

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI

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

Par

MATHIEU PARADIS

**ÉVALUATION ET IDENTIFICATION DES INCLUSIONS
DANS LES ALLIAGES DE MAGNÉSIUM AM50A ET AZ91D**

JUILLET 2003



Mise en garde/Advice

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

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

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

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

RÉSUMÉ

La demande grandissante pour le magnésium et ses alliages, ainsi que la grande production de rebuts des procédés de coulées, poussent les producteurs de magnésium à se tourner vers le recyclage pour subvenir à la demande du marché. Le magnésium est un métal aux propriétés très intéressantes : faible densité, bonne résistance à la traction, bonne coulabilité et bonne résistance à la corrosion. Cependant, ses propriétés sont grandement affectées par les inclusions présentes dans le métal. Or, le recyclage du magnésium apporte son lot d'inclusions de toutes sortes.

Dans le but de fournir un produit de qualité, les producteurs ont à leur disposition une panoplie d'appareils mesurant la propreté du métal. Toutefois, certains de ces appareils sont très onéreux et nécessitent un technicien qualifié pour les opérer. Les facteurs temporels et économiques étant très importants, il est nécessaire de trouver de nouvelles techniques plus économiques tout en demeurant tout aussi fiables.

La présente étude porte sur le magnésium pur : l'alliage AM50A et l'alliage AZ91D. L'étude inclue l'utilisation du « Brightimeter » pour quantifier la concentration des inclusions. L'identification des inclusions a été effectuée par un microscope optique et un analyseur d'images, ainsi que par un microscope à microondes électroniques couplé à un système de spectroscopie à longueurs d'ondes et à énergie dispersive aussi bien qu'à une cartographie couleur. L'effet de la composition des alliages a été évalué par des essais de traction à la température ambiante. En complément aux essais de traction, la surface de rupture des éprouvettes de traction a également été analysée.

Les principaux résultats montrent une baisse notable de l'indice de « Brightimeter » quand le niveau d'oxydes de magnésium dans l'alliage augmente. Lorsque le niveau d'oxydes de magnésium est bas, la variation de l'indice de « Brightimeter » devient très faible. L'analyse électronique révèle la présence de plusieurs types d'inclusions. Les oxydes de magnésium sont les principaux. D'autres oxydes, comme ceux d'aluminium et de fer, sont présents en plus des particules d'origine étrangère comme la silice et les sels.

La porosité peut être un défaut majeur dans les alliages. Celles observées dans nos alliages sont les retassures. Leurs effets sur l'indice de « Brightimeter » n'est pas notable, l'appareil semble plutôt insensible à la porosité. La taille des grains peut s'avérer un facteur

influençant l'indice de « Brightimeter », mais il n'en est rien. Le joint de grain est de la même couleur que la matrice; c'est seulement après une attaque chimique qu'il est révélé.

L'étude portait également sur l'identification et la quantification des phases intermétalliques présentes dans les alliages. Les deux principales phases observées sont la phase Mg-Al-Zn et la phase Mn-Al. La phase Mg-Al-Zn est grandement affectée par l'ajout d'aluminium dans l'alliage; un changement de la taille et de la morphologie des particules de la phase est observé. La phase Mn-Al, quant à elle, n'est pas affectée par l'ajout d'aluminium. La taille des particules de la phase dépend essentiellement de la quantité de manganèse.

Les essais de traction sur les éprouvettes de composition chimique différente montrent une relation directe entre la taille, la morphologie et la densité des particules de la phase versus les propriétés mécaniques des alliages. La ductilité diminue avec l'augmentation de la concentration d'aluminium, tandis que les limites d'élasticité et limite ultime semblent plutôt stables.

L'analyse de la surface de rupture des éprouvettes de tractions montre un changement du mode de fracture : de ductile, pour les alliages pauvres en aluminium à fragile, pour les alliages riches en aluminium. Ce changement s'observe par l'apparition de plans de clivage sur la surface de rupture.

En tenant compte de tous les paramètres étudiés, nous en venons à la conclusion que l'appareil « Brightimeter » est capable de détecter et de mesurer efficacement les oxydes de magnésium dans les alliages. Sa sensibilité est accrue lorsque les niveaux d'oxydes sont à leur plus haut. Pour ce qui est des bas niveaux d'oxydes, l'appareil est bon, mais avec quelques réserves. La sensibilité est affectée par plusieurs paramètres, qui ne doivent pas être négligés. La plupart de ces paramètres dépendent du processus de solidification. Pour établir une relation entre l'indice de « Brightimeter » et le niveau d'oxydes, les paramètres métallographiques doivent être clairement établis.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier Messieurs Régis Boucher et Alain Bérubé, techniciens de laboratoire de l'Université. De plus, je tiens à souligner l'appui de ma codirectrice, Madame Agnès Samuel, dans ma recherche bibliographique ainsi que pour l'analyseur d'images Leco 2001. Je veux remercier aussi tous mes collègues pour leurs précieux conseils, et spécialement Nasser Habibi pour son aide dans mon travail.

Je ne peux passer sous silence le support remarquable reçu de la part de Monsieur Fawzy Hosny Samuel, professeur émérite, titulaire de la chaire de recherche TAMILA et directeur de maîtrise. Je suis également reconnaissant envers tous les gens du Centre des Technologies Noranda de Pointe-Claire : Madame Christine Brochu ainsi que Messieurs Éric Richard, Don Argo et Peter Forakis, pour leur implication dans le projet. Je remercie aussi le groupe Intermag de Québec, pour leur expertise, ainsi que l'université McGill, plus particulièrement Monsieur Lang Shi du laboratoire des microanalyses du département des sciences de la terre et des planètes, pour son travail d'analyses de mes échantillons.

Le support du Conseil de recherches en sciences naturelles et génie du Canada, de General Motors Powertrain Group (É.U), de Corporativo Nemak (Mexique) et du Centre québécois de recherche et de développement de l'aluminium (CQRDA) a aussi été grandement apprécié.

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ	ii
REMERCIEMENTS	iv
TABLE DES MATIÈRES	v
LISTE DES FIGURES	ix
LISTE DES TABLEAUX	xviii
CHAPITRE 1	
INTRODUCTION	1
1.1 Problématique	2
1.2 Hypothèse	3
1.3 Objectifs.....	3
CHAPITRE 2	
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	5
2.1 Revue bibliographique.....	6
2.1.1 Applications des pièces coulées en magnésium	6
2.1.2 Recyclage du magnésium	11
2.2 Alliage de magnésium	13
2.2.1 Désignation des alliages et des trempes.....	13
2.2.2 Alliage de fonderie.....	13
2.2.2.1 Alliage AZ91	15
2.2.2.2 Alliages AM50A, AM60B et AM20	15
2.2.2.3 Alliages AS41B, AS21 et AE42	16
2.3 Caractérisation des alliages de magnésium	16
2.4 Procédures d'examen métallographique	20
2.5 Microstructure des alliages de magnésium.....	26
2.5.1 Constituant Mg-Al	26

2.5.2	Constituant Mn-Al	28
2.5.3	Constituant Mg-Al-Zn	29
2.5.4	Intermétallique Mg ₂ Si.....	30
2.5.5	Particules et films d'oxydes	30
2.5.6	Formation de la porosité	32
2.6	Inclusions dans le magnésium et ses alliages	34
2.6.1	Analyse des inclusions.....	36
2.6.1.1	Oxydes et nitrures	37
2.6.1.2	Carbures.....	38
2.6.1.3	Chlorures et sulfures	38
2.6.1.4	Particules riches en fer	38
2.7	Techniques pour mesurer le contenu en inclusions	42
2.7.1	PoDFA	43
2.7.2	LAIS.....	44
2.7.3	Technique de centrifugation	47
2.7.4	Technique d'évaluation des inclusions de Norsk Hydro	48
2.7.5	Autres techniques : l'ultrason et le test de fracture.....	51
2.7.6	Technique de réflexion de la lumière	54
2.7.7	Qualiflash et Prefil	59
CHAPITRE 3		
PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES		63
3.1	Équipement de fonderie	64
3.2	Fournaise.....	64
3.3	Système de gaz de protection.....	66
3.4	Procédures générales de coulées.....	68
3.4.1	Creuset	68
3.4.2	Moule	68
3.4.3	Atmosphère de protection.....	69
3.4.4	Métal utilisé	71
3.4.5	Procédure de fonte	72
3.5	Expérimentation.....	73
3.5.1	Coulée	73
3.5.2	Mesure « Brightimeter »	74
3.5.2.1	Fracture	74
3.5.2.2	Mesures	76
3.6	Sélection, coupe et pastillage.....	77
3.7	Mesure microscopique et analyseur d'images	78
3.8	Analyses complémentaires	79
3.8.1	Microscope électronique.....	79
3.8.2	Essai de traction et fractographie.....	81
3.8.2.1	Préparation des éprouvettes de traction	81
3.8.2.2	Moule et coulée.....	81

3.8.2.3	Les essais de traction	83
3.8.2.4	Préparation fractographique et métallographique.....	84
3.8.3	Impact de la composition chimique	85
3.8.4	Mesure de la taille des grains.....	85
3.8.5	Porosité	86
CHAPITRE 4		
RÉSULTATS DU « BRIGHTIMETER » ET DE L'ANALYSEUR D'IMAGES		88
4.1	Brightimeter	89
4.1.1	Magnésium pur	90
4.1.2	Alliage AZ91D	97
4.1.3	Alliage AM50A	103
4.2	Sélection	109
4.2.1	Alliage AZ91D	109
4.2.2	Alliage AM50A	111
4.3	Analyse d'images.....	113
4.4	Corrélation	114
4.4.1	Alliage AZ91D	115
4.4.2	Alliage AM50A	123
4.5	Effet du type d'alliage.....	130
4.6	Distribution des particules dans les phases.....	133
4.7	Porosité	136
4.8	Effet de la taille des grains.....	137
4.9	Autres paramètres	140
CHAPITRE 5		
ANALYSE DES INCLUSIONS PAR LA MICROSCOPIE OPTIQUE ET		
ÉLECTRONIQUE		141
5.1	Introduction.....	142
5.2	Micrographie optique.....	143
5.3	Micrographie électronique.....	148
5.4	Distribution des éléments	158
CHAPITRE 6		
ESSAIS DE TRACTION ET DE FRACTOGRAPHIE		180
6.1	Introduction.....	181
6.2	Essais de traction	182
6.2.1	Résultats et discussion	183
6.3	Microstructure.....	189
6.3.1	Phases Mn-Al et Mg-Al-Zn	189
6.3.1.1	Distribution des éléments.....	198

6.3.2	Relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques	205
6.4	Fractographie	206
CHAPITRE 7		
CONCLUSIONS		214
RECOMMANDATIONS		221
BIBLIOGRAPHIE		223

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1	Diverses applications du magnésium pour l'automobile.....	7
Figure 2.2	Boîtier de transmission d'une McLaren.....	8
Figure 2.3	Boîtier d'un appareil photo Canon.....	8
Figure 2.4	Bloc moteur.....	8
Figure 2.5	Pédales de vélo.....	9
Figure 2.6	Pièce de silencieux ¹⁰	9
Figure 2.7	Schéma des sections utilisées par Grebetz pour l'analyse ⁸	21
Figure 2.8	Schéma des sections utilisées par le CTN pour l'analyse ⁵⁷	21
Figure 2.9	Schéma des sections utilisées par le CTN pour l'analyse ⁵⁷	21
Figure 2.10	Alliage AZ91A-F coulé sous pression. Particule $Mg_{17}Al_{12}$ massive, aux frontières de petits grains. Ségrégation dans les grains, et l'absence de $Mg_{17}Al_{12}$ précipité est le résultat d'un taux élevé de refroidissement ⁶¹	27
Figure 2.11	Particule $Mg_{17}Al_{12}$ massive, contenant des globules de magnésium en solution solide entourés par des lamelles de $Mg_{17}Al_{12}$ précipitées ⁶¹	27
Figure 2.12	Alliage AZ92A-F dans un moule permanent. Particule $Mg_{17}Al_{12}$: massive aux joints de grains; précipité près des joints de grains ⁶¹	28
Figure 2.13	Forme hexagonale de la phase Mn-Al ⁶¹	28
Figure 2.14	Forme aiguille de la phase Mn-Al ⁶¹	29
Figure 2.15	Particules de la phase $Mg_{17}(Al,Zn)_{12}$	29

Figure 2.16	Alliage AS41A-F coulé sous pression ⁶¹	30
Figure 2.17	Ségrégation d'une mince couche d'oxyde dans l'alliage AZ91A-F coulé sous pression. Ce type de couche se forme dès que la surface du métal en fusion est exposée à l'air libre pendant une courte durée (quelques secondes) ⁶¹	32
Figure 2.18	Ce type de couche se forme lorsque que la surface du métal en fusion est partiellement protégée pendant une longue durée (plusieurs minutes) ⁶¹	32
Figure 2.19	Retassures ou microporosité dans l'alliage AZ92A-T6 coulé dans un moule en sable. La dispersion non-uniforme des vides (noirs) dans des zones particulières de la coulée est typique de ce genre de porosité, lesquelles résultent d'un apport insuffisant en métal à ces endroits ⁶¹ . 34	
Figure 2.20	Groupe d'oxydes (a) et de nitrures (b) dans le magnésium pur ²⁸	37
Figure 2.21	Particules intermétalliques dans l'alliage AZ91D ²⁸	39
Figure 2.22	Intermétallique α -Fe ¹⁹	40
Figure 2.23	Intermétallique α -Fe ¹⁹	41
Figure 2.24	Particule de sel ¹⁹	41
Figure 2.25	Morceau solide de MgO ¹⁹	41
Figure 2.26	Schéma de l'appareil PoDFA ²⁰	44
Figure 2.27	Schéma de l'appareil LAIS ²⁰	45
Figure 2.28	Schéma de l'appareil LiMCA ²⁰	47
Figure 2.29	Schéma de l'appareil de centrifugation ⁶⁹	48
Figure 2.30	Schéma de l'appareil utilisé par Norsk Hydro ⁵⁰	49
Figure 2.31	Filtre et inclusions ¹⁹	50
Figure 2.32	Technique de mesure par la méthode d'Intersection de Lignes ⁵⁰	51
Figure 2.33	Schéma de l'appareil à ultrasons ²⁰	52
Figure 2.34	K-Mould ²⁰	53

Figure 2.35	Schéma de l'appareil « Brightimeter » ¹⁴	56
Figure 2.36	Schéma de l'échantillon utilisé par le « Brightimeter » ¹⁴	57
Figure 2.37	Sections utilisées pour l'analyse d'images ⁶⁴	58
Figure 2.38	Appareil Qualiflash.....	61
Figure 2.39	Métal filtré par le Qualiflash donnant la mesure de la propreté.	61
Figure 2.40	Appareil Prefil.....	62
Figure 2.41	Courbes typiques produites par le Prefil.....	62
Figure 3.1	Fournaise magnésium.	65
Figure 3.2	Creuset et couvercle.....	65
Figure 3.3	Bonbonnes de gaz.	66
Figure 3.4	Division de la ligne de gaz.....	67
Figure 3.5	Rotamètres.	67
Figure 3.6	Moule métallique.	69
Figure 3.7	Intérieur du moule.....	69
Figure 3.8	Lingot de magnésium pur.	71
Figure 3.9	Lingot de magnésium coupé.	71
Figure 3.10	Magnésium liquide et solide.	72
Figure 3.11	Scie.....	75
Figure 3.12	Étau.	75
Figure 3.13	Échantillon fracturé.....	76
Figure 3.14	a) Trait de scie b) surface de rupture.	76
Figure 3.15	Appareil « Brightimeter ».	77
Figure 3.16	Microscope et analyseur d'images.....	79
Figure 3.17	Exemple d'image de microsonde électronique.....	80

Figure 3.18	Microscope à microsondes électroniques.	80
Figure 3.19	Moule Stahl.....	82
Figure 3.20	Schéma de la pièce obtenue par le moule Stahl.....	82
Figure 3.21	Machine à essais de traction MTS.	83
Figure 3.22	Pince de la machine MTS.	84
Figure 3.23	Schéma de préparation des échantillons pour le polissage.	85
Figure 4.1	Coupon d'impression du « Brightimeter ».	89
Figure 4.2	Distribution des indices de « Brightimeter » pour le magnésium pur frais.	92
Figure 4.3	Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de magnésium pur (1/3 recyclé + 2/3 propre).....	93
Figure 4.4	Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de magnésium pur (2/3 recyclé + 1/3 propre).....	94
Figure 4.5	Distribution des indices de « Brightimeter » pour le magnésium pur recyclé.....	95
Figure 4.6	Variations de l'écart type en fonction de la moyenne des indices de « Brightimeter » pour le magnésium pur.....	96
Figure 4.7	Distribution des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D frais.	98
Figure 4.8	Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de l'alliage AZ91D (1/3 recyclé + 2/3 propre).....	99
Figure 4.9	Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de l'alliage AZ91D (2/3 recyclé + 1/3 propre).....	100
Figure 4.10	Distribution des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D recyclé.....	101
Figure 4.11	Variations de l'écart type en fonction de la moyenne des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D.....	102
Figure 4.12	Distribution des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A frais.	104

Figure 4.13	Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de l'alliage AM50A (1/3 recyclé + 2/3 propre).	105
Figure 4.14	Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de l'alliage AM50A (2/3 recyclé + 1/3 propre).	106
Figure 4.15	Distribution des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A recyclé.	107
Figure 4.16	Variations de l'écart type en fonction de la moyenne des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A.	108
Figure 4.17	Tracé de la mesure systématique de l'échantillon.	114
Figure 4.18	Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D.	116
Figure 4.19	Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D (points retirés).	117
Figure 4.20	Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D (zone sale).	119
Figure 4.21	Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D (zone propre).	121
Figure 4.22	Distribution du niveau d'oxydes en fonction du nombre de champs de l'analyseur d'images pour l'alliage AZ91D.	122
Figure 4.23	Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A.	124
Figure 4.24	Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A (points retirés).	126
Figure 4.25	Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A (zone sale).	127
Figure 4.26	Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A (zone moyenne).	128
Figure 4.27	Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A (zone 0 – 0,4%).	129

