminum alloy", *AFS Transactions*, vol. 106, 1998, pp. 401-409.
- 29 A.K. Dahle, D.H. St John, P. Attavanich, P. Taopetch, "Grain formation in AlSi7Mg0.35 foundry alloy at low superheat", *Materials Science Forum*, vols 331-337, 2000, pp. 271-276.
- 30 A. Cibula, "The mechanism of grain refinement of sand castings in aluminium alloys", *Journal of The Institute of Metals*, vol. 76, 1950, pp. 321-360.
- 31 A. Cibula, "The grain refinement of aluminium alloy castings by additions of titanium and boron", *Journal of The Institute of Metals*, vol. 80, 1951-52, pp. 1-16.
- 32 M.M. Hariedy, A. Niazi, A.A. Nofal, "Thermal analysis of aluminium alloys as a tool to evaluate the grain refiners efficiency", *Light Metals 1996*, W. Hale (Éd.), TMS, Warrendale, PA, 1996, pp. 697-706.

- 33 L.F. Mondolfo, J.G. Barlock, "Effect of superheating on structure of some aluminum alloys", *Metallurgical Transactions B*, vol. 6B, décembre 1975, pp. 565-572.
- 34 F.A. Crossley, L.F. Mondolfo, "Mechanism of grain refinement in aluminum alloys", *Journal of Metals – Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, vol. 191, décembre 1951, pp. 1143-1148.
- 35 Y.-D. Kwon, Z.-H. Lee, "The effect of grain refining and oxide inclusion on the fluidity of Al-4.5Cu-0.6Mn and A356 alloys", *Materials Science and Engineering*, 2003, vol. 360, pp. 372-376.
- 36 M. Ravi, U.T.S. Pillai, B.C. Pai, A.D. Damodaran, E.S. Dwarakadasa, "Mechanical properties of cast Al-7Si-0.3Mg (LM 25/356) alloy", *International Journal of Cast Metals Research*, 1998, vol. 11, pp. 113-125.
- 37 S.A. Kori, B.S. Murty, M. Chakraborty, "Influence of silicon and magnesium on grain refinement in aluminium alloys", *Materials Science and Technology*, vol. 15, septembre 1999, pp. 986-992.
- 38 J. Hutt, M. Easton, L. Hogan, D. StJohn, "The effect of nucleant particles and alloy chemistry on the grain structure of aluminium castings", *Proceedings of the 4th Decennial International Conference on Solidification Processing*, Sheffield, juillet 1997, pp. 268-272.
- 39 H.E. Vatne, A. Hakonsen, "The effect of chemical composition on the as-cast grain size of aluminum alloys", *Aluminium Transactions*, vol. 2, no. 2, 2000, pp. 257-266.
- 40 M.E.J. Birch, P. Fisher, "Mechanism of fade in grain refining of aluminium with titanium boron aluminium", *Solidification Processing 1987*, pp. 500-502.

- 41 J.A. Spittle, S. Sadli, "The influence of zirconium and chromium on the grain-refining efficiency of Al-Ti-B inoculants", *Cast Metals*, vol. 7, no. 4, 1995, pp. 247-253.
- 42 W. Schneider, M.A. Kearns, M.J. McGarry, A.J. Whitehead, "A comparison of the behaviour of AlTiB and AlTiC grain refiners", *Light Metals 1998*, B. Welch (Éd.), TMS, Warrendale, PA, 1998, pp. 953-961.
- 43 S.A. Kori, B.S. Murty, M. Chakraborty, "Grain refinement of aluminium and its alloys by heterogeneous nucleation and alloying", *International Materials Reviews*, vol. 47, no. 1, 2002, pp. 3-29.
- 44 M. Johnsson, "Influence of Si and Fe on the grain refinement of aluminium", *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 85, no. 11, 1994, pp. 781-785.
- 45 J.A. Taylor, H. Wang, D.H. StJohn, I.F. Bainbridge, "Anomalous grain coarsening behaviour in grain-refined aluminium alloys cast using low superheat", *Light Metals 2001*, J. Angier (Éd.), TMS, Warrendale, PA, 2001, pp. 935-941.
- 46 A. Tronche, A.L. Greer, "Effect of solute on the grain structures of Al-Ti-B and Al-Ti-C grain-refined Al alloys", *Continuous Congress*, Francfort (Allemagne), 13-15 novembre 2000, pp. 218-223.
- 47 L. Backerud, M. Johnsson, "The relative importance of nucleation and growth mechanisms to control grain size in various aluminum alloys", *Light Metals 1996*, W. Hale (Éd.), TMS, Warrendale, PA, 1996, pp. 679-685.
- 48 M.A. Easton, D.H. StJohn, "The effect of alloy content on the grain refinement of aluminium alloys", *Light Metals 2001*, J. Angier (Éd.), TMS, Warrendale, PA, 2001, pp. 927-933.

- 49 J.A. Spittle, S. Sadli, "Effect of alloy variables on grain refinement of binary aluminium alloys with Al-Ti-B", *Materials Science and Technology*, vol. 11, juin 1995, pp. 533-537.
- 50 W.V. Youdelis, C.S. Yang, "Non-peritectic grain refinement of aluminum by titanium", *Aluminium*, janvier 1980, pp. 411-413.
- 51 J.M. Dorlot, J.P. Bailon, J. Masounave, *Des Matériaux*, Édition de l'École Polytechnique de Montréal, 1986, 467 pages.
- 52 K.T. Kashyap, T. Chandrashekar, "Effects and mechanisms of grain refinement in aluminium alloys", *Bulletin Material Science*, vol. 24, no. 4, août 2001, pp. 345-353.
- 53 D.G. McCartney, "Grain refining of aluminium and its alloys using inoculants", *International Materials Reviews*, vol. 34, no. 5, 1989, pp. 247-260.
- 54 B.L. Tuttle, "Principles of thermal analysis for molten metal process control", *Thermal Analysis of Molten Aluminum – A New In-Process Technique for Quality Control*, Proceedings of the AFS/CMI Conference, 11-12 décembre 1984, Rosemont (Illinois), 1984, pp. 1-36.
- 55 D. Sparkman, A. Kearney, "Breakthrough in aluminum alloy thermal analysis technology for process control", *AFS Transactions*, vol. 102, 1994, pp. 455-460.
- 56 S. Gowri, "Comparison of thermal analysis parameters of 356 and 359 alloys", *AFS Transactions*, vol. 102, 1994, pp. 503-508.
- 57 M. Johnsson, "Grain refinement of aluminium studied by use of a thermal analytical technique", *Thermochimica Acta*, vol. 256, 1995, pp. 107-121.

- 58 F. Bekaert, E. Wettinck, "Study of the grain refinement of A356 and its control by thermal analysis", *Aluminium*, vol. 72, no. 6, janvier 1996, pp. 442-447.
- 59 Q. Wang, Y.X. Li, X.C. Li, "Grain refinement of Al-7Si alloys and the efficiency assessment by recognition of cooling curves", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 34A, mai 2003, pp. 1175-1182.
- 60 J. Charbonnier, "Microprocessor assisted thermal analysis testing of aluminum alloy structures", *AFS Transactions*, vol. 92, 1984, pp. 907-922.
- 61 L. Backerud, "How does a good grain refiner work? ", *Light Metal Age*, octobre 1983, pp. 6-12.
- 62 M. Johnsson, L. Backerud, G.K. Sigworth, "Study of the mechanism of grain refinement of aluminium after additions of Ti- and B-containing master alloys", *Metallurgical Transactions A*, vol. 24A, février 1993, pp. 481-491.
- 63 D. Gloria, J.E. Gruzleski, "Time as a control parameter in determination of grain size of 319 Al-Si-Cu foundry alloy", *AFS Transactions*, vol. 107, 1999, pp. 419-424.
- 64 L. Backerud, G. Chai, J. Tamminen, *Solidification characteristics of aluminum alloys Vol. 2 : Foundry alloys*, AFS/Skanaluminium, Des Plaines, IL, 1986.
- 65 A. Louvo, "The development of melt quality control systems based on derivative thermal analysis and the microcomputer", *Thermal Analysis of Molten Aluminum – A New In-Process Technique for Quality Control*, Proceedings of the AFS/CMI Conference, 11-12 décembre 1984, Rosemont (Illinois), 1984, pp. 143-153.