Figure 4.28	Distribution des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D-maison de composition variable.	132
Figure 4.29	Particules de la phase Mg-Al-Zn de l'échantillon AZ58 (53,16).	134
Figure 4.30	Particules de la phase Mg-Al-Zn de l'échantillon AZ60 (53,94).	134
Figure 4.31	Particules de la phase Mg-Al-Zn de l'échantillon AZ28 (44,43).	135
Figure 4.32	Particules de la phase Mg-Al-Zn de l'échantillon AZ28 (44,43).	135
Figure 4.33	Distribution de la taille des grains et des indices de « Brightimeter » pour les échantillons de AZ91D.	138
Figure 4.34	Distribution de la taille des grains et des indices de « Brightimeter » pour les échantillons de AM50A.	139
Figure 5.1	Forme et taille d'un film d'oxydes dans l'échantillon AZ58.....	144
Figure 5.2	Présence d'un film d'oxydes dans l'échantillon AZ31.....	144
Figure 5.3	Forme d'oxydes dans l'échantillon AZ54.	145
Figure 5.4	Présence a) de pores et b) d'oxydes dans l'échantillon AZ34.	146
Figure 5.5	Présence a) d'oxydes et b) de pores dans l'échantillon AZ55.....	146
Figure 5.6	Présence a) d'une particule de la phase Mn-Al et b) des particules de la phase Mg-Al-Zn dans l'échantillon AZ36.....	148
Figure 5.7	Forme d'oxydes de magnésium dans l'échantillon AZ03.	149
Figure 5.8	Présence 1) d'hydroxyde de magnésium dans l'échantillon AZ03-5.	151
Figure 5.9	Présence 1) de « spinels » dans l'échantillon AZ02-5.....	152
Figure 5.10	Particule saline dans l'échantillon AM01-4.....	154
Figure 5.11	Résultat de l'analyse par rayon X à énergie dispersive de l'échantillon AM01-4.....	155
Figure 5.12	Particule ferreuse dans l'échantillon AM01-5, 1) Fe, 2) FeO et 3) Fe ₂ O ₃	156
Figure 5.13	Particule d'aluminium dans l'échantillon AM04-1.	158

Figure 5.14	Distribution des éléments dans la particule saline de l'échantillon AM01-4.....	161
Figure 5.15	Distribution des éléments dans la particule ferreuse de l'échantillon AM01-5.....	163
Figure 5.16	Distribution des éléments dans la phase Mn-Al de l'échantillon AM02-2.	164
Figure 5.17	Distribution des éléments dans la particule d'aluminium de l'échantillon AM04-1.	166
Figure 5.18	Distribution des éléments dans l'oxyde de magnésium de l'échantillon AM04-2.....	167
Figure 5.19	Distribution des éléments dans les retassures de l'échantillon AM08.	169
Figure 5.20	Distribution des éléments dans les oxydes de l'échantillon AZ03-1.	171
Figure 5.21	Distribution des éléments dans les oxydes de l'échantillon AZ03-2.	172
Figure 5.22	Distribution des éléments dans les oxydes de l'échantillon AZ03-3.	173
Figure 5.23	Distribution des éléments dans les « spinels » de l'échantillon AZ03-4.	174
Figure 5.24	Distribution des éléments dans les « spinels » de l'échantillon AZ04-1.	176
Figure 5.25	Distribution des éléments dans la particule de silice de l'échantillon AZ04-2.....	177
Figure 5.26	Distribution des éléments dans les particules de silice et de flux de l'échantillon AZ05-1.....	179
Figure 6.1	Courbes de traction des différents alliages.	185
Figure 6.2	Limite d'élasticité, limite ultime et pourcentage de déformation pour tous les alliages.	188
Figure 6.3	Microstructure de l'alliage 4%.	192
Figure 6.4	Particule de la phase Mg-Al-Zn dans l'alliage 7%.	192
Figure 6.5	Particule de la phase Mg-Al-Zn dans l'alliage 9%.	193

Figure 6.6	Particule de la phase Mg-Al-Zn dans l'alliage 11%	193
Figure 6.7	Particule de la phase Mg-Al-Zn dans l'alliage 14%	194
Figure 6.8	Distribution de la taille des particules de la phase Mg-Al-Zn pour chaque alliage.	197
Figure 6.9	Distribution du zinc dans l'alliage 4%.....	200
Figure 6.10	Distribution du manganèse dans l'alliage 4%.....	200
Figure 6.11	Distribution des éléments dans les particules de la phase Mg-Al-Zn de l'alliage 7%.....	201
Figure 6.12	Distribution des éléments dans les particules de la phase Mg-Al-Zn de l'alliage 9%.....	202
Figure 6.13	Distribution des éléments dans les particules de la phase Mg-Al-Zn de l'alliage 11%.....	203
Figure 6.14	Distribution des éléments dans les particules de la phase Mg-Al-Zn de l'alliage 14%.....	204
Figure 6.15	Fractographie de l'échantillon AZ38-T (alliage 4%) en faisceau secondaire, présence 1) d'une fossette.....	209
Figure 6.16	Fractographie de l'échantillon AZ38-T (alliage 4%) en électron rétrodiffusé, présence 1) d'une fissure secondaire et 2) d'une particule de la phase Mn-Al.....	209
Figure 6.17	Fractographie de l'échantillon AZ28-T (alliage 7%) en faisceau secondaire, présence 1) d'une fossette et 2) d'une large fossette.	210
Figure 6.18	Fractographie de l'échantillon AZ28-T (alliage 7%) en électron rétrodiffusé, présence 1) d'une particule de la phase Mg-Al-Zn et 2) d'une particule de la phase Mn-Al.....	210
Figure 6.19	Fractographie de l'échantillon AZ06-T (alliage 9%) en faisceau secondaire, présence 1) d'un plan de clivage.....	211
Figure 6.20	Fractographie de l'échantillon AZ06-T (alliage 9%) en électron rétrodiffusé.....	211
Figure 6.21	Fractographie de l'échantillon AZ17-T (alliage 11%) en faisceau secondaire.....	212

Figure 6.22	Fractographie de l'échantillon AZ17-T (alliage 11%) en électron rétrodiffusé.....	212
Figure 6.23	Fractographie de l'échantillon AZ58-T (alliage 14%) en faisceau secondaire.....	213
Figure 6.24	Fractographie de l'échantillon AZ58-T (alliage 14%) en électron rétrodiffusé.....	213

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1	Compositions (%poids) des alliages et des températures de coulée pour les alliages de magnésium pour coulée sous pression ^{29,30}	14
Tableau 2.2	Propriétés mécaniques typiques de certains alliages de magnésium à la température ambiante ²⁹	16
Tableau 2.3	Séquence d'opérations pour la préparation d'échantillons de AZ91 ⁵¹	22
Tableau 2.4	Procédure de polissage métallographique pour les alliages de magnésium.....	24
Tableau 3.1	Atmosphère de protection recommandée pour le magnésium liquide.	70
Tableau 4.1	Échantillons sélectionnés pour l'alliage AZ91D	110
Tableau 4.2	Échantillons sélectionnés pour l'alliage AM50A	112
Tableau 4.3	Analyse chimique de l'alliage AZ91 en % massique.	130
Tableau 4.4	Analyse chimique des alliages AZ91D en % massique.....	131
Tableau 4.5	Résultats du test de la porosité.....	136
Tableau 5.1	Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AZ03-123.....	149
Tableau 5.2	Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AZ03-5.....	150
Tableau 5.3	Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AZ02-5.....	152
Tableau 5.4	Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AM01-4.....	153

Tableau 5.5	Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AM01-5-1	156
Tableau 5.6	Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AM01-5-2	156
Tableau 5.7	Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AM01-5-2	157
Tableau 5.8	Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AM04-1.....	157
Tableau 6.1	Compositions chimiques des alliages Mg-Al-Zn.....	182
Tableau 6.2	Synthèse des résultats de la traction.	189
Tableau 6.3	Niveaux de manganèse dans les alliages.	190

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

1.1 Problématique

De nos jours, les applications en ingénierie de pointe tout comme celles du quotidien nécessitent des matériaux de haute qualité. Les métaux n'en font pas exception. La protection de l'environnement étant de plus en plus importante, les industries troquent les métaux ferreux contre des métaux dits légers comme l'aluminium, le magnésium et le titane. Pour pouvoir utiliser ces métaux, nous devons nous assurer de leurs qualités : la propreté du métal est de loin la plus importante. Des inclusions de toutes sortes peuvent entrer dans le métal tout au long du procédé de production de pièces. Que ce soit lors de la production du métal, de la coulée, de la refonte ou du moulage final, toutes ces inclusions ont pour effet de réduire la qualité du métal. De nombreuses techniques ont été développées, ces dernières décennies, pour évaluer le niveau de ces inclusions dans des métaux légers. Bien que plusieurs de ces techniques, comme la micrographie, donnent de très bons résultats, elles demeurent très coûteuses en raison du matériel nécessaire et du temps d'analyse. Des techniques de mesure nécessitant le moins possible de matériel et de temps doivent être développées. L'une d'elles semble prometteuse : la technique de « Brightimeter », qui consiste en l'analyse des inclusions par la réflexion de la lumière

blanche. C'est une technique simple qui, plus précisément, consiste à mesurer l'éclat d'un échantillon de métal fraîchement coulé et à relier l'indice de l'éclat obtenu à sa propreté. En utilisant différents alliages de magnésium, de proportions variées de métal frais et de métal recyclé, on parvient à couvrir une bonne plage de niveaux d'inclusions. Les alliages AM50A et AZ91D, les plus utilisés dans l'industrie du magnésium, seront étudiés afin d'établir une base de données fiable pour corrélérer les mesures et le niveau d'inclusions, et ainsi valider la technique.

1.2 Hypothèse

En se basant sur les principes de l'absorption, de la diffusion et de la réflexion de la lumière blanche par une surface, on en vient à l'hypothèse suivante : plus une surface contient des particules qui absorbent la lumière, moins cette surface réfléchira la lumière incidente, et vice versa. Ces particules, dans notre cas, seront les inclusions, plus précisément les oxydes. Les oxydes sont intimement reliés à la propreté du métal. Plus ils sont nombreux, moins le métal est « propre ». Pour résumer : plus la surface de rupture du métal réfléchit la lumière, plus cette surface est propre et, par conséquent, plus le métal est propre.

1.3 Objectifs

Ce travail se divise en plusieurs objectifs. Chacun d'entre eux est nécessaire pour atteindre l'objectif principal. Ils se divisent comme suit :

1. À l'aide du « Brightimeter », faire les mesures sur des échantillons afin de créer la base de données qui permettra d'établir une relation. Ces mesures seront prises selon une procédure précise qui devra être établie.
2. Utilisant ces mêmes échantillons, quantifier les inclusions présentes à l'aide d'un microscope et d'un analyseur d'images. Des analyses utilisant un microscope électronique seront également faites pour renforcer et confirmer les résultats obtenus avec le microscope optique.
3. Certains tests et mesures seront effectués sur des échantillons, dans le but de mettre en évidence la contribution de certains facteurs quant à la réflectivité du métal : la taille des grains, la porosité, le type de fracture et la taille des particules des phases intermétalliques.
4. Finalement, l'objectif principal sera d'établir une relation entre l'éclat de la surface de rupture d'un échantillon et son niveau d'inclusions, en se servant de toutes les mesures prises et des données obtenues : cela dans le but de valider l'instrument de mesure « Brightimeter » comme appareil évaluant la propreté du magnésium et de ses alliages. Une corrélation tenant compte des multiples facteurs qui peuvent interagir doit être établie. La relation, dans le meilleur des cas, sera linéaire.

CHAPITRE 2

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE 2

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1 Revue bibliographique

2.1.1 Applications des pièces coulées en magnésium

Au cours des dernières années, plusieurs manufacturiers automobiles ont fait une quantité significative d'investissements directs et indirects dans l'industrie du magnésium, mise en évidence par les activités des constructeurs automobiles comme General Motors, Ford, Volkswagen et bien d'autres. Cela, dans le secteur de la recherche et du développement aussi bien que dans celui de la demande d'approvisionnement en métal auprès des producteurs de magnésium du monde entier. La tendance indique que le magnésium aura un rôle à jouer de plus en plus important dans la stratégie relativement aux matériaux de l'industrie automobile^{1,2,3,4}.

Selon différents rapports, il est attendu pour les prochaines années, que la demande en magnésium grandira à peu près de 14-17% par année, pour atteindre 100 000 tonnes^{5,6,7,8}. Déjà, le design et le développement de composantes en magnésium coulées sous pression, comme la poutrelle de support du panneau d'instruments des camionnettes de série « g » de General Motor, ou comme le châssis d'un siège de voiture utilisé dans la

Alfa Romeo 156, ou encore comme dans l'assemblage de la tubulure d'échappement produite par Pierburg AG en Allemagne qui a occasionné une perte de poids de 20-50% comparativement au design d'aluminium, sont de bons indicateurs de cette tendance⁹. Les figures 2.1 à 2.6 montrent des produits faits de magnésium.

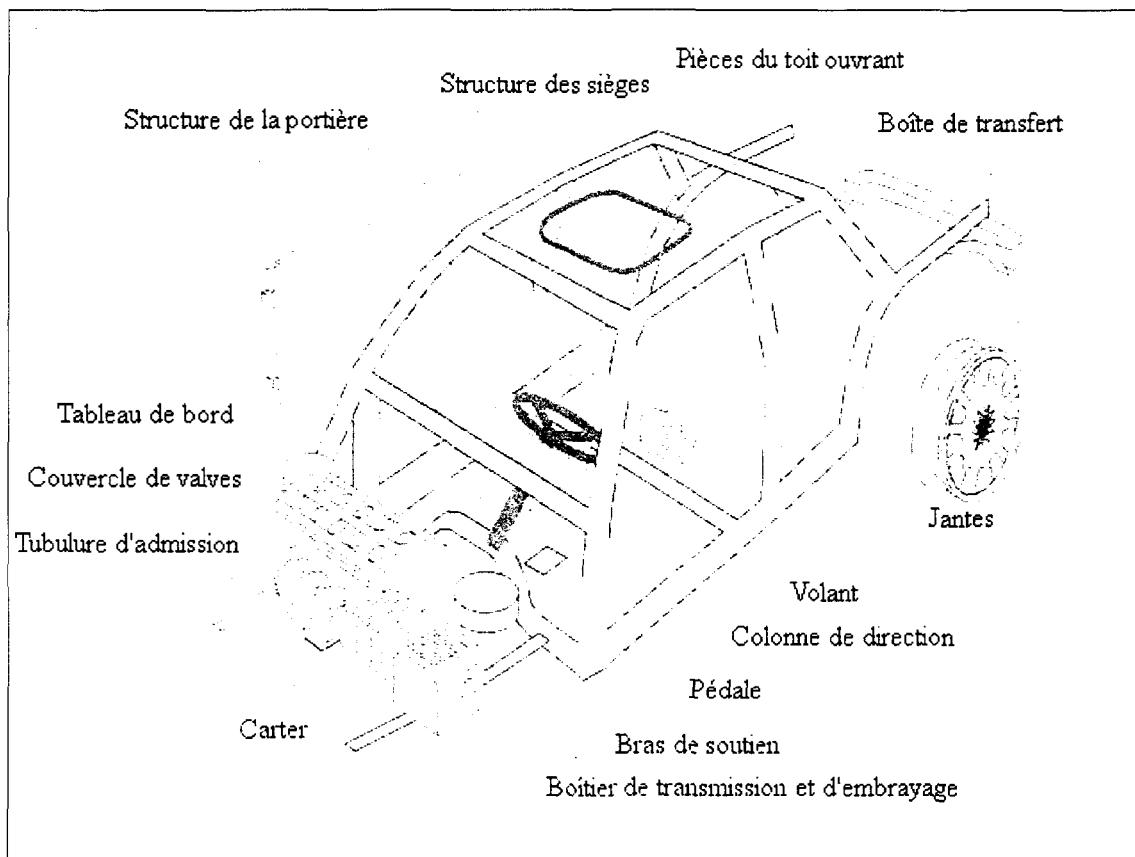


Figure 2.1 Diverses applications du magnésium pour l'automobile.

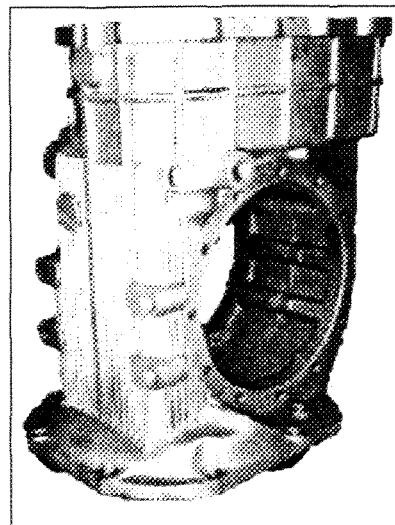


Figure 2.2 Boîtier de transmission d'une McLaren¹⁰.

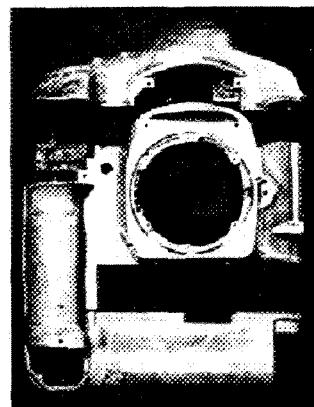


Figure 2.3 Boîtier d'un appareil photo Canon¹¹.

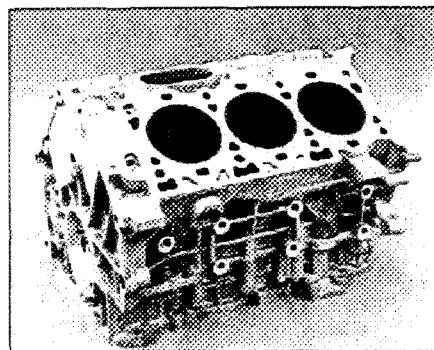


Figure 2.4 Bloc moteur¹².

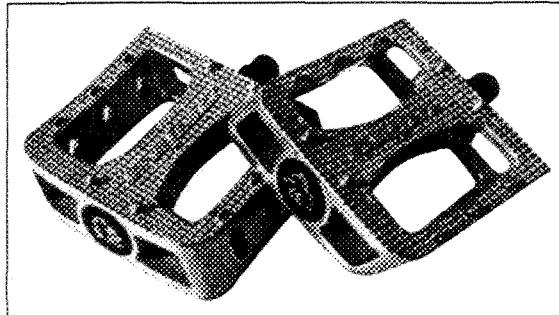


Figure 2.5 Pédales de vélo¹³.



Figure 2.6 Pièce de silencieux¹⁰.

L'intérêt grandissant pour les alliages de magnésium de fonderie peut être lié à l'introduction d'une version haute pureté (HP) des alliages communément utilisés; version introduite dans les années 80, comme les alliages AZ91D et AM60B qui dominent le marché actuel. Dû à sa haute réactivité, le procédé de magnésium a posé plusieurs défis. Le magnésium fondu réagit avec l'oxygène, l'azote et l'eau; de plus, de petites quantités d'impuretés métalliques peuvent aggraver les problèmes de corrosion. Les effets nuisibles du fer et autres métaux lourds, comme le cuivre et le nickel, sur les propriétés de corrosion du magnésium sont connus depuis des décennies; mais l'importance de contrôler la limite

de tolérance du magnésium a été réalisée tout récemment : un avantage inattendu qui a été introduit par les alliages de hautes puretés^{14,15,16}.