- 66 K.G. Upadhyaya, D.M. Stefanescu, K. Lieu, D.P. Yeager, "Computer-aided cooling curve analysis : Principles and applications in metal casting", *AFS Transactions*, vol. 97, 1989, pp. 61-66.
- 67 D. Emadi, L.V. Whiting, "Determination of solidification characteristics of Al-Si alloys by thermal analysis", *AFS Transactions*, vol. 110, 2002, pp. 285-296.
- 68 E. Fras, W. Kapturkiewicz, A. Burbielko, H.F. Lopez, "A new concept in thermal analysis of castings", *AFS Transactions*, vol. 101, 1993, pp. 505-511.
- 69 J.F. Hu, E.N. Pan, "Determination of latent heat and changes in solid fraction during solidification of Al-Si alloys by the CA-CCA method", *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 10, 1998, pp. 307-319.
- 70 A. Turnbull, E.R. de Los Rios, "The effect of grain size on the fatigue of commercially pure aluminium", *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 18, no. 12, 1995, pp. 1455-1467.
- 71 G.K. Sigworth, "Fundamentals of grain refining in aluminum alloy castings", *Proceedings of the 1st International Conference on Molten Aluminum Processing*, février 1986, American Foundrymen's Society, Des Plaines, IL, 1986, pp. 75-99.
- 72 P. Fartum, G. Halvorsen, J. Voje, "Modification and grain refinement of AlSiMg foundry alloys", *Proceedings of the 4th International Conference on Molten Aluminum Processing*, Orlando, Floride, 12-14 novembre 1995, American Foundrymen's Society, Des Plaines, IL, 1995, pp. 433-457.

- 73 B. Zhang, W. Chen, D.R. Poirier, "Effect of solidification cooling rate on the fatigue life of A356.2-T6 cast aluminium alloy", *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 23, 2000, pp. 417-423.
- 74 R. Cook, P.S. Cooper, M.A. Kearns, "Benefits of master alloy melt treatments in the aluminium foundry industry", *Light Metals 1996*, W. Hale (Éd.), TMS, Warrendale, PA, 1996, pp. 647-654.
- 75 H. Jiang, P. Bowen, J.F. Knott, "Fatigue performance of a cast aluminium alloy Al-7Si-Mg with surface defects", *Journal of Materials Science*, vol. 34, 1999, pp. 719-725.
- 76 J.E. Gruzleski, B.M. Closset, *The treatment of liquid aluminum-silicon alloys*, American Foundrymen's Society, Des Plaines, IL, 1990, 257 pages.
- 77 J.R. Davis, ASM International, *Aluminium and aluminium alloys*, ASM International, Materials Park, OH, 1993, 784 pages.
- 78 S.W. Han, S.W. Kim, S. Kumai, "Effects of solidification structure on tear resistance of Al-7%Si-0.4% Mg cast alloys", *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 27, 2004, pp. 9-17.
- 79 L. Siaminwe, A.J. Clegg, "Effect of processing variables on structure and tensile properties of investment cast Al-Si-Mg casting alloy", *Materials Science and Technology*, vol. 15, juillet 1999, pp. 812-820.
- 80 S.A. Kori, B.S. Murty, M. Chakraborty, "Development of an efficient grain refiner for Al-Si alloy", *Materials Science and Engineering*, 2000, vol. 280 (1), pp. 58-61.

- 81 W. Reif, K. Müller, "Improvement of mechanical properties of Al-Si-Cast alloys by grain refinement and modification", *Advanced Light Alloys and Composites*, R. Ciach (Éd.), Kluwer, Norwell, MA, 1998, pp. 263-275.
- 82 P.S. Mohanty, F.H. Samuel, J.E. Gruzleski, "Studies on addition of inclusions to molten aluminum using a novel technique", *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 26B, février 1995, pp. 103-109.
- 83 A. Tronche, D. Gloria, J.E. Gruzleski, "A general grain size determination technique for Al-Si casting alloys", *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 11, 1999, pp. 211-218.

ANNEXE

ANNEXE A
ANALYSE CHIMIQUE

Tableau A1. Analyse chimique des coulées à 750°C sans surchauffe.