L'utilisation grandissante des pièces de magnésium finira par affecter les ressources et les capacités des fournisseurs¹⁷. Tandis que certaines demandes seront dépassées par une production grandissante du magnésium primaire - mise en évidence par l'accroissement du taux de production depuis 1996, par la construction d'usines comme celle de Magnola au Canada (63 000 tonnes par année pour doubler la capacité)¹⁸, par l'usine Australian Magnesium Corporation au Queensland (90 000 tonnes par année)³ -, la majeure partie d'entre elles devront utiliser le magnésium recyclé. La grande quantité de rebuts inhérente à ces opérations de coulées sous pression et le fait que la coulée sous pression soit majoritairement utilisée pour couler les composantes de magnésium en sont, évidemment, les deux principales raisons.

Bien que la réduction du poids a toujours été l'objectif premier de l'industrie automobile, l'énergie associée, les avantages environnementaux, les excellentes propriétés d'usinage du magnésium et la possibilité de produire des pièces coulées en magnésium à grande échelle sont d'autres raisons qui ont stimulé sa croissance. Quant à la qualité du magnésium recyclé limitant jusqu'à maintenant son utilisation, les récents procédés de coulée sous pression utilisant les alliages de magnésium recyclés, peuvent aussi être considérées comme une des raisons de l'augmentation de l'utilisation du magnésium dans la fabrication des automobiles.

2.1.2 Recyclage du magnésium

Le recyclage des rebuts de magnésium provenant de la coulée sous pression requière que le matériel soit refondu et correctement raffiné : en raison de la grande surface associée aux rebuts, une quantité considérable d'oxydes et de particules sont introduits dans le métal lors de la refonte. Ceux-là, et d'autres inclusions non-métalliques doivent, être retirés par quelque moyen que ce soit afin de raffiner l'alliage. Ainsi, la qualité d'un alliage fondu est toujours déterminée par sa propreté, à savoir la quantité d'inclusions présentes : films d'oxydes, particules d'oxydes, bulles d'hydrogène, ou autres impuretés. N'importe quel procédé de recyclage devrait pouvoir s'assurer de l'efficacité à retirer ces inclusions et à maintenir la composition chimique de l'alliage. De plus, les propriétés des coulées produites à partir de matériel recyclé doivent être aussi bonnes que celles produites à partir du métal primaire, de sorte qu'il peut être utilisé sécuritairement pour fabriquer des composantes automobiles ou autres¹⁵.

Comme la refonte exige seulement cinq pour cent de l'énergie requise pour produire le magnésium primaire, le raffinage et le recyclage des alliages sont en fait très viables. En date, Norsk Hydro est peut-être la seule source d'alliages recyclés, testés et approuvés par l'industrie automobile. D'autres techniques couramment utilisées incluent la refonte sans flux utilisant un gaz de purge, le système à deux fournaises, aussi bien que la traditionnelle méthode du creuset ouvert dont le flux sert à la sédimentation des inclusions. Dans la technologie Norsk Hydro, les inclusions sont retirées par décantation ou lors de leur adhésion aux murs de la fournaise¹⁹.

Plus conscients de l'importance du contenu en inclusions en regard de la qualité du métal et de ses performances, les chercheurs ont développé plusieurs méthodes pour « surveiller » ces inclusions dans les alliages de métaux légers (aluminium et magnésium), fournissant ainsi les moyens de mesurer, de caractériser et de quantifier les inclusions dans le métal pur et dans leurs alliages^{20,21,22,23,24,25,26,27,28}. Au même moment cependant, les informations pertinentes quant à la propreté et à la microstructure des alliages recyclés commerciaux de magnésium sont limitées. De telles données sont très importantes pour évaluer la possibilité de produire des alliages recyclés de qualité, ayant des propriétés semblables à celles du matériel primaire; elles sont importantes aussi pour développer de nouvelles techniques de recyclage⁸.

Cette revue littéraire traite des technologies utilisées qui concernent la propreté du magnésium et de l'importance de la propreté du métal dans le contexte du recyclage, c'est-à-dire de l'utilisation des alliages recyclés dans la production des coulées sous pression, alliages de qualité équivalente à ceux produits à partir du métal primaire. Les techniques de détection et de mesure utilisées pour évaluer la propreté du magnésium liquide, la comparaison de diverses techniques, leurs possibilités, leurs limites de détection en fonction du type d'inclusions et la caractérisation des inclusions observées dans les alliages de magnésium seront discutées.

2.2 Alliage de magnésium

2.2.1 Désignation des alliages et des trempes

En Amérique du Nord, les alliages de magnésium sont généralement désignés par le « système ASTM », lequel inclus la composition chimique et la trempe. Par exemple, dans l'alliage AZ91E-T6, le « AZ » signifie les deux principaux éléments d'alliage, l'aluminium et le zinc; le « 91 » indique respectivement leur pourcentage arrondi à l'unité près, Al 9% et Zn 1%; tandis que le « E » signifie que c'est le cinquième alliage AZ91 standardisé. La trempe appliquée « T6 » est apposée à la fin. Les alliages de haute pureté sont désignés par le suffixe « HP »^{29,30,31}. Une liste des alliages de magnésium et de leur système de désignation est fournie dans n'importe quel « handbook » de métallurgie^{32,33}.

2.2.2 Alliage de fonderie

La basse chaleur latente de fusion du magnésium fait de lui un métal idéal pour la coulée sous pression. Ainsi, les alliages de magnésium sont coulés dans des moules de sable et dans des moules permanents par le procédé de « thixomolding »³⁴, lequel utilise des lingots semi-solides d'alliages de magnésium plutôt que du métal liquide. La majorité des coulées de magnésium produites sont des coulées sous pression, particulièrement celles utilisées dans l'industrie automobile^{35,36,37,38,39,40,41,42}. Il y a trois systèmes d'alliages de magnésium utilisés commercialement pour les coulées sous haute pression :

Mg-Al-Zn	ou les alliages de type	AZ,
Mg-Al-Mn	ou les alliages de type	AM,
Mg-Al-Si-Mn	ou les alliages de type	AS.

Les compositions nominales des alliages de magnésium sélectionnés sont montrées dans le tableau 2.1, avec la température de coulée utilisée.

Tableau 2.1 Compositions (%poids) des alliages et des températures de coulée pour les alliages de magnésium pour coulée sous pression^{29,30}.

Alliage	Al%	Zn%	Mn%	Si% (max)	Fe% (max)	Cu% (max)	Ni% (max)	Autre% (max)	Température de coulée (°C)
AZ91D	8,5-9,5	0,45- 0,9	0,17- 0,40	0,05	0,004	0,015	0,001	0,01	630- 680
AM50A	4,5-5,3	0,20 max	0,28- 0,50	0,05	0,004	0,008	0,001	0,01	660- 700
AM60B	5,7-6,3	0,20 max	0,28- 0,50	0,05	0,004	0,008	0,001	0,01	660- 700
AM20	1,7-2,5	0,20 max	min 0,4	0,05	0,004	0,008	0,001	0,01	660- 700
AS41B	3,7-4,8	0,10 max	0,35- 0,6	0,6-1,4	0,0035	0,015	0,001	0,01	617 (liquides)
AS21	1,9-2,5	0,15- 0,25	min 0,2	0,7-1,2	0,004	0,008	0,001	0,01	632 (liquides)
AE42	3,6-4,4	0,20 max	min 0,1		0,004	0,04	0,001	0,01; RE% : 2,0-3-0	625 (liquides)

2.2.2.1 Alliage AZ91

Commercialement, l'alliage le plus populaire est le AZ91D. Il présente de bonnes propriétés mécaniques et physiques, une excellente coulabilité; et comme résultat du contrôle des niveaux de fer, de nickel et de cuivre, la version haute pureté (HP) a aussi une excellente résistance à la corrosion. Étant aisément produit à partir de rebuts, ce qui coûte le moins cher, une version moins pure, AZ91B, est encore utilisée dans des applications où la résistance à la corrosion n'est pas importante³⁰.

2.2.2.2 Alliages AM50A, AM60B et AM20

Ces alliages de haute pureté sont utilisés dans des applications qui requièrent une ductilité plus grande que celle offerte par les alliages AZ91. Les alliages AM possèdent de meilleures propriétés de déformation et de résistance, et une résistance à la traction légèrement plus faible que le AZ91D^{30,43}. L'alliage AM60B est utilisé dans la production sous pression de roues d'automobiles et d'équipements de sport, tandis que les alliages AM50A et AM20 sont employés dans des applications qui requièrent une ductilité encore plus grande que celle du AM60B. L'alliage AM20 est bien connu pour sa grande ductilité et sa résistance à l'impact, et il est utilisé dans la production d'équipements de sécurité des voitures.

Tableau 2.2 Propriétés mécaniques typiques de certains alliages de magnésium à la température ambiante²⁹.

Propriété	AZ91	AM60	AM50	AM20	AS41	AS21	AE42
Contrainte ultime à la traction (MPa)	240	225	210	190	215	175	230
Limite d'élasticité (0,2% offset, MPa)	160	130	125	90	140	110	145
Allongement à la rupture (%)	3	8	10	12	6	9	10
Module de Young (GPa)	45	45	45	45	45	45	45
Module élastique (cisaillage, GPa)	17	-	-	-	-	-	-
Dureté Brinell (HBS 1/5)	70	65	60	45	60	55	60
Énergie de rupture (Charpy) (J)	6	17	18	18	4	5	5

2.2.2.3 Alliages AS41B, AS21 et AE42

Ces alliages possèdent de bonnes propriétés de fluage, jusqu'à 150 °C, et ils offrent également de bonnes propriétés mécaniques à la température ambiante. Dû à sa teneur réduite en aluminium, l'alliage AS21 possède une plus grande résistance au fluage et une meilleure ductilité que le AS41, mais une résistance et une coulabilité légèrement plus faibles. L'alliage AE42 montre des propriétés similaires au AS21²⁹.

Le tableau 2.2, ci-dessus, montre les propriétés mécaniques typiques exhibées par ces alliages, à la température de la pièce.

2.3 Caractérisation des alliages de magnésium

L'augmentation significative de l'utilisation du magnésium dans les applications automobile a nécessité une évaluation plus précise des alliages AZ91, AM50 et AM60 communément employés dans ce but⁴⁴. En raison de la qualité requise des pièces coulées,

lesquelles incluent le châssis des sièges et le volant, une attention particulière a été accordée à la caractérisation de la microstructure de ces alliages. Conséquemment, des nouvelles techniques, comme l'analyse d'images et l'analyse par l'activation des neutrons rapides, ont évoluées comme moyens d'augmenter les procédures métallographiques existantes qu'utilisent le microscope optique, le microscope électronique à balayage et la spectroscopie à énergie dispersive.

La caractérisation de la microstructure est très importante dans le contrôle de la qualité des coulées, parce que les propriétés d'une composante peuvent être obtenues à partir de la visualisation des structures macroscopiques et microscopiques. En général, l'examen microstructural utilise la microscopie optique et à balayage, tandis que l'analyse automatique d'images, associée au microscope optique, est utilisée dans le but de quantifier la fraction volumique et la taille des particules. Considérant que le microscope électronique à balayage et la spectroscopie à énergie dispersive sont utilisés pour l'identification des phases et des particules, le but est de caractériser la microstructure, les intermétalliques, les inclusions non-métalliques et autres défauts, comme la porosité, présents dans l'échantillon de l'alliage et qui peuvent tous en affecter les propriétés.

D'autres méthodes plus récentes de caractérisation des inclusions, comme l'analyse par l'activation des neutrons rapides⁴⁵, sont capables de fournir des informations très précises sur le contenu en oxygène des alliages de magnésium; de même la technique de la réflexion de la lumière¹⁴, développée par Dow Chemical pour la mesure des inclusions non-métalliques. L'avantage certain de la technique de l'activation des neutrons rapides est

qu'elle fournit une mesure très sensible, calibrée et non-destructive du niveau d'oxygène dans l'alliage, indépendamment de la microstructure.

La technique de la réflexion de la lumière, de Dow, est une méthode simple, rapide et peu coûteuse pour la quantification des inclusions non-métalliques; elle est basée sur la luminosité relative de la lumière réfléchie par une surface de fracture d'un échantillon contenant des inclusions non-métalliques¹⁴. La mesure de la luminosité obtenue à partir de cette technique est corrélée avec le contenu en MgO obtenu de l'analyse par l'activation des neutrons rapides, par la spectroscopie de masse par décharges électriques, par la spectroscopie d'émissions d'étincelles à arc, et par la procédure de comptage à l'aide d'un microscope. Cette technique convient particulièrement au contrôle de la qualité en temps réel (durant le raffinage), et utilise le même type d'échantillons que celui utilisé pour l'analyse chimique. Ce qui parle fortement en sa faveur.

Bien qu'il ait été démontré que les propriétés mécaniques sont directement reliées à la propreté du métal (taille et quantité des inclusions), comme défini par la technique, Haerle¹⁴, un chercheur de la compagnie Dow qui a proposé la technique, suggère néanmoins que cette dernière soit utilisée seulement comme outil dans le procédé du magnésium et non pas pour prédire les propriétés des pièces coulées, car les conditions de coulée semblent avoir une plus grande influence sur les propriétés finales que le bas niveau d'inclusions non-métalliques.

Les techniques de la spectroscopie de masse par décharges électriques et la spectroscopie d'émissions à arc mentionnées, sont parmi celles qui mesurent le contenu en oxygène directement de l'alliage. Dans le premier cas, un plasma constitué d'un gaz rare est

utilisé pour arracher des atomes de la surface de l'échantillon et les atomes ionisés sont ensuite mesurés dans un spectromètre de masse. Dans la méthode de la spectroscopie d'émissions à arc, un arc électrique créé à la surface de l'échantillon forme un plasma, lequel est collecté et analysé (sensibilité limite : 200 ppm). Les petits échantillons utilisés dans les deux techniques requièrent que plusieurs autres échantillons soient mesurés, pour en arriver à une estimation raisonnable du niveau d'oxygène dans le volume de métal^{45,46}.

L'utilisation de la technique du LiMCA (Liquid Metal Cleanliness Analyser) dans l'industrie de l'aluminium, pour mesurer le niveau d'oxygène, est bien connue; cependant, son application aux alliages de magnésium est toujours en développement^{28,47}. Norsk Hydro utilise la méthode « Inclusion Assessment », similaire à la technique LAIS (Liquid Aluminium Inclusion Sampling)⁴⁸, qui quantifie les films d'oxydes et les inclusions capturées à l'intérieur des fines mailles d'un filtre, à l'aide d'un analyseur d'images^{48,49,50}.

En dépit du fait qu'il y ait plusieurs méthodes pour mesurer le contenu en inclusions non-métalliques, la plupart d'entre elles ne fournissent pas immédiatement une réponse à la propreté du métal. Ainsi, il n'y a pas de consensus dans l'industrie automobile quant à la meilleure méthode à adopter, c'est-à-dire quant au procédé de recyclage prouvant étant le plus efficace à retirer les inclusions. Tout bien considéré, la technique de la réflexion de la lumière semble être la plus prometteuse, la plus rapide et la moins coûteuse. Cependant, la validation de cette technique comme outil standard dans la mesure de la propreté du métal n'est pas encore établie. L'analyse d'images et l'analyse par l'activation des neutrons rapides, bien qu'elles soient de bonnes méthodes en soi, ne sont pas un choix idéal parce qu'elles requièrent des opérateurs bien entraînés et parce qu'elles sont longues et coûteuses.

Néanmoins, elles pourraient très bien servir à vérifier les résultats obtenus par la technique Dow.

Les secteurs de recherche et développement des compagnies industrielles ont fait des tests importants pour comparer les structures des matériaux recyclés et celles des lingots primaires, aussi bien que les propriétés mécaniques et corrosives de pièces préparées à partir des deux sources^{8,15,18,34,51,52,53,54,55,56}. Il apparaît dans l'intérêt commun de l'industrie du magnésium, de l'automobile et du recyclage, que des procédures de retrait des inclusions non-métalliques soient trouvées dans un futur rapproché.

Comme il est prévu, la caractérisation de la microstructure dans le présent projet sera principalement effectuée par un microscope optique, par un analyseur d'images et par un microscope électronique à balayage/spectroscope à énergie dispersive. Il est approprié de présenter les procédures standard de préparation et d'examen des échantillons par l'utilisation de ces techniques dans différentes sections.

2.4 Procédures d'examen métallographique

Dans un but métallographique, des sections sélectionnées sont retirées des morceaux de lingot pour obtenir des échantillons venant de sections différentes du lingot : la fin et la mi-section (dans le sens de la longueur), aussi bien que le dessus et le centre (dans le sens de l'épaisseur). La figure 2.7 montre le plan de l'échantillonnage utilisé par Grebetz⁸, tandis que les figures 2.8 et 2.9 montrent les échantillons du dessus et du centre, en plus des sections de lingot utilisées par le groupe de magnésium du Centre des Technologies Noranda⁵⁷.

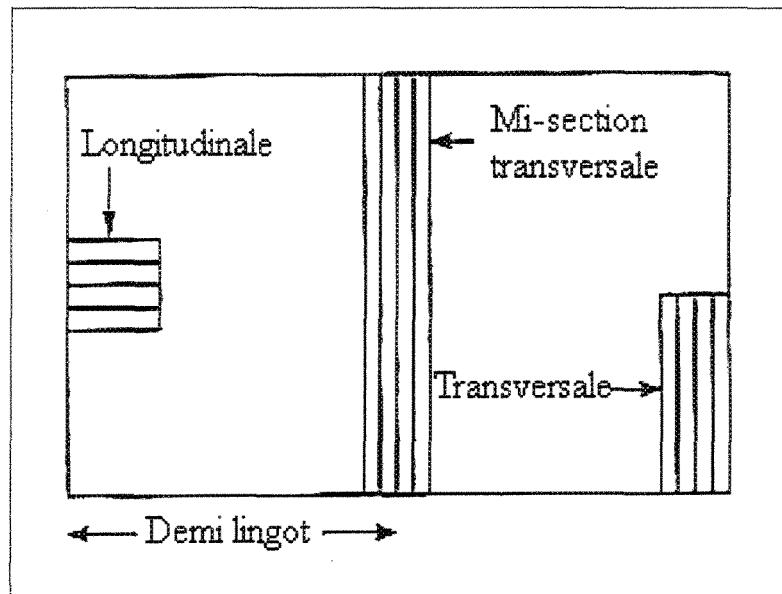


Figure 2.7 Schéma des sections utilisées par Grebetz pour l'analyse⁸.

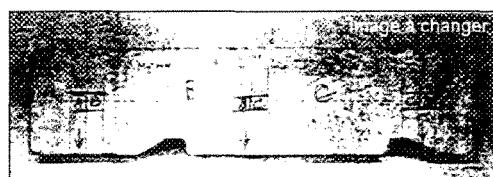


Figure 2.8 Schéma des sections utilisées par le CTN pour l'analyse⁵⁷.

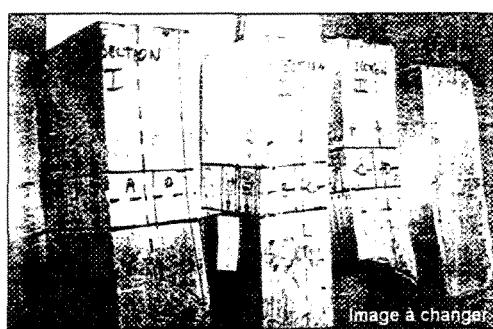


Figure 2.9 Schéma des sections utilisées par le CTN pour l'analyse⁵⁷.

Les échantillons d'alliage sectionnés sont pastillés dans une résine chaude (bakelite) et polis mécaniquement, utilisant successivement du papier à sabler fait de carbure de silicium de plus en plus fin et des pâtes à polir contenant des diamants. Cette procédure spéciale fournit des surfaces de haute qualité en accord avec Tartaglia et Grebetz⁴⁴, qui ont étudié les particules intermétalliques et les inclusions dans les alliages AM50A, AM60B et AZ91D.

Le tableau 2.3 montre une séquence d'opérations optimisées, proposée par Schaberger⁵⁸ pour la caractérisation des alliages de magnésium AZ91 de haute pureté, basée sur l'examen d'une quantité innombrable d'échantillons. Dû à la faible dureté des alliages, le temps de sablage et de polissage est réduit pour éviter une déformation du relief.

Tableau 2.3 Séquence d'opérations pour la préparation d'échantillons de AZ91⁵¹

Préparation des échantillons et pastillage
Sablage (180)
Sablage (320)
Sablage (600)
Sablage (1000)
Rinçage avec une solution de savon
Polissage (9 µm) → Bain ultrasonique → Rinçage avec du savon et de l'alcool
Polissage (3 µm) → Bain ultrasonique → Rinçage avec du savon et de l'alcool
Polissage – Polissage final (0,02 µm)
Attaque chimique
Sablage @ 300 rpm 30N pour 3min
Polissage @ 150 rpm 20N pour 2min

L'examen métallographique est normalement effectué immédiatement sur la surface polie miroir. Les échantillons sont principalement examinés en fonction de trois constituants : les oxydes, les particules intermétalliques et les phases. Des exemples des

différentes microographies sont montrés aux figures 2.10 à 2.19. Très rarement, et selon le contenu en silicium de l'alliage, des particules de Mg₂Si peuvent aussi être observées, dont la couleur bleue est caractéristique sous le microscope optique. La phase Mg₁₇Al₁₂ est observée après une profonde attaque chimique dans une solution phospho-picral. L'utilisation de cette solution rend la phase Mg-Al beaucoup plus visible.

Selon l'attaque chimique, les informations obtenues seront différentes. Tandis que l'attaque macro fournit des informations quant à la taille des grains et quant à leur croissance, l'attaque micro, permet d'examiner les différentes phases présentes et leur distribution dans la microstructure. Les alliages de magnésium sont facilement attaquables par les acides, et les solutions d'acide faible sont les plus appropriées. De plus, Schaberger⁵⁸ a trouvé que les solutions suivantes étaient les plus efficaces :

Macro-attaque: 90 ml eau + 10 ml acide acétique (12-13 secs)

Micro-attaque: 100 ml eau + 2,1 g acide oxalique (3-5 secs)

95 ml éthanol + 5 ml acide acétique (50-60 secs)

97 ml éthanol + 3 ml acide sulfurique (3-5 secs)

Pour éviter toute fausse observation, les échantillons doivent être lavés avec de l'alcool immédiatement après l'attaque chimique.

Tableau 2.4 Procédure de polissage métallographique pour les alliages de magnésium⁵⁹.

	Sablage Étape 1	Sablage Étape 2	Polissage Étape 1	Polissage Étape 2	Polissage Étape 3
Surface	Papier à sabler	Papier à sabler	Texmet	DP-MOL	DP-NAP
Abrasif	80 FEPA P	220-800- 1200-2400 FEPA P	Diamant 3µm	Diamant 1µm	Diamant 1µm
Lubrifiant	Eau	Eau	DP-RED	DP-RED	DP-RED
Temps	Tant qu'il n'est pas plat	30 secs	90 secs	60 secs	15 secs
Force	5 lbs/échan	5 lbs/échan	5 lbs/échan	5 lbs/échan	10 lbs/échan
Vitesse (rpm)	250	250	100	100	100
Rotation	Même sens	Même sens	Même sens	Même sens	Sens contraire
Rinçage	Eau	Eau	Eau + savon	Eau	Eau

D'autres centres de recherche ont leur propre procédure de polissage des alliages de magnésium⁵⁹, comme montré au tableau 2.4, ci-dessus. Il est suggéré qu'après le polissage, l'échantillon soit rapidement lavé, rincé et séché pour éviter le ternissement de l'alliage.

Comme mentionné auparavant, Tartaglia et Grebetz⁴⁴ ont effectué l'évaluation des microstructures du AM50, AM60 et AZ91 vierge et recyclé, alliages obtenus de plusieurs sources, en étudiant plus spécifiquement sur la distribution des inclusions et des particules intermétalliques à l'intérieur du volume du lingot et dans les régions de surface.

Pour la quantification, c'est-à-dire la mesure de la fraction volumique et de la taille des particules, l'analyseur d'images (automatique ou manuel) est normalement employé; un certain nombre de champs sont mesurés sous un grossissement sélectionné et approprié, traversant entièrement l'échantillon de façon systématique et régulière⁶⁰.

Dans leur cas, vingt-cinq champs à grossissement de 500X sont analysés (chaque champ ayant une surface d'environ 0,041 mm²); le nombre de particules, le pourcentage surfacique et la grosseur étant les paramètres mesurés.

L'observation avec le microscope électronique à balayage implique deux images de la surface de l'échantillon : le faisceau secondaire et l'électron rétrodiffusé. Le premier fournit les contrastes topographiques, tandis que le second fournit les contrastes atomiques, dans lesquels les régions des éléments de nombre atomique élevé (i.e. les éléments les plus lourds) apparaissent le plus clairement.

La spectroscopie d'énergie dispersive est utilisée en association avec le microscope électronique à balayage, dans le but de déterminer la composition élémentaire des éléments de la microstructure qui sont observés et ainsi s'assurer de l'identité de n'importe quel composant particulier. En plus de l'identification les éléments constituant les phases, les pics élémentaires sur le spectre de la spectroscopie à énergie dispersive peuvent aussi révéler la présence des éléments d'alliages ou les impuretés présentes dans toute la matrice, ce qui est impossible à détecter avec un microscope optique ou électronique à balayage.

Dans le contexte des procédures métallographiques, il est important de mentionner ici que l'Institute of Magnesium Technology a développé sa propre procédure pour comparer la propreté du métal des lingots de magnésium, procédure basée sur la mesure des oxydes utilisant l'analyse métallographique optique. Selon la taille et le nombre d'oxydes observés sur une moyenne de six échantillons polis, soigneusement sélectionnés à travers chaque lingot, il est coté sur une échelle de 1 à 10. Les oxydes sont comptés manuellement,

utilisant un faible grossissement pour compter les inclusions et un plus important pour déterminer leur morphologie⁴⁵.

2.5 Microstructure des alliages de magnésium

Les alliages de magnésium se déforment plastiquement par glissement et « twinning ». Les lignes de glissement sont uniquement visibles après une déformation et/ou un traitement thermique de l'échantillon poli et sont reconnaissables, après attaques chimiques, à leur forme lenticulaire⁶¹. Les alliages AZ91D, AM60B et AM50A montrent généralement la même microstructure générale : du magnésium en solution solide, des constituants de Mg-Al et de Mn-Al, des oxydes et autres défauts.

2.5.1 Constituant Mg-Al

L'intermétallique Mg-Al peut être observé directement de la surface polie d'un spécimen; mais à cause de sa couleur très pâle, il est difficile de le distinguer du magnésium en solution solide de l'arrière-plan. Une solution phospho-picral est généralement utilisée pour rendre le Mg-Al plus visible.

Il y a aussi des formes eutectiques : la solution solide de l'aluminium, dans le magnésium, et le composé intermétallique $Mg_{17}Al_{12}$. Avec un refroidissement normal, cet eutectique prend l'une ou l'autre des deux formes. Dans un alliage sans zinc, la forme eutectique est une particule massive qui contient des îlots de solution solide de magnésium. Dans un alliage avec zinc, une forme séparée de l'eutectique est obtenue : des particules du composé en solution solide, ou ce qui s'y apparaît, se mélangent avec celles de la solution

solide primaire. Le plus grand nombre de particules de cette phase est observé dans l'alliage AZ91; l'alliage AM, quant à lui, en présente moins probablement à cause de son différent contenu en aluminium. La taille des particules de cette phase ne varie pas vraiment d'un alliage à l'autre⁶¹. Les figures 2.10 à 2.12 montrent des exemples des particules de ces phases.

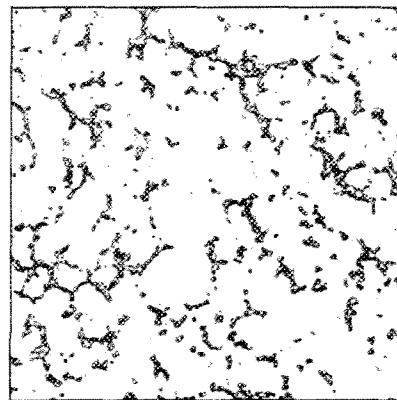


Figure 2.10 Alliage AZ91A-F coulé sous pression. Particule $Mg_{17}Al_{12}$ massive, aux frontières de petits grains. Ségrégation dans les grains, et l'absence de $Mg_{17}Al_{12}$ précipité est le résultat d'un taux élevé de refroidissement⁶¹.

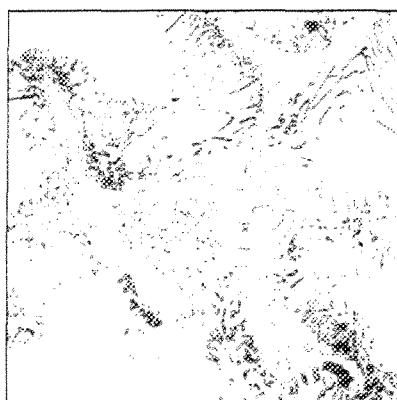


Figure 2.11 Particule $Mg_{17}Al_{12}$ massive, contenant des globules de magnésium en solution solide entourés par des lamelles de $Mg_{17}Al_{12}$ précipitées⁶¹.

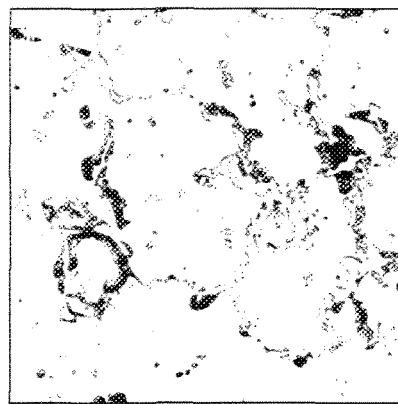


Figure 2.12 Alliage AZ92A-F dans un moule permanent. Particule Mg₁₇Al₁₂ : massive aux joints de grains; précipité près des joints de grains⁶¹.

2.5.2 Constituant Mn-Al

La phase Mn-Al est observée en différentes morphologies, incluant les formes hexagonales et aiguilles⁴⁴. La quantité du constituant Mn-Al est contrôlée par le niveau de manganèse de l'alliage, et peut ainsi être la même dans des alliages ayant des niveaux de manganèse similaires. Les figures 2.13 et 2.14 montrent des exemples des morphologies possibles.

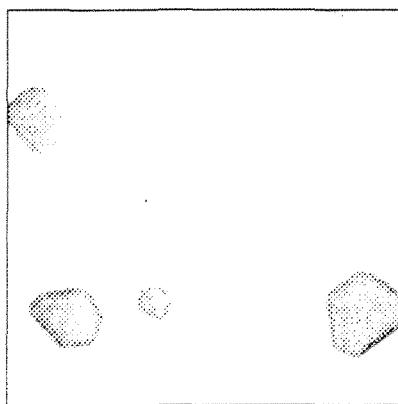


Figure 2.13 Forme hexagonale de la phase Mn-Al⁶¹.

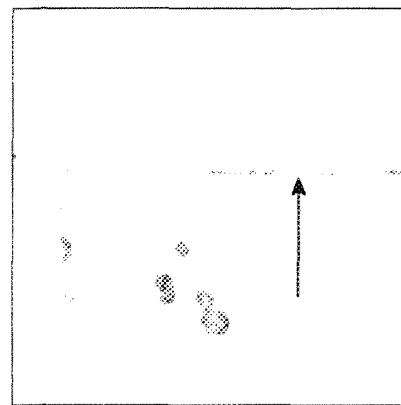


Figure 2.14 Forme aiguille de la phase Mn-Al⁶¹.

2.5.3 Constituant Mg-Al-Zn

La phase Mg-Al-Zn est observée dans les alliages de types AZ. Sa composition est généralement $Mg_{17}(Al,Zn)_{12}$. Bien que sa forme soit une très grosse tache, elle demeure difficile à voir en raison de sa couleur très pâle qui s'apparente à celle de la matrice de magnésium. Or, une simple attaque chimique permet de rendre visible cette phase. Cependant, et dû à la masse du zinc contenu dans la phase, elle est facilement observable au microscope électronique à balayage. La figure 2.15 montre un exemple des particules de cette phase.

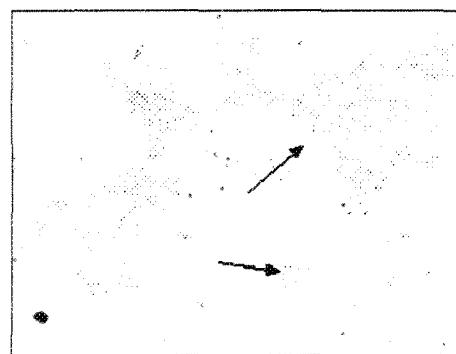


Figure 2.15 Particules de la phase Mg₁₇(Al,Zn)₁₂.

2.5.4 Intermétallique Mg_2Si

Si une quantité suffisante de silicium est présente dans l'alliage, le constituant Mg_2Si peut se former, mais il n'est pas observé fréquemment. Il a une couleur caractéristique bleue sous le microscope optique. La phase Mg_2Si est observée sous deux formes : globulaire et script chinois. Un exemple de sa morphologie est montré à la figure 2.16.

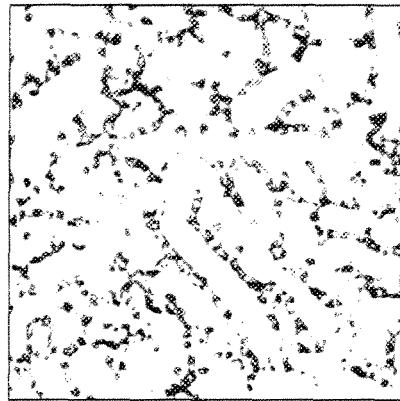


Figure 2.16 Alliage AS41A-F coulé sous pression⁶¹.

2.5.5 Particules et films d'oxydes

Plusieurs types de films d'oxydes peuvent être observés. Ils peuvent apparaître comme de minces lignes irrégulières noires dans la microstructure. Les films formés dans le creuset sont normalement épais et regroupés, et peuvent contenir des particules riches en manganèse. Lors de la rupture des films d'oxydes durant le versage ou à cause des turbulences pendant le remplissage du moule, de minces et longs films apparaissent.

Tartaglia et Grebetz⁴⁴ ont classifié les films d'oxydes en type dentelle et type serpent. Les oxydes en dentelle sont ceux qui forment des films continus, alors que les oxydes serpent forment des réseaux diffus. Actuellement, ces derniers semblent être beaucoup plus

épais comparativement aux films d'oxydes serpent. Les oxydes peuvent être trouvés à l'intérieur des lingots ou sur leur surface.

Les particules d'oxyde peuvent posséder des morphologies variables et sont observées autant en petites particules discrètes qu'en plusieurs particules regroupées. Les particules discrètes peuvent être observées en association avec le constituant Mn-Al, tandis que les grappes sont souvent observées en association avec les nitrures.

Tous ces types d'oxydes se retrouvent dans les trois alliages. Les niveaux d'oxydes, obtenus par l'analyse d'images de l'intérieur des lingots, varient largement selon la source de l'alliage. Les études avec l'analyse par l'activation des neutrons rapides⁴⁵ ont aussi montré que la concentration d'oxygène peut se situer entre 50 ppm et plusieurs milliers, les plus hauts niveaux se concentrant au milieu du dessus du lingot. La procédure de l'Institute of Magnesium Technology sert à classifier les lingots de magnésium; elle prend aussi en considération la ségrégation des oxydes, en faisant la moyenne des mesures prises sur six échantillons soigneusement sélectionnés à des positions différentes du lingot. Les figures 2.17 et 2.18 montrent des exemples des formes d'oxydes existants dans les alliages de magnésium.

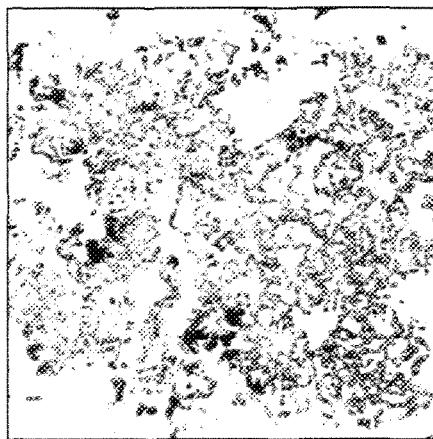


Figure 2.17 Ségrégation d'une mince couche d'oxyde dans l'alliage AZ91A-F coulé sous pression. Ce type de couche se forme dès que la surface du métal en fusion est exposée à l'air libre pendant une courte durée (quelques secondes)⁶¹.