Échantillon #	Ti, augmentation théorique (%)	Ti totale (%)	Si (%)	B (%)
1	0,00	0,125	6,79	<0,0002
2	0,02	0,095	6,95	<0,0002
3	0,04	0,109	6,45	<0,0002
4	0,06	0,128	6,98	<0,0002
5	0,08	0,158	6,73	<0,0002
6	0,10	0,167	6,90	<0,0002
7	0,20	0,291	6,36	<0,0002
8	0,30	0,171	6,46	<0,0002
9	0,40	0,210	6,70	<0,0002
10	0,50	0,156	6,45	<0,0002
11	0,60	0,226	6,17	<0,0002
12	0,70	0,221	6,63	<0,0002
13	0,80	1,00	6,65	<0,0002
14	0,90	0,392	6,62	<0,0002
15	1,00	0,520	6,88	0,0011
49	0,00	0,072	6,62	0,0004
50	0,02	0,206	6,57	<0,0002
51	0,04	0,113	6,84	0,0003
52	0,06	0,217	6,54	<0,0002
53	0,08	0,154	7,11	<0,0002
54	0,10	0,580	7,12	<0,0002
55	0,20	0,338	6,69	0,0003
56	0,30	0,580	7,01	0,0005
57	0,40	0,358	6,88	0,0009
58	0,50	0,570	6,51	0,0010
59	0,60	0,282	6,64	<0,0002
60	0,70	0,800	6,78	0,0004
61	0,80	1,10	5,97	0,0008
62	0,90	0,950	6,03	0,0008
63	1,00	1,40	6,05	0,0005
83	0,04	0,123	6,70	0,0006
84	0,10	0,266	6,69	0,0010
85	0,40	0,400	6,41	0,0012
86	0,70	0,690	6,72	0,0010
87	1,00	1,20	6,21	0,0010
46 (poudre)	-	1,00	6,65	0,0009

Tableau A2. Analyse chimique des coulées à 950°C.

Échantillon #	Ti, augmentation théorique (%)	Ti totale (%)	Si (%)	B (%)
16	0,00	0,076	7,13	<0,0002
17	0,02	0,099	7,45	0,0003
18	0,04	0,129	7,55	<0,0002
19	0,06	0,142	7,94	<0,0002
20	0,08	0,159	7,28	<0,0002
21	0,10	0,180	7,37	<0,0002
22	0,20	0,256	7,20	<0,0002
23	0,30	0,650	6,80	<0,0002
24	0,40	0,770	6,62	0,0002
25	0,50	0,890	6,54	<0,0002
26	0,60	0,730	7,22	0,0002
27	0,70	0,700	7,60	<0,0002
28	0,80	1,30	7,52	<0,0002
29	0,90	1,40	7,38	<0,0002
30	1,00	1,40	7,74	<0,0002
79	1,00	1,80	5,93	0,0032
80	1,00	1,20	5,86	0,0049
88	1,00	0,172	6,94	0,0008
89	1,00	1,50	6,13	0,0017
90	1,00	1,40	5,93	0,0019
47 (poudre)	-	1,60	7,35	0,0007

Tableau A3. Analyse chimique des coulées à 750°C avec surchauffe à 950°C.

Échantillon #	Ti, augmentation théorique (%)	Ti totale (%)	Si (%)	B (%)
31	0,00	0,121	8,43	<0,0002
32	0,02	0,182	9,48	<0,0002
33	0,04	0,141	8,17	<0,0002
34	0,06	0,126	7,90	<0,0002
35	0,08	0,191	7,75	<0,0002
36	0,10	0,198	7,50	<0,0002
37	0,20	0,341	6,85	<0,0002
38	0,30	0,710	7,19	0,0003
39	0,40	0,490	9,00	0,0008
40	0,50	0,420	7,16	0,0009
41	0,60	0,570	7,18	0,0005
42	0,70	0,650	6,90	0,0005
43	0,80	0,412	7,15	<0,0002
44	0,90	0,420	6,90	0,0009
45	1,00	0,420	6,70	0,0002
64	0,00	0,670	6,49	0,0011
65	0,02	0,245	6,90	0,0006
66	0,04	0,114	7,86	0,0179
67	0,06	0,199	6,56	0,0004
68	0,08	0,160	6,92	0,0006
69	0,10	0,184	7,12	0,0189
70	0,20	0,284	6,71	<0,0002
71	0,30	0,240	6,54	<0,0002
72	0,40	0,205	6,74	0,0006
73	0,50	0,620	7,84	0,0030
74	0,60	0,770	6,59	0,0022
75	0,70	0,700	6,71	0,0045
75R	0,70	0,770	6,66	0,0107
76	0,80	0,420	6,41	0,0072
77	0,90	1,30	6,81	0,0077
78	1,00	1,10	5,58	0,0027
48 (poudre)	-	2,50	6,62	0,0053

ANNEXE B

TAILLE DES GRAINS ET ANALYSE THERMIQUE

Tableau B1. Taille des grains et analyse thermique. Coulées à 750°C sans surchauffe.