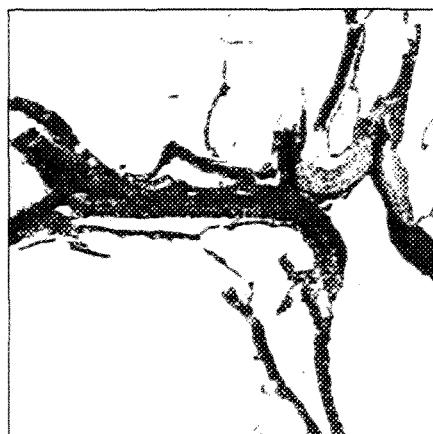


Figure 2.18 Ce type de couche se forme lorsque que la surface du métal en fusion est partiellement protégée pendant une longue durée (plusieurs minutes)⁶¹.

2.5.6 Formation de la porosité

Il est connu que l'hydrogène peut causer des problèmes de porosité dans les coulées de magnésium, bien que la limite de tolérance soit discutée en raison probablement de la difficulté à mesurer l'hydrogène dans le magnésium. Comme l'hydrogène est aussi accumulé durant l'entreposage, il est nécessaire de minimiser son contenu par le dégazage

ou par d'autres moyens. Bakke et ses coéquipiers^{62,63} ont développé la technique « H-strip » pour la mesure de l'hydrogène, mesure qui consiste à retirer l'hydrogène d'un volume connu de magnésium liquide. L'unité sert aussi à fournir un procédé pour retirer l'hydrogène par le dégazage.

L'utilisation d'une atmosphère de protection (0,5% SO₂ ou 3-5% CO₂) durant les traitements thermiques des alliages de magnésium prévient d'une oxydation de haute température ou d'un flambage possibles, ainsi que les dépôts eutectiques près de la surface du métal peuvent être attaqués. Cet eutectique fondu est reconnaissable par de petits vides, principalement intergranulaire, qui s'apparente à la microporosité mais qui sont de forme moins irrégulière. Les vides d'origine douteuse dans les alliages de magnésium-aluminium peuvent être identifiés, après le traitement thermique, par l'observation de la distribution du constituant Mg₁₇Al₁₂ précipité. Si peu ou pas de précipité est observé dans l'immédiate proximité des vides, alors ces derniers sont dûs à la microporosité. Cependant, quand plus de précipité est présent dans les vides plutôt qu'aux alentours, les vides, sont alors causés par la fonte de l'eutectique durant le traitement thermique⁶¹.

Les travaux d'analyse d'images ont révélé que la porosité est souvent observée dans le magnésium non-raffiné et résulte de l'incorporation de gaz dans le métal liquide, ce qui est la conséquence de la « pyrolyzation » des lubrifiants présents dans les rebuts. Il a aussi été observé par Grebetz et Haerle⁶⁴, que la porosité affecte la luminosité des échantillons, quoiqu'à un degré beaucoup plus bas que dans les films d'oxydes présents dans le métal liquide. Les auteurs ont suggéré que d'autres analyses de la porosité puissent mener à une meilleure compréhension du comportement des inclusions non-métalliques dans le

magnésium. Dans ce contexte, l'association des oxydes avec d'autres inclusions et particules intermétalliques, en plus de la porosité, ont souvent été observées lors des expertises de propreté du métal faites sur des alliages d'aluminium. La figure 2.19 montre la microporosité trouvée dans l'alliage AZ92A-T6.

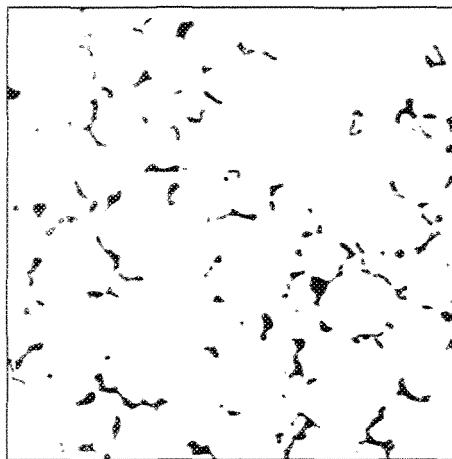


Figure 2.19 Retassures ou microporosité dans l'alliage AZ92A-T6 coulé dans un moule en sable. La dispersion non-uniforme des vides (noirs) dans des zones particulières de la coulée est typique de ce genre de porosité, lesquelles résultent d'un apport insuffisant en métal à ces endroits⁶¹.

2.6 Inclusions dans le magnésium et ses alliages

Les inclusions dans les alliages de magnésium fondus peuvent provenir de sources diverses durant n'importe quelle étape du procédé, en plus de celles déjà existantes dans le métal recyclé, dans le cas où les alliages sont préparés à partir de ce matériel. Tant que le magnésium primaire est concerné, les deux procédés de production que sont l'électrolyse du chlorure de magnésium et la réduction thermique de l'oxyde de magnésium^{65,66} peuvent agir comme sources d'inclusions, bien qu'un moins grand nombre d'inclusions soient obtenues de ce dernier procédé. Dans le procédé d'extraction électrolytique, les inclusions

dissoutes dans le magnésium primaire peuvent provenir du mineraï. Finement dispersés, $MgCl_2$ et autres chlorures peuvent aussi être formés et transportés avec le magnésium liquide durant le transfert du métal. Des carbures peuvent aussi provenir du magnésium de source électrolytique.

La nature volatile du magnésium liquide facilite la formation du MgO lorsqu'il est exposé à l'air libre. Les nitrides de magnésium peuvent aussi se former à partir de la réaction du magnésium avec l'azote. Le magnésium réagit également avec le mélange de SF_6 employé comme atmosphère de protection pour prévenir l'oxydation excessive ou la combustion, cela en formant un film de protection qui contient des phases MgF_2 , MgS et $MgSO_4$ qui produisent des inclusions une fois dans le métal²⁰.

Les inclusions intermétalliques résultent de la présence de fer et de manganèse dans l'alliage. L'addition de manganèse enlève le fer par la décantation du composé intermétallique Fe-Mn. Dans les alliages magnésium-aluminium, du $MnAl_6$ est formé par l'addition du manganèse. Des procédures comme le raffinage de grains ou le dégazage utilisant l'hexachloroéthane (C_2Cl_6) peuvent aboutir à la formation d'inclusions de carbure. En additionnant de l'aluminium au magnésium liquide, des inclusions Al_4C_3 sont communément observées.

Dans le cas du magnésium produit à partir de matériel recyclé, les surfaces oxydées deviennent une source majeure d'inclusions, tandis que les lubrifiants agissent comme sources de gaz entrant dans le liquide, lequel mène à la formation de pores dans la pièce solide.

La variété d'inclusions trouvées dans le magnésium liquide peut être divisée en deux groupes principaux : les inclusions non-métalliques et les inclusions intermétalliques. Les inclusions non-métalliques incluent les oxydes et les nitrures de magnésium, les chlorures de sodium, de calcium, de magnésium et de potassium, les carbures d'aluminium et de calcium, les sulfures, les fluorures et les sulfates de magnésium. Les intermétalliques sont principalement des particules riches en fer.

Une revue de la littérature révèle que l'analyse des inclusions dans le magnésium peut être attribuée principalement à Simensen^{67,68,69}, au début des années 80, et à Bakke, Oymo et leurs coéquipiers de Norsk Hydro^{19,28,49,50,70}. Suivant l'introduction récente de la technique de la réflexion de la lumière, de Dow, pour la quantification des inclusions non-métalliques¹⁴, un bon nombre d'études ont été publiées par Haerle (Dow Chemical), Grebetz (Chrysler) et leurs coéquipiers. Ces derniers ont été actifs dans le domaine de l'évaluation de la propreté du métal; pour établir la validité de leur technique, il ont utilisé des analyses d'images étendues^{8,15,20,44,64}. Une analyse des inclusions, rapportée par ces groupes, est présentée ci-dessous. Les méthodes actuelles seront discutées dans la prochaine section, à l'aide des techniques de mesure des inclusions déjà établies.

2.6.1 Analyse des inclusions

Avec l'utilisation appropriée de la nouvelle technique de centrifugation, permettant l'analyse des inclusions dans l'aluminium et le magnésium⁶⁹, Simensen et ses coéquipiers^{67,68} ont observé les inclusions décrites ci-dessous. Les caractéristiques de ces

inclusions sont identifiées et leur distribution de taille est déterminée par un microscope à microsondes électroniques, par la diffraction des rayons X et par un compteur Coulter.

2.6.1.1 Oxydes et nitrures

Les oxydes sont du MgO, communément trouvé avec les nitrures et les chlorures de magnésium sous la forme de minces films dans lesquels le MgO est dominant, ou sous la forme de grappes agglomérées normalement observées après la réaction du liquide avec l'atmosphère. Le contenu en nitrures se situe entre 10-53 ppm⁶⁷, tandis que leur taille varie de 3 à 120 μm (moyenne d'environ 20 μm). Les grappes agglomérées sont plus larges, environ 10-600 μm en taille (moyenne d'environ 75 μm). Un exemple est montré à la figure 2.20.



Figure 2.20 Groupe d'oxydes (a) et de nitrures (b) dans le magnésium pur²⁸.

2.6.1.2 Carbures

Les deux carbures principalement observés sont le Al_4C_3 et le CaC_2 . Le premier représente des disques fins hexagonaux ou rectangulaires retrouvés individuellement ou en groupes, avec une taille de 0,1-10 μm (épaisseur $<0,5 \mu\text{m}$) et dont la plupart des particules mesurent 2-4 μm . La concentration de Al_4C_3 s'échelonne de 1,2 à 8 ppm. Quant aux inclusions CaC_2 , elles n'ont pas de morphologie particulière; elles ont une taille de 2-20 μm et une très basse concentration, moins de 1 ppm.

2.6.1.3 Chlorures et sulfures

Les chlorures (MgCl_2) sont usuellement mélangés avec les oxydes et apparaissent sous la forme de grappes, lesquelles formant de fins films contenant des particules foncées. Les sulfures ou sulfates, MgS ou MgSO_4 et CaS ou CaSO_4 , sont le plus souvent retrouvés comme impuretés, en liaison avec les particules d'oxydes ou CaC_2 respectivement.

2.6.1.4 Particules riches en fer

Elles sont généralement observées sous la forme de cubes, de cubes agglomérés, de tiges ou sous d'autres formes plus complexes. Ces particules sont : $\alpha\text{-Fe}$, Fe_3Si et Fe_3Si_3 contenant du fer, du silicium et du manganèse, ainsi que des traces de nickel, de titane et d'aluminium. Les inclusions dominantes peuvent différer d'un matériel à l'autre, et les concentrations peuvent s'étendre entre 45 et 270 ppm. Les particules riches en fer sont

connues pour leur diminution de la résistance à la corrosion⁶⁷. La figure 2.21 montre un exemple des particules intermétalliques observées dans l'alliage AZ91D²⁸.

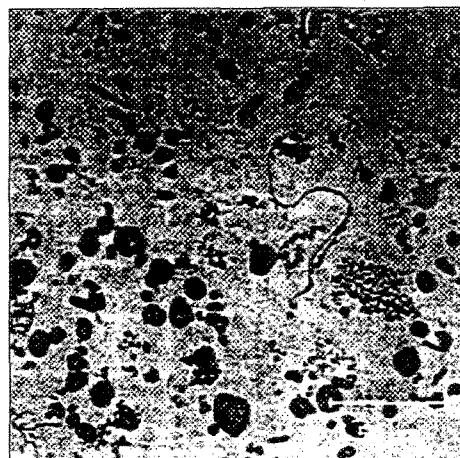


Figure 2.21 Particules intermétalliques dans l'alliage AZ91D²⁸.

Les particules intermétalliques formées durant la fonte et l'attente peuvent aussi mener à la formation de « sludge ». Le « sludge » est aussi généré par les oxydes provenant du métal recyclé. La composition de « sludge » est typique : 20% d'oxydes, 25-40% de particules intermétalliques, 12% d'alliage de magnésium et le reste sont des sels⁷⁰.

Bakke⁵⁰ utilise l'adaptation de Norsk Hydro de la technique de filtration, pour effectuer les mesures sur les particules (voir figure 2.30). Le contenu en inclusions est évalué à partir du filtre sectionné (figure 2.31) par la méthode d'Intersection de Lignes (figure 2.32), dans laquelle la fraction volumique des inclusions (en mm³/kg) est déterminée à partir de la longueur totale des particules interceptées par N lignes perpendiculaires au filtre, selon une formule donnée. Les inclusions les plus observées sont les oxydes sous forme de morceaux, de films (<25 µm), d'agglomérats ou de grappes; on

retrouve aussi des particules intermétalliques, principalement du α -Fe, incluant du γ -Fe, du $Fe_3(Al, Si)$, du $(Fe, Mn)_3Si$. La plupart ont une taille de $<20 \mu m$. Quand l'aluminium est l'élément d'alliage principal, des « spinels » ($MgAl_2O_4$) sont aussi formés à côté du MgO . Les nitrures de magnésium apparaissent usuellement avec les grappes d'oxydes. Celles-ci étant de $<50 \mu m$.

Oymo¹⁹ a aussi utilisé la méthode de filtration. Il a observé des particules intermétalliques riches en fer (tailles de $0,5$ - $10 \mu m$), des chlorures de sodium, de calcium, de magnésium et de potassium (10 - $50 \mu m$), des morceaux et des grappes d'oxydes-nitrures (100 - $300 \mu m$) et des films d'oxydes-nitrures (50 - $400 \mu m$ de long). D'autres inclusions ont aussi été observées en faible concentration : les carbures (Al_4C_3 et CaC_2), les sulfures et sulfates de magnésium et les « spinels » (groupe oxydes Mg et Al). Des exemples des types d'inclusions observées communément sont représentés aux figures 2.22 à 2.25.

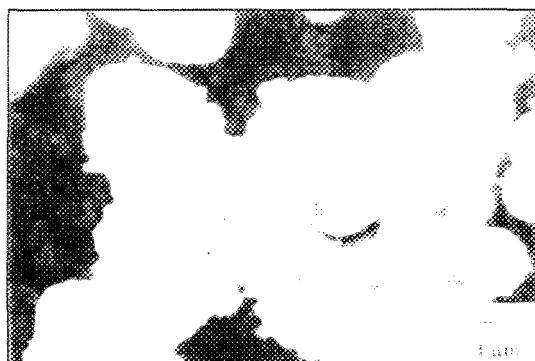


Figure 2.22 Intermétallique α -Fe¹⁹.

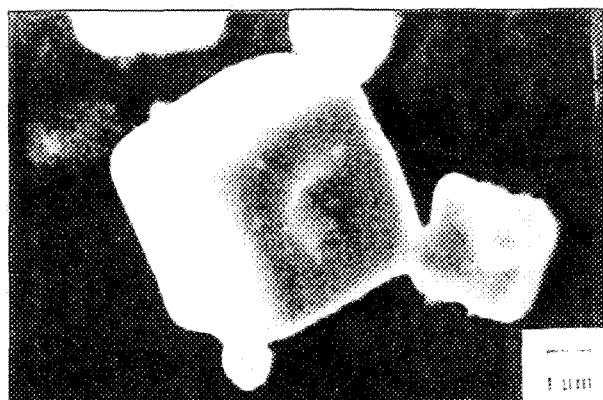


Figure 2.23 Intermétallique $\alpha\text{-Fe}^{19}$.



Figure 2.24 Particule de sel¹⁹.



Figure 2.25 Morceau solide de MgO¹⁹.

2.7 Techniques pour mesurer le contenu en inclusions

L'augmentation des exigences quant à la qualité du métal et quant aux nouvelles applications des alliages de magnésium pour les composantes critiques, a accéléré la demande pour les alliages de magnésium de haute qualité. La production de métal de haute qualité, primaire et secondaire, a rendu nécessaire la recherche de techniques de contrôle de la qualité capables de livrer une évaluation rapide et fiable de la propreté du métal.

En regard des métaux légers, plusieurs méthodes d'échantillonnage et de mesure des inclusions ont été développées initialement pour l'aluminium^{21,22,23,24,25,26,27}. Avec l'augmentation de l'utilisation du magnésium pour les mêmes applications, l'attention est maintenant mise sur la faisabilité d'utiliser ces techniques ou d'autres similaires pour les alliages de magnésium²⁰. Avec le haut potentiel d'oxydation du magnésium, il est prévu que le contenu en inclusions de ce métal soit beaucoup plus élevé que celui dans l'aluminium. Cependant, le magnésium pur produit par Norsk Hydro et utilisé dans leur fournaise de raffinage/moulage, montre que le contenu en inclusions du magnésium pur est constant et bas : moins de 1 mm³/kg pour tous les types d'inclusions, comparativement aux valeurs rapportées pour l'aluminium^{49,50}.

Parmi les techniques communément utilisées pour l'aluminium, nommons la technique PoDFA, la technique LiMCA et la technique LAIS, lesquelles sont basées sur les principes de filtration sous pression, de résistivité électrique et de filtration sous vide, respectivement²⁰. Des schémas de ces techniques sont montrés aux figures 2.26, 2.27 et 2.28. Ces différentes techniques sont résumées ci-dessous.

2.7.1 PoDFA

Basée sur la technique de filtration sous pression, PoDFA (Porous Disk Filtration Apparatus) a été développée par Alcan International durant les années 60. Elle implique la filtration sous pression d'une certaine quantité de métal liquide au travers d'un filtre situé au bas d'un creuset, préchauffé à huit cents degrés Celsius. Comme montré à la figure 2.26, le métal est filtré et pesé. Ce qui reste est sur le dessus et à l'intérieur du filtre est retiré du creuset pour permettre sa solidification; il est ensuite coupé en plus petits morceaux, sectionné, poli et finalement examiné sous un microscope optique. Le niveau d'inclusions est évalué en terme de surface d'inclusions par kg de métal filtré ou en unité de mm^2/kg . Les inclusions sont caractérisées en fonction de leur taille, de leur morphologie et de leur couleur, en référence à un catalogue illustré fourni avec l'appareil²².

Avantages : bon outil de contrôle de la qualité, utilisé mondialement dans plusieurs alumineries; procédure d'échantillonnage simple; utilisation économique et efficace comparativement aux autres techniques.

Désavantages : marge d'erreurs causée par l'opérateur lors de la mesure et du calcul des inclusions comme celles-ci, qui sont souvent mélangées avec la porosité et autres éléments.