Échantillon #	Taille des grains (μm)	T _S (°C)	T _R (°C)	ΔT (°C)	t _{rec} (s)
1	1100	614,74	615,08	0,4	10,4
2	800	614,19	614,48	0,19	9,75
3	1000	616,21	616,21	0	0
4	1400	614,62	615,38	0,76	10,24
5	900	615,9	616,05	0,36	10
6	1400	615,14	615,81	0,76	13,23
7	700	617,54	617,54	0	0
8	1300	616,33	616,67	0,29	10,1
9	1200	616,79	617,14	0,36	7,7
10	1300	617,69	617,69	0	0
11	1000	619,14	619,14	0	0
12	2000	616,02	616,02	0	0
13	700	616,32	616,32	0	0
14	600	620,19	620,19	0	0
15	800	615	615,26	0,19	3,61
49	1300	617,61	618,39	0,78	11,3
50	800	616,44	616,78	0,33	8,7
51	1500	613,79	614,21	0,43	7,5
52	700	616,28	616,49	0,21	3,08
53	1100	615	615,73	0,7	10,02
54	800	615,93	615,93	0	10,3
55	700	616,55	616,55	0	7,95
56	800	615,33	615,33	0	0
57	700	614,88	614,88	0	4,9
58	800	615,9	615,9	0	0
59	800	616,71	616,71	0	5,2
60	700	617,27	617,27	0	0
61	700	617,57	617,57	0	11,9
62	600	618,36	618,36	0	6,9
63	700	618,55	618,55	0	0
83	1400	613,24	614,95	1,7	7,05
84	600	614,64	614,64	0	0
85	700	618,4	618,79	0,38	11,5
86	800	616,48	616,48	0	0
87	800	-	-	-	-

Tableau B2. Taille des grains et analyse thermique. Coulées à 950°C.

Échantillon #	Taille des grains (μm)	T _S (°C)	T _R (°C)	ΔT (°C)	t _{rec} (s)
16	3800	610	612,29	2,24	19,8
17*	2000	608,9	610,74	1,8	20,54
18*	2300	605,56	607,69	2,08	21,98
19*	1900	605,62	607,43	1,83	19,2
20	1500	610,05	611,4	1,31	17,1
21	2300	610,12	611,79	1,57	13,1
22	750	613,07	613,07	0	0
23	1000	613,68	613,68	0	0
24	900	613,88	614,31	0,36	6,5
25	600	613,67	613,67	0	8,8
26	500	614	614	0	6,2
27	700	613,95	613,95	0	4,8
28*	800	607,52	607,52	0	6,3
29	600	610,36	610,36	0	4
30*	700	605,48	605,48	0	5
88	650	619,24	619,24	0	0
89	750	615,19	615,19	0	0
90	700	615,12	615,52	0,4	6,5

* : les températures inférieures à 610°C résultent de problèmes expérimentaux. Ces résultats doivent donc être utilisés avec précaution.

Tableau B3. Taille des grains et analyse thermique. Coulées à 750°C avec surchauffe à 950°C.

Échantillon #	Taille des grains (μm)	T _S (°C)	T _R (°C)	ΔT (°C)	t _{rec} (s)
31*	1400	603,24	604,5	1,14	11
32	1800	-	-	-	-
33*	2300	606	607,21	1,21	13,9
34*	2300	604,76	607,02	2,2	11,7
35	900	609,74	609,74	0	11
36	1300	610	611,6	1,57	10,7
37	600	615,26	615,26	0	0
38	700	611,78	611,78	0	10,5
39*	650	597,8	597,8	0	9,11
40	600	611,67	612,26	0,59	7,35
41*	650	607,52	607,52	0	5,4
42	750	611,85	612,15	0,3	5,91
43	750	610,23	610,53	0,33	7,33
44	600	613,72	614,21	0,47	7,3
45	700	611	611	0	8,85
64	800	616,37	616,37	0	0
65	600	616,4	616,4	0	0
66	3600	611,4	611,4	0	0
67	800	615,4	615,6	0,2	6,3
68	2300	611,38	612,36	0,98	25,4
69	800	613,59	613,59	0	7,66
70	1100	617,26	617,26	0	0
71	800	616,29	616,29	0	0
72	800	615,33	615,33	0	7,7
73	800	614,55	614,55	0	0
74	800	614,52	614,52	0	10,9
75	800	615,37	615,37	0	0
75R	700	617	617	0	0
76	700	616,26	616,26	0	0
77	700	616,52	616,52	0	0
78	700	616,62	616,62	0	0

* : les températures inférieures à 610°C résultent de problèmes expérimentaux. Ces résultats doivent donc être utilisés avec précaution.