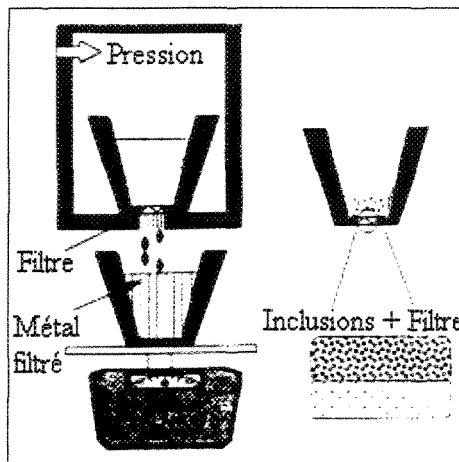


Figure 2.26 Schéma de l'appareil PoDFA²⁰.

2.7.2 LAIS

La technique LAIS (Liquid Aluminium Inclusion Sampling) a été développée par Union Carbide dans les années 80⁴⁸. Nommé le « Union Carbide tester », l'appareil est basé sur la technique de filtration sous vide. Comme à la figure 2.27, le système LAIS comprend un filtre, un entonnoir, un bouchon et un piston. Le métal liquide est aspiré à travers le filtre d'échantillonnage dans un réservoir, au moyen d'une dépression située derrière le filtre. Le bouchon protège le filtre de la contamination avant l'échantillonnage. L'entonnoir est d'abord préchauffé en l'abaissant tout juste au-dessus de la surface du métal et par la suite, en immergeant le tout jusqu'à l'embouchure de l'entonnoir. Puis l'assemblage est poussé 25 mm vers le fond, le bouchon est retiré et un vide est appliqué (environ 200 mbar), forçant ainsi le métal à passer à travers le filtre jusqu'au fond du piston. Après qu'une certaine quantité de métal ait été filtrée, l'assemblage est retiré du bain pour le refroidissement (pression réduite à 600 mbar). Après la solidification, le filtre est retiré de l'entonnoir, sectionné, poli et le contenu en inclusions est examiné. Le temps

d'échantillonnage, la température et la quantité de métal collectée dans le cylindre sont aussi notés. Une analyse d'images du filtre détermine la densité des oxydes dans le filtre, de laquelle est calculée une moyenne de la densité des oxydes dans le volume entier de métal filtré.

Avantages : peut détecter une large variété d'inclusions dans l'aluminium; la filtration se fait directement dans le métal liquide.

Désavantages : des problèmes de perte de dépression peuvent causer un retour du métal; la technique est souvent critiquée comme n'étant pas reproductible, en raison des différences dans les quantités de métal recueillies et, par conséquent, de la quantité d'inclusions déposées dans le filtre (l'écart type est de 30 g pour un poids moyen de 565 g²⁶).

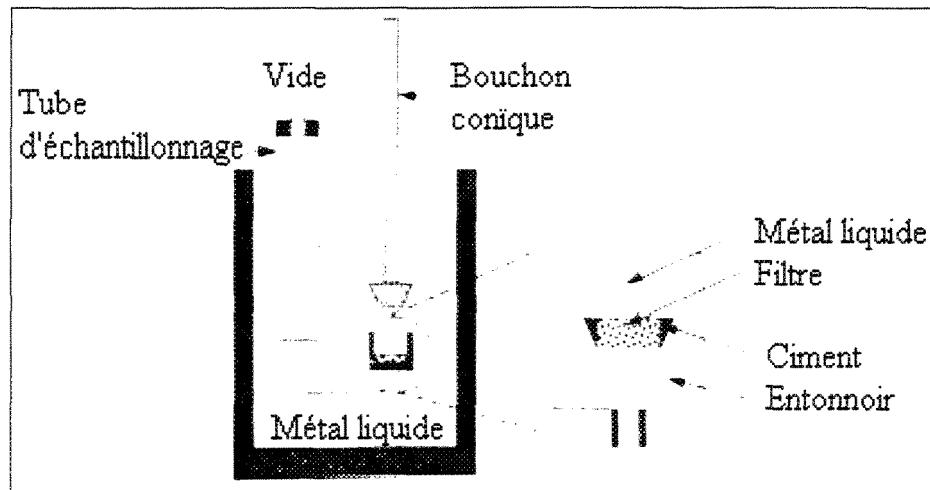


Figure 2.27 Schéma de l'appareil LAIS²⁶.

2.7.3 LiMCA

Le développement de la technique LiMCA (Liquid Metal Cleanliness Analyser) résulte de la collaboration de Guthrie et ses coéquipiers, de l'université McGill, et de Alcan International (depuis le milieu des années 80). Un schéma est montré à la figure 2.28. Basée sur le principe de la résistivité électrique, l'unité comprend une sonde à deux électrodes et un tube d'échantillonnage diélectrique muni d'un orifice latéral, d'une source de courant et d'un système de traitements des signaux. En utilisant un cycle alternatif de dépression et de sur pression, le métal liquide est forcé d'entrer et de sortir du tube par l'orifice. Un courant électrique circulant entre deux électrodes, l'une située dans le tube et l'autre à l'extérieur, doit nécessairement traverser l'orifice. En observant les fluctuations de la tension dûe au passage d'inclusions non-conductrices dans l'orifice, la densité et la distribution de la taille des inclusions présentes peuvent être déterminées. Une formule, donnée par $\Delta V = f(d, 1/D)$, est utilisée pour corréler les variations de tension observées avec les inclusions caractéristiques (ΔV étant la fluctuation de tension, d étant le diamètre des inclusions et D étant le diamètre de l'orifice)²².

Avantages : fournit une mesure en temps quasi-réel (1 min); outil de contrôle de la qualité, utile pour observer en temps réel la propreté du métal dans l'industrie; détecte des inclusions aussi petites que 20 μm .

Désavantages : impossible de détecter efficacement les inclusions conductrices (i.e. les intermétalliques); ne fournit pas une caractérisation des inclusions; l'orifice est facilement obstrué par les grosses inclusions; la difficulté de trouver un tube

d'échantillonnage avec les caractéristiques appropriées à une utilisation dans le métal liquide; technique dispendieuse.

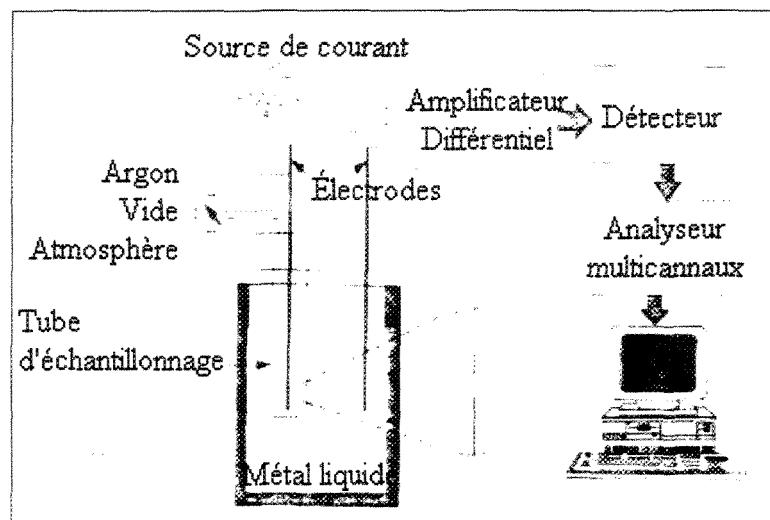


Figure 2.28 Schéma de l'appareil LiMCA²⁰.

2.7.3 Technique de centrifugation

Tôt dans les années 80, Simensen⁶⁹ a introduit une nouvelle technique de centrifugation appropriée à l'analyse des inclusions dans l'aluminium et le magnésium. De petits échantillons (60-120 g) sont chauffés à 720-800 °C et ensuite centrifugés ensuite à haute vitesse, jusqu'à ce qu'ils soient solides. Toutes les inclusions supérieures à 0,5 µm sont sédimentées dans le fond du creuset, à l'exception des grappes d'oxydes et de chlorures, lesquelles sont moins denses et remontent à la surface. De plus, la dissolution des particules cubiques sédimentées $(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}$ survient avec l'augmentation de la température du métal, et avec seulement les particules $>4\mu\text{m}$ restant dans le métal.

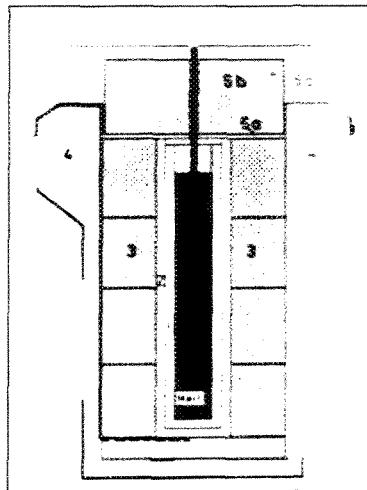


Figure 2.29 Schéma de l'appareil de centrifugation⁶⁹.

Avantages : peut être utilisée pour une analyse quantitative (taille et concentration) des inclusions; les inclusions peuvent être distinguées des autres constituants qui précipitent pendant et après la solidification; la limite de détection des inclusions de TiB_2 est réduite de deux ou trois ordres de magnitude, permettant la mesure d'une concentration de 0,1 ppm.

Désavantages : la méthode doit être utilisée avec soins; difficulté d'analyser les oxydes et les nitrures à cause de leur faible concentration, de leur morphologie en flocons et de leur association avec les pores et les chlorures; méthode trop compliquée comme routine d'analyse des inclusions.

2.7.4 Technique d'évaluation des inclusions de Norsk Hydro

La méthode, montrée à la figure 2.30, est basée sur le principe de la filtration. Semblable à la technique LAIS décrite précédemment, c'est une méthode simple, dont l'avantage est l'échantillonnage direct du métal liquide, sans qu'aucun transport ou refonte ne soit nécessaire. Comme les inclusions dans le magnésium raffiné et dans les alliages de

magnésium sont peu nombreuses, pour acquérir une mesure fiable, les inclusions d'un large volume doivent être concentrées dans un volume beaucoup plus petit, facilitant ainsi l'analyse quantitative et améliorant la pertinence statistique des résultats⁵⁰.

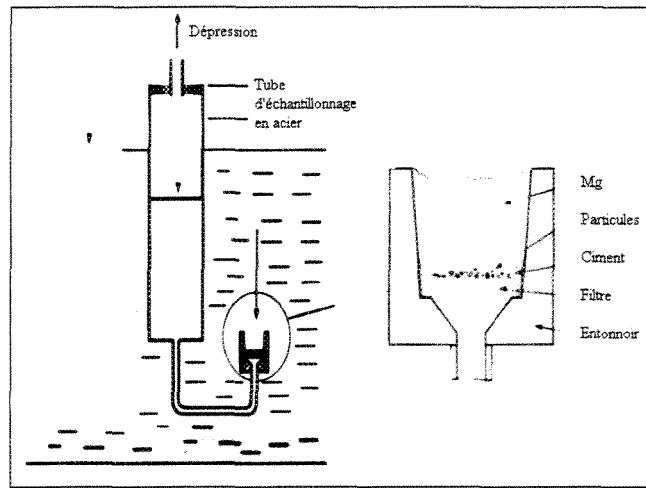


Figure 2.30 Schéma de l'appareil utilisé par Norsk Hydro⁵⁰.

L'appareil et le filtre sont faits respectivement d'acier et d'acier aggloméré. Le filtre est fixé sur le bord de l'entonnoir par un ciment résistant à la chaleur (caractéristique du filtre : taille nominale des pores $10 \mu\text{m}$, fraction des pores environ 67%). La filtration est de type gâteau, i.e. que les inclusions s'accumulent sur le filtre et non à l'intérieur. La procédure d'échantillonnage suivie est la même que celle employée pour le LAIS. Environ 1,9 kg de magnésium est aspiré dans le cylindre situé au-dessus du filtre, normalement en dix minutes d'échantillonnage. La dépression est interrompue, et l'air pressurisé est soufflé sur la jonction des tubes pour s'assurer que le métal à l'intérieur du tube soit solidifié. Quand l'appareil est refroidi, l'entonnoir est retiré et son contenu est sectionné en deux, perpendiculairement à la surface; ensuite les deux morceaux sont polis (figure 2.31).

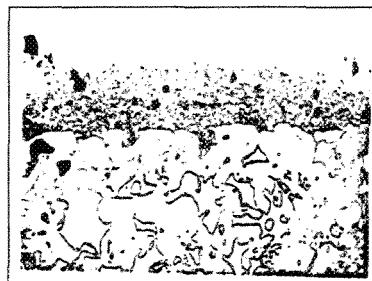


Figure 2.31 Filtre et inclusions¹⁹.

Le contenu en inclusions est mesuré à partir des échantillons polis, utilisant la méthode d'Intersection de Lignes (figure 2.32), dans laquelle la longueur totale des particules interceptées par N lignes perpendiculaires au filtre est mesurée, puis convertie en fraction volumique des inclusions en mm^3/kg , laquelle donne une valeur normalement située entre 0,1 et 10^{50} . La méthode nécessite un simple microscope optique; son principal désavantage est que toutes les inclusions sont traitées comme un type, et qu'il n'y a aucun moyen d'obtenir des données sur la taille des particules. L'utilisation de l'analyseur d'images aide à résoudre ce problème¹⁹. Bakke⁵⁰ a rapporté que la limite de détection ou de résolution de la méthode est d'environ 1 mm^3/kg pour les oxydes et les particules intermétalliques; cependant, l'appareil peut recueillir les oxydes aussi bien que les particules intermétalliques (l'échantillon fourni est rapidement refroidi). Les données sur les sels sont principalement expérimentales.

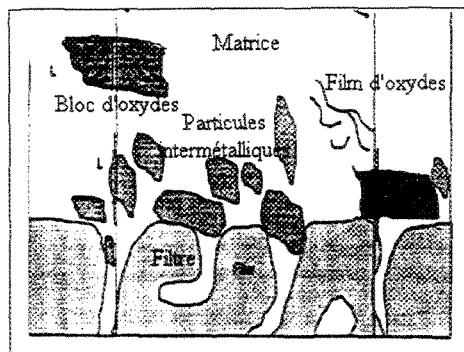


Figure 2.32 Technique de mesure par la méthode d'Intersection de Lignes⁵⁰.

Avantages : méthode simple; l'échantillonnage est fait directement dans le métal liquide; la concentration des inclusions fournit de meilleurs résultats statistiques; l'analyse requiert seulement un microscope optique.

Désavantages : aucune information sur les types d'inclusions individuelles ou sur leur taille; des imprévus durant la procédure d'échantillonnage : une dépression inexacte peut mener à un retour du métal.

2.7.5 Autres techniques : l'ultrason et le test de fracture

La technique de l'ultrason⁷¹ est basée sur le principe de la dissipation de l'énergie d'une pulsation sonore générée par un cristal piézoélectrique. L'énergie du signal du cristal est réfléchie par les inclusions, puis le contenu et la taille des inclusions sont interprétés selon les signaux enregistrés par un oscilloscope (voir la figure 2.33). Cette technique permet de détecter les inclusions intermétalliques et les inclusions non-métalliques. : mais il a été rapporté que seules les inclusions supérieures à 100 μm y sont détectées. Semblable

au LiMCA, elle est aussi une technique en temps réel. Elle n'a pas été testée pour le magnésium.

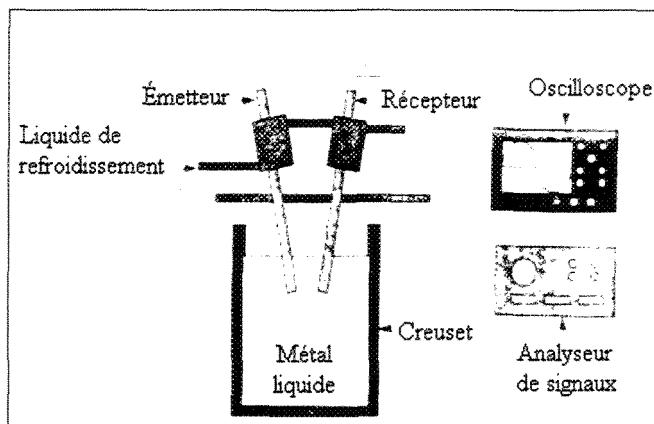


Figure 2.33 Schéma de l'appareil à ultrasons²⁰.

La technique du test de fracture⁷² utilise un « K-Mould », une plaque plate contenant quatre entailles moulées faisant face à la surface, lesquelles servent de points de fracture (voir la figure 2.34). Le design de l'entaille aide à capturer les inclusions sur les surfaces de fracture lors du remplissage du moule. Les plaques d'échantillonnage sont moulées dans des moules préchauffés, puis fracturées immédiatement. À partir des inclusions observées sur chaque face de la fracture, les résultats sont déterminés en terme de « K-value », laquelle est le rapport du nombre d'inclusions sur les surfaces au nombre total de fractures exécutées. Une coulée de très haute qualité a une « K-value » très basse, de l'ordre de 0,05. Ce test est rapide, peu coûteux, requiert peu d'équipement et peut être fait à l'usine, utilisant seulement un test visuel. Cependant, cette méthode est plutôt qualitative comparativement aux autres, et les petites inclusions sont difficilement détectables à l'œil nu²⁰.

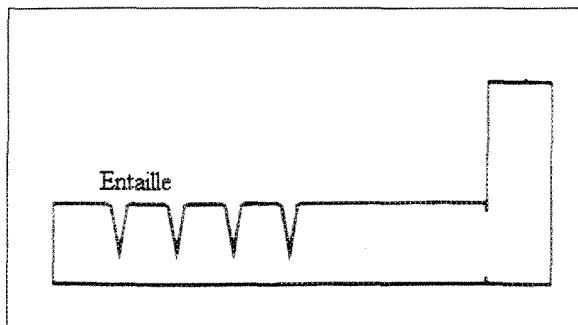


Figure 2.34 K-Mould²⁰.

Bakke et Karlsen²⁸ ont discuté de technologies plus récentes et plus sophistiquées utilisées pour l'évaluation des inclusions, comme la technique de l'analyse par l'activation des neutrons rapides, dans laquelle la limite de détection des oxydes s'étend entre 1 et 4 ppm⁴⁵. Cependant, comme un réacteur nucléaire est nécessaire pour fournir une source de neutrons, la technique n'est pas facilement accessible et par le fait même, peu pratique. Toutefois, elle peut être très utile pour étalonner n'importe quelles autres techniques métallographiques quantitatives, par une analyse précise du niveau d'oxygène dans l'alliage. La spectroscopie de masse et d'émission sont des techniques très puissantes pour obtenir la composition chimique précise d'un alliage, avec une limite de détection de 0,1 ppm. Encore une fois, et dû aux coûts élevés, ces techniques ne sont pas très disponibles; mais les résultats rapides qu'elles permettent s'avèrent un point important en leur faveur.

Dans la technique de centrifugation utilisée par Simensen⁶⁹, le contenu en inclusions est mesuré en utilisant la dissolution de la matrice dans l'acide ou le bromoéthanol, séparant ainsi les inclusions. Le procédé actuel est très long et pénible. La chromatographie gazeuse est aussi utilisée pour mesurer les carbures, avec une limite de détection de 0,1 ppm.

La technique Leco est souvent utilisée pour déterminer le contenu en hydrogène, en azote et en oxygène dans les échantillons, et est basée sur la fusion d'un échantillon de métal solide dans un creuset de graphite. La limite de détection est de 0,1 ppm. Mais dans le contexte de l'évaluation des inclusions, la non-homogénéité des distributions de l'oxygène, des oxydes et des groupes oxydes-nitrides dans l'échantillon peut mener à une limite de détection plus haute. D'ailleurs, à cause de la petite taille des échantillons (environ 1 g), les grosses inclusions peuvent produire de plus grandes fluctuations dans les résultats observés.

2.7.6 Technique de réflexion de la lumière

Haerle¹⁴, a proposé une nouvelle technique simple pour mesurer et quantifier le contenu en inclusions non-métalliques dans le magnésium. L'idée est venue du besoin d'obtenir un indice rapide et fiable de la qualité du magnésium. Les sources limitées de magnésium primaire obligent à l'utilisation du métal recyclé, lequel doit satisfaire les exigences de qualité requises pour approvisionner les industries.

Le principe de cette technique se résume ainsi: la lumière incidente à une surface d'un matériel quelconque est réfléchie, transmise, réfractée ou absorbée par le matériel. Les propriétés optiques d'un milieu diélectrique sont reliées aux vibrations électroniques induites par un champ électromagnétique. Mais dû aux interactions entre les électrons avec les noyaux atomiques, ces vibrations ne sont pas en résonnance avec toutes les longueurs d'ondes de la lumière. Coloration, pouvoir absorbant, brillance, polarisation et autres propriétés sont le résultat de cette frustration électronique.

La propriété fondamentale des métaux est leur conduction électrique. Le courant électrique dans un métal est dû à un déplacement d'électrons dits libres. Ces électrons libres se situent dans la bande de conduction du métal, située au-dessus de la bande de covalence (dont les électrons sont responsables de la cohésion de la matière et de la réactivité chimique). Parce que ces électrons sont libres de tout mouvement, non contraints par les noyaux atomiques, ils sont susceptibles de vibrer en harmonie avec un champ électromagnétique. Les électrons libres sont alors des sources secondaires d'ondes électromagnétiques en accord avec les ondes électromagnétiques incidentes.

Cela se traduit physiquement par une bonne réflexion. De plus, cette réflexion ne conduit pas à la même polarisation que dans le cas d'un diélectrique. En général, il y a un changement de phase de l'onde lors de la réflexion métallique. Il ne s'agit pas d'une inversion de phase (i.e. en terme d'angle, d'un basculement de 180°), et ce changement de phase est différent selon la polarisation de l'onde incidente. Ce qui conduit à une polarisation elliptique de la lumière naturelle. La réflexion métallique est donc polarisée, mais sa nature elliptique fait en sorte qu'il est impossible de l'analyser avec un filtre polarisant. Les échantillons opaques, comme le magnésium, tendent à réfléchir la plupart de la lumière incidente. Si des inclusions ou des défauts sont présents, la lumière est dispersée à la surface en raison des multiples réflexions et réfractions. On appelle ce type de réflexion, une réflexion diffuse. C'est la base de la technique. La réflexion diffuse est définie comme le ratio du flux lumineux d'un échantillon sur celui d'un diffuseur réfléchissant parfait.

La présence d'inclusions peut altérer la réflexion de la lumière. Dans le cas du magnésium, les oxydes sont en apparence beaucoup plus foncés que la matrice. Ils absorbent l'énergie lumineuse, ayant comme résultat une baisse de l'énergie réfléchie. Comme les oxydes sont les principales inclusions non-métalliques observées dans les alliages de magnésium, la technique peut être utilisée pour estimer le contenu en inclusions non-métalliques dans les alliages.

L'instrument utilisé par Haerle pour mesurer la réflectivité est un Technidyne Brightimeter™, modèle A4M. Un schéma est montré à la figure 2.35. L'échantillon est éclairé sous un angle de 45 degrés; la lumière réfléchie est recueillie à 0 degré et est mesurée par une cellule photo-électrique. L'instrument a une longueur d'onde effective d'environ 452-462 nm; c'est donc la réflectivité de la lumière bleue qui est mesurée : plus l'échantillon est clair, plus grande est sa luminosité.

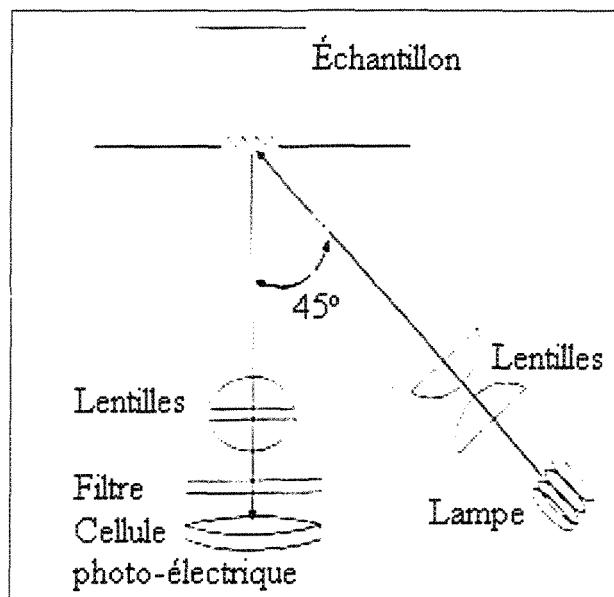


Figure 2.35 Schéma de l'appareil « Brightimeter »¹⁴.

Les échantillons à examiner sont coulés dans un moule à gravité en forme de disque, surmonté d'un cône. Un schéma est montré à la figure 2.36. Le moule est un moule standard utilisé dans la préparation des disques analytiques, c'est-à-dire dans l'analyse chimique de la composition des alliages. Comme le même disque peut être aussi bien utilisé pour l'analyse par activation des neutrons rapides que pour la spectroscopie de masse par décharges électriques, une comparaison directe peut être faite entre les mesures de luminosité et de les mesures de contenu en oxydes obtenues par ces autres méthodes.

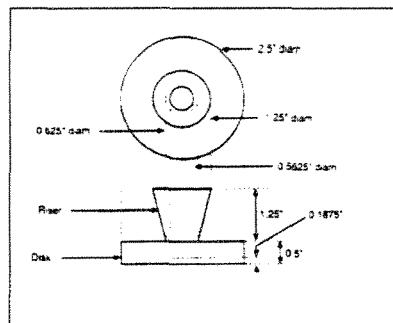


Figure 2.36 Schéma de l'échantillon utilisé par le « Brightimeter »¹⁴.

Les mesures de luminosité sont effectuées sur la surface de fracture du cône, ce dernier obtenu en le frappant avec un marteau de manière à le déloger du disque. Les mesures sont prises en faisant tourner le cône de 360 degrés et en mesurant l'intensité à chaque 45 degrés. La moyenne des huit lectures fournit la valeur de la luminosité de l'échantillon. Les données sont comparées aux valeurs de %MgO obtenues des mesures de l'analyse par l'activation des neutrons rapides, la spectroscopie de masse par décharges électriques et la spectroscopie d'émission à arc.

La figure 2.37 montre les six parties du spécimen qui sont examinées par l'analyse d'images. Dans chaque cas, la section est montée dans l'époxy froid et polie miroir, la face coupée étant la face polie. Une analyse automatique d'images est effectuée pour déterminer la fraction volumique, la taille et le nombre des oxydes, des particules de la phase Mn-Al et des pores; cela sur vingt-cinq champs, couvrant une surface totale de 1,076 mm² à 500x de grossissement. Des analyses de microscope électronique à balayage ainsi que des analyses de rayons X à énergie dispersive sont aussi effectuées pour identifier les inclusions avec plus de détails et pour déterminer les éléments dans chaque type d'inclusions⁶⁴.

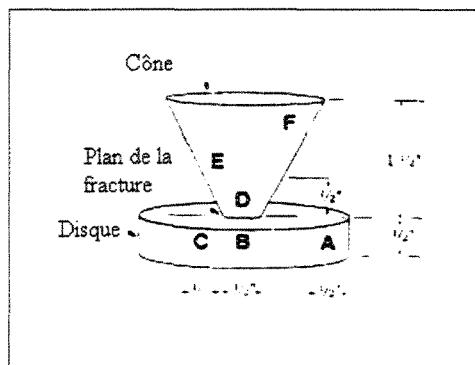


Figure 2.37 Sections utilisées pour l'analyse d'images⁶⁴.

Après avoir effectué une étude approfondie des différents types de matériaux (recyclés, raffinés, purs et mélangés), des conditions de coulée (homogénéisées vs non-homogénéisées), des propriétés de traction et d'impact, des mesures de luminosité et d'analyse d'images, Haerle^{14,15,64} a montré que la technique de la réflexion est une méthode satisfaisante pour l'analyse du contrôle de la qualité des inclusions non-métalliques dans les alliages de magnésium recyclés. De plus, cette technique se corrèle bien avec les résultats

obtenus des mesures d'oxygène venant de l'analyse par l'activation des neutrons rapides, la spectroscopie de masse par décharges électriques et la spectroscopie d'émission à arc, aussi bien qu'avec les concentrations obtenues par l'analyse d'images et par le microscope optique. La luminosité est déterminée par le type de matériel, la taille des inclusions et le type d'alliage. Pour les alliages AZ91D et AM50A analysés, les propriétés mécaniques se détériorent en fonction de la taille et de la quantité d'inclusions non-métalliques présentes, et particulièrement en fonction de la limite ultime en traction et de la ductilité. La limite élastique et les propriétés d'impact semblent relativement indépendantes de la propreté du métal. Les chercheurs notent, cependant, que dans le cas de la coulée sous pression, les conditions de coulée ont plus d'importance sur les propriétés finales que la propreté.

Apparemment, la technique de la compagnie Dow semble être tout à fait prometteuse comme outil de contrôle de la qualité mesurant la propreté du magnésium, et cela avec un temps de réponse de quelques secondes à quelques minutes. Cependant, il ne doit pas être oublié que les résultats présentés ont été appuyés par beaucoup de données venant d'autres techniques fiables, particulièrement l'analyse d'images. Ainsi, pour développer cette méthode, ces autres techniques doivent aussi être utilisées avant d'en arriver à une relation concluante entre le contenu en inclusions non-métalliques et les valeurs de luminosité.

2.7.7 Qualiflash et Prefil

Il serait important de mentionner ici que deux techniques récemment introduites pour l'aluminium, la technique Qualiflash²⁴ et la technique Prefil²⁵, ont été testées dans les laboratoires de la chaire de recherche TAMLA, de l'Université du Québec à Chicoutimi, en

regard de la propreté du métal des alliages de fonderie Al-Si^{73,74}. Conjointement, les mêmes tests ont été effectués pour l'alliage A356.2; ils utilisent la technique PoDFA^{75,76} en collaboration avec Bomem Inc, le fournisseur nord-américain de cet appareil. En bref, l'appareil Qualiflash (développé par CTIF, France) est utilisé pour mesurer les films ou les particules d'oxydes dans l'aluminium liquide; de plus, il fournit immédiatement des résultats reproductibles qui permettent aux fondeurs de décider facilement si le métal est prêt à être coulé ou s'il doit encore être traité.

À l'aide de la technique de filtration, la propreté du métal est déterminée par l'obstruction d'un filtre de céramique extrudé par les oxydes et les inclusions, ainsi que par la quantité de métal filtré. Le métal remplit un certain nombre de paliers d'un moule en forme d'escalier à dix marches, placé sous le filtre et maintenu sous un entonnoir⁷⁴, comme montré aux figures 2.38 et 2.39. Selon la masse de métal filtrée (nombre de marches remplies), le Qualiflash fournit une indication de la quantité d'oxydes présents dans le métal échantillonné. Cette mesure, en terme de Quality Temperature Index (QTI), couvre une échelle de valeurs de Q1 (très propre et sans oxydes) à Q20 (qui indique que le métal est fortement contaminé par les oxydes et les inclusions de type normalement emprisonnés dans le métal recyclé).

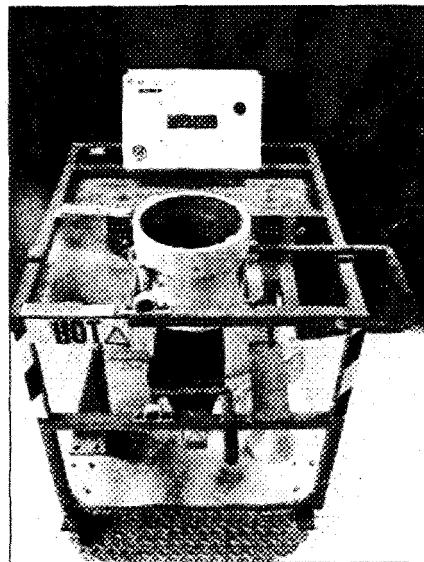


Figure 2.38 Appareil Qualiflash.

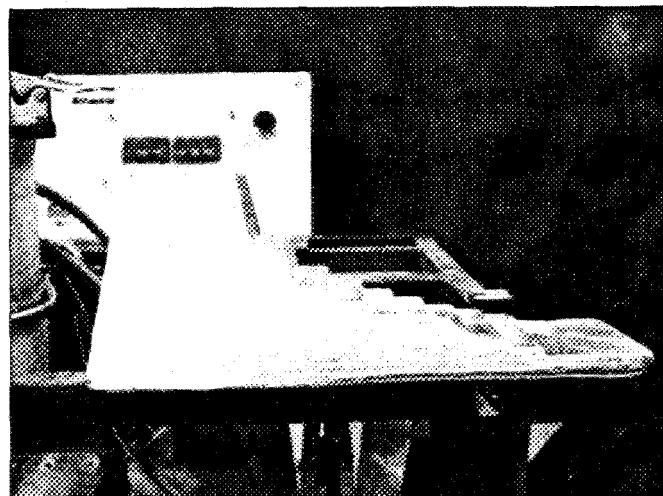


Figure 2.39 Métal filtré par le Qualiflash donnant la mesure de la propreté.

La technique Prefil (développée par N-Tec, Royaume-Uni) est un test de filtration sous pression qui mesure la propreté du métal et qui construit une base de données des relations entre le contenu en inclusions et le taux de filtration, dans le but de fournir les résultats sous la forme de courbes²⁵. De telles courbes minimisent le temps nécessaire à

l'analyse métallographique des inclusions, temps normalement demandé par les autres techniques de filtration sous pression comme le PoDFA. Un schéma de la cellule de pression de l'appareil Prefil est montré à la figure 2.40, en plus des courbes typiques du taux de filtration obtenu avec le Prefil pour différentes conditions de coulées (figure 2.41).

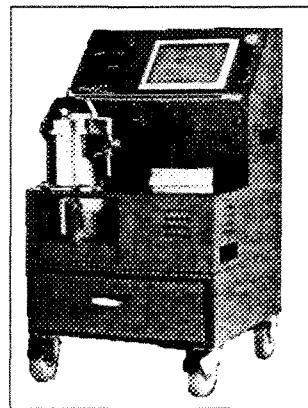


Figure 2.40 Appareil Prefil.

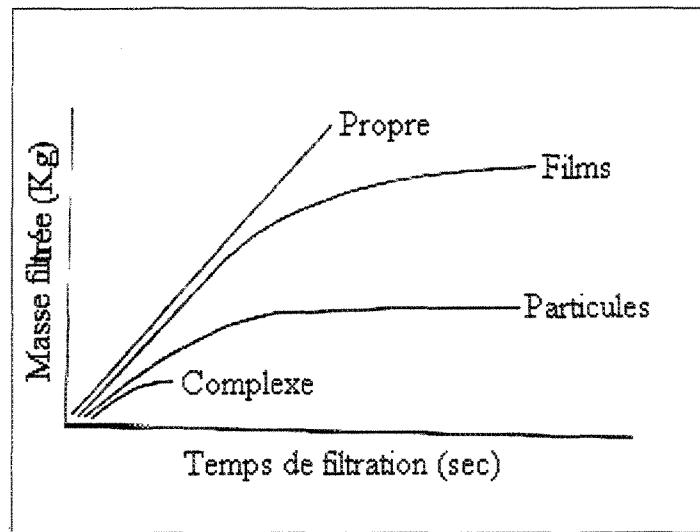


Figure 2.41 Courbes typiques produites par le Prefil.

CHAPITRE 3

PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

CHAPITRE 3

PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

3.1 Équipement de fonderie

La fonte du magnésium et de ses alliages nécessite un équipement beaucoup plus sophistiqué que celui utilisé pour l'aluminium. En effet, pour l'aluminium, une simple fournaise – qu'elle soit à résistance, à induction ou encore au gaz - est utilisée en plus d'un creuset fait de carbure de silicium. Pour ce qui est du magnésium, sa grande réactivité à plusieurs éléments limite les technologies normalement employées avec l'aluminium. Par exemple, le magnésium réagit avec le silicium des creusets, avec le nickel de certains aciers inoxydables et enfin avec l'oxygène de l'air et de l'eau. Pour palier à ces limitations, de nouvelles technologies ont été développées, comme l'atmosphère de protection.

3.2 Fournaise

La fournaise utilisée est une Pyradia modèle B07D018018016SVFXX. C'est une fournaise à résistance d'une puissance de 15 000 watts pouvant contenir jusqu'à 40 kilogrammes de magnésium. Toutefois, le creuset utilisé a une capacité de 15 kilogrammes de métal. Le creuset est fait d'acier doux ne contenant pas de nickel; sur ce creuset, un

couvercle fait du même matériau permet de maintenir l'atmosphère de protection. Le couvercle est muni de deux entrées de gaz, d'un trou pour le thermocouple, d'une trappe pour l'écumage et de plusieurs autres petits trous permettant de fixer le couvercle au creuset. La température du métal est maintenue à un degré constant grâce au thermocouple et au contrôleur de la fournaise. La fournaise repose dans un bac à sable pour prévenir la combustion des éclaboussures. Les figures 3.1 et 3.2 montrent la fournaise et le creuset avec son couvercle.

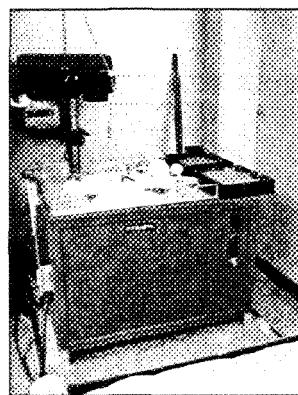


Figure 3.1 Fournaise magnésium.

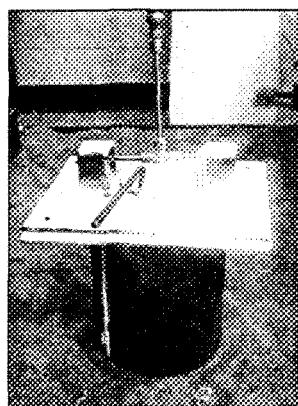


Figure 3.2 Creuset et couvercle.

3.3 Système de gaz de protection

Le système creuset-couvercle permet de maintenir l'atmosphère de protection, constituée d'un mélange de gaz. Ce gaz est acheminé depuis les bonbonnes jusqu'au creuset, en passant par un système de tuyaux et de valves. Le débit du fluide est réglé par un rotamètre. Le mélange du gaz, décrit plus loin, est déjà préparé par la compagnie Praxair. Le système de gaz est constitué de deux bouteilles de gaz en parallèle et d'une autre bouteille d'argon (gaz de secours); le tuyau se divise alors en trois pour passer dans trois rotamètres différents. L'un est destiné au creuset, un autre à la lingotière et le dernier au moule. Les figures 3.3 à 3.5 montrent ce système.

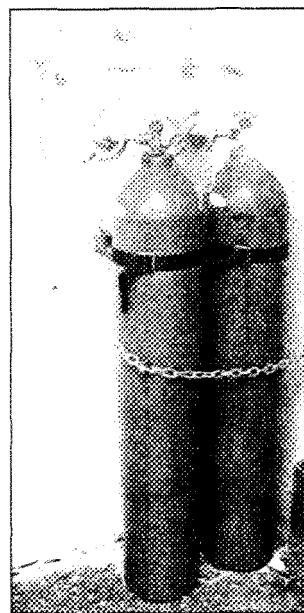


Figure 3.3 Bonbonnes de gaz.

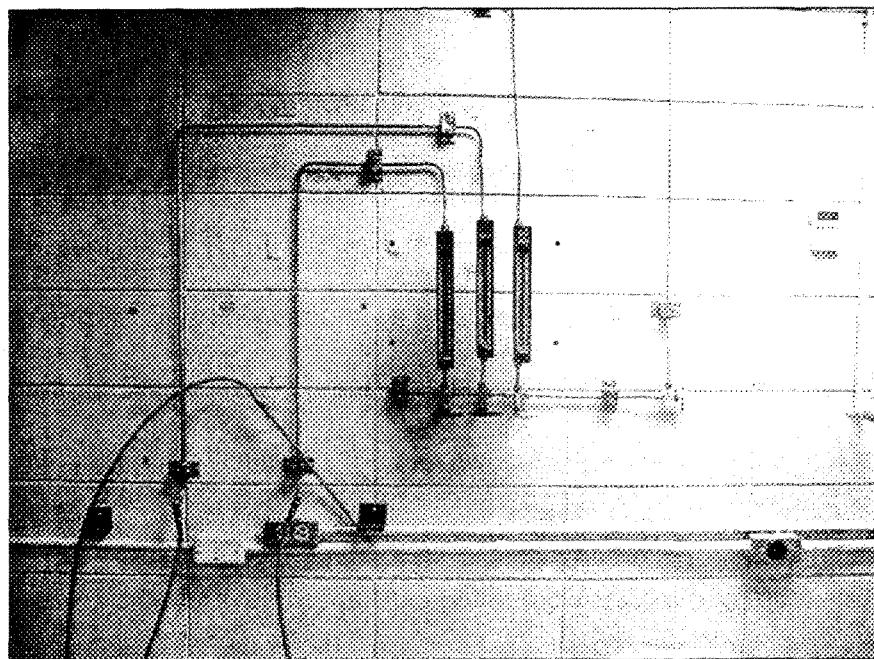


Figure 3.4 Division de la ligne de gaz.

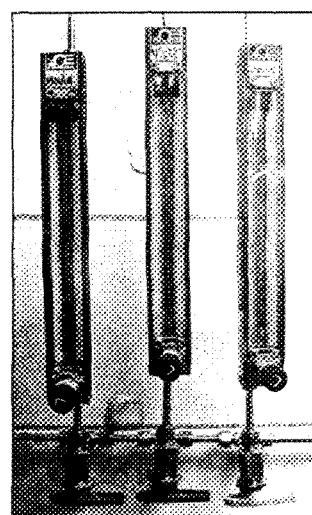


Figure 3.5 Rotamètres.

3.4 Procédures générales de coulées

La coulée de magnésium nécessite certaines précautions qui doivent être respectées.

Si certaines de ces précautions sont négligées des conséquences graves comme des blessures, des brûlures ou même la mort peuvent en résulter. Il ne faut donc pas les prendre à la légère.

3.4.1 Creuset

Le creuset et le matériel communément utilisé (agitateur, louche...) pour fondre les alliages de magnésium sont faits d'acier au carbone SAE 1020 et d'acier inoxydable ne contenant pas de nickel. Comme le creuset est fait d'acier doux, toute trace de rouille doit être éliminée au moyen d'un sablage au jet de sable ou d'un bain d'acide faible, cela pour éviter la contamination du métal. Par la suite, le creuset est recouvert d'une couche de protection faite de nitrures de bore. Cette couche protège la surface de deux façons : d'abord en empêchant l'oxydation de la surface du creuset par l'humidité de l'air, et ensuite en bloquant toute attaque chimique de la part du métal liquide.

3.4.2 Moule

Tout comme le creuset, le moule doit être exempt de toute trace de rouille. Pour ce faire, on utilise encore le sablage au jet de sable ou le bain d'acier faible. Par la suite, on le recouvre non pas d'un revêtement à base de nitrures de bore, mais d'un autre à base de graphite. Cette protection prévient le dépérissement de la surface, en plus d'être un excellent anti-adhésif. La pose du revêtement devra se faire à chaud pour permettre

l'évaporation de l'eau contenue dans le revêtement de graphite, et ainsi obtenir une meilleure adhésion à la surface. Avant d'utiliser le moule, il devra être préchauffé à une température de 200 °C afin d'éliminer l'eau présente sur le moule.

Le moule utilisé est fait d'une base en aluminium, d'un refroidisseur en cuivre et le moule lui-même est en acier doux. Un trou a été percé dans le sens de la largeur, de la base jusqu'au milieux, pour y introduire un thermocouple. Les figures 3.6 et 3.7 montrent ce moule.

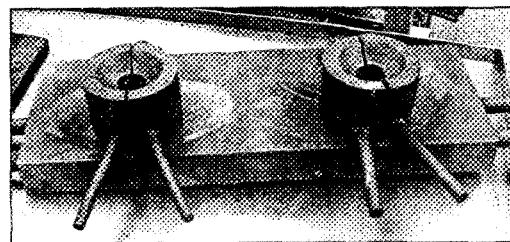


Figure 3.6 Moule métallique.

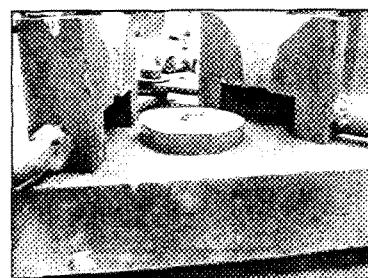


Figure 3.7 Intérieur du moule.

3.4.3 Atmosphère de protection

Le magnésium et ses alliages sont extrêmement réactifs à l'oxygène de l'air et de l'eau. Si on laissait le métal à l'air libre, il aurait pris feu avant même de fondre. Le magnésium qui brûle dégage une lumière blanche caractéristique. Pour prévenir cette

réaction, le métal est protégé par une atmosphère contrôlée. Cette atmosphère est constituée d'un mélange d'air sec (78% N₂ & 22% O₂), de dioxyde de carbone (CO₂) et de hexafluorure de soufre (SF₆). Les proportions et le débit du mélange dépendent de la température du métal, du mouvement du métal dans le creuset et de l'utilisation de flux. Le tableau 3.1 donne une synthèse des proportions et des débits.

Tableau 3.1 Atmosphère de protection recommandée pour le magnésium liquide.

Température du métal °C	Flux Contamination	Atmosphère recommandé	Minimum SF ₆ (Vol/%) concentration nécessaire		Niveau attendu de protection du métal, même avec beaucoup d'agitation de la surface
			Avec Agitation	Sans Volume % SF ₆	
650 - 705	Non	Air + 0,2 % SF ₆	0,02	0,04	Excellent
650 - 705	Oui	75% air + 25% CO ₂ + 0,2% SF ₆	0,02	0,04	Excellent
705 - 760	Non	50% air +50% CO ₂ + 0,2% SF ₆	0,04	0,12	Excellent
705 - 760	Oui	50% air + 50% CO ₂ + 0,3% SF ₆	0,05	1,0 -1,5	Très bon
760 - 815	Oui	50% air + 50% CO ₂ + 0,3% SF ₆	0,06	-----	Faible à toutes les concentrations

3.4.4 Métal utilisé

Toutes les charges de métal mises dans la fournaise doivent être lavées avec du diluant à peinture pour éliminer l'huile de coupe, et ensuite être préchauffées dans un four à 200 °C pour éliminer toute trace d'eau. L'ajout d'une pièce de métal humide peut provoquer une explosion ou une forte oxydation du métal liquide. Le métal est extrêmement réactif à l'oxygène, son exposition à l'air libre doit donc être réduite le plus possible afin d'éviter l'oxydation de la surface. Les figures 3.8 et 3.9 montrent respectivement le lingot de magnésium avant et après la coupe.

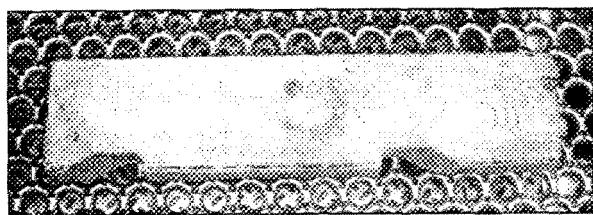


Figure 3.8 Lingot de magnésium pur.

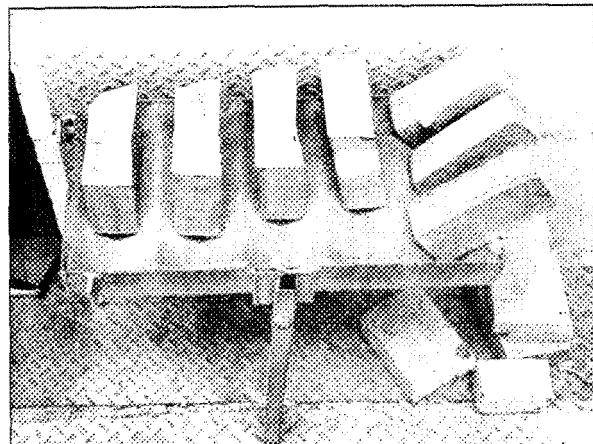


Figure 3.9 Lingot de magnésium coupé.

3.4.5 Procédure de fonte

Tout d'abord, la charge de métal est coupée, pesée et lavée. Par la suite, le métal est chargé au maximum dans le creuset; le métal n'ayant pu être placé dans le creuset est déposé sur le couvercle, ce qui lui permettra de rester sec. Puisque la fournaise est froide, le métal n'a pas besoin d'être préchauffé. Lorsque tout est en place, on s'assure que le système d'apport en gaz fonctionne et qu'il y a suffisamment de gaz pour toute la durée de l'expérience. Ensuite, on programme la température désirée sur le contrôleur. Pour une charge de 15 kilogrammes, une période d'environ trois heures sera nécessaire à la fonte du métal, selon l'alliage utilisé. Le point de fusion du magnésium est de 650 °C, celui de l'alliage AZ91D est de 598 °C et celui de l'alliage AM50A est de 620 °C. Un système de ventilation permet d'évacuer toutes les fumées dégagées. La figure 3.10 montre la progression de la fonte d'un morceau de lingot de magnésium.



Figure 3.10 Magnésium liquide et solide.

3.5 Expérimentation

L'expérimentation vise à obtenir une large bande de niveaux d'inclusions dans les échantillons. Pour ce faire, on peut jouer avec quelques paramètres tels que le gaz de protection, l'écumage et l'ajout de matériau recyclé. Puisque le gaz de protection doit toujours être présent dans le creuset, nous ajoutons plutôt de ce gaz dans le moule. Le gaz de protection forme une couche à la surface du métal. Cette couche est riche en inclusions, comme les sulfures; normalement, nous enlevons ce mince film avant de couler pour éviter la contamination de l'échantillon. Dans le cadre de l'expérience, certains échantillons seront coulés sans enlever l'écume, qui sera plutôt mélangée au reste du métal avant de le couler. Le paramètre le plus important est sans aucun doute l'ajout de matériau recyclé. En effet, les échantillons seront préparés à partir d'un mélange de métal frais et de métal recyclé. Quatre mélanges sont retenus : 100% frais, 66% frais + 33% recyclé, 33% frais + 66% recyclé et 100% recyclé.

3.5.1 Coulée

Pour chaque mélange, la procédure de coulée demeure la même. Une quantité de douze kilogrammes de métal est préparée; ce métal sera chargé et fondu selon la procédure mentionnée auparavant. Le moule est préchauffé à 200 °C et le métal est maintenu à une température de 700 °C. Le moule repose dans un bac à sable, monté sur une table en face de la fournaise. Un thermocouple est inséré à l'intérieur du moule. D'abord, six coulées sont faites en écumant et en absence de gaz dans le moule. Puisqu'il y a deux échantillons par coulée, douze échantillons sont obtenus. Par la suite, six autres coulées sont effectuées,

toujours en écumant, mais cette fois en injectant du gaz dans le moule. Finalement, le reste du métal est coulé sans écumer, sans gaz dans le moule et en mélangeant le métal à l'aide d'une tige de carbone. Douze kilogrammes de métal donnent environ trente-six échantillons. Les échantillons sont notés de la façon suivante : AZ pour l'alliage AZ91D, AM pour l'alliage AM50A et MG pour le magnésium pur; ensuite un chiffre de 0 à 3 est donné qui correspond à la quantité de métal frais dans le mélange, 0 étant 0%, 1 étant 33%, 2 étant 66% et 3 étant 100%; finalement, un nombre à deux chiffres est donné qui correspond à son ordre de coulée. Par exemple, AZ127 est le vingt-septième échantillon coulé du mélange 33% métal frais + 66% métal recyclé de l'alliage AZ91D.

3.5.2 Mesure « Brightimeter »

L'évaluation des inclusions est effectuée à l'aide de l'appareil « Brightimeter ». C'est un appareil qui est destiné à priori à la mesure de l'éclat du papier; la machine a été adaptée pour le magnésium. Une fois l'étalonnage de l'appareil effectué selon les spécifications du constructeur, l'éclat des échantillons peut être mesuré, mais ces mesures ne seront pas prises directement sur la surface de la pièce. Effectivement, l'échantillon est fracturé en deux parties et la mesure est faite sur la partie conique.

3.5.2.1 Fracture

Pour obtenir les meilleures mesures, la surface de rupture doit être la plus plane possible. Puisque la section mesurée de l'échantillon est légèrement plus grande que celle

du détecteur du « Brightimeter », une certaine quantité de métal est retirée pour initier la rupture. À l'aide d'un petit montage constitué d'une scie à métaux et d'un butoir (figure 3.11), on fait un trait de scie sur le contour de l'échantillon. Le trait de scie ne fait pas plus d'un millimètre de profondeur. Ensuite, on met l'échantillon dans un étau spécialement conçu (figure 3.12) et, à l'aide d'un marteau, on fracture l'échantillon (figures 3.13 et 3.14).

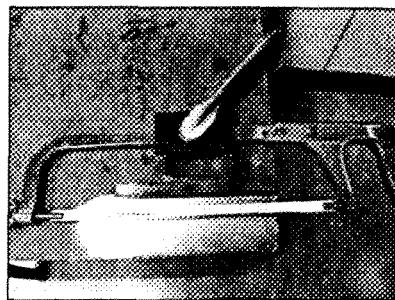


Figure 3.11 Scie.

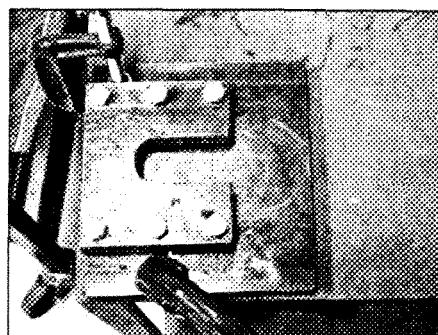


Figure 3.12 Étau.

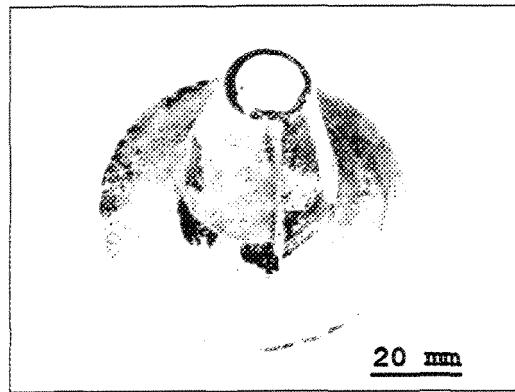


Figure 3.13 Échantillon fracturé.

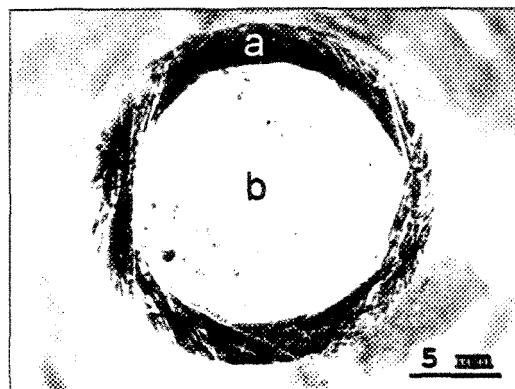


Figure 3.14 a) Trait de scie b) surface de rupture.

3.5.2.2 Mesures

L'échantillon ainsi fracturé tient aisément sur l'appareil. Pour avoir une mesure fiable, on prend dix mesures par échantillon en faisant pivoter celui-ci de 36° entre chaque mesure. Les données sont reportées dans un fichier Excel pour plus de convivialité. La figure 3.15 montre l'appareil « Brightimeter » utilisé pour cette étude.

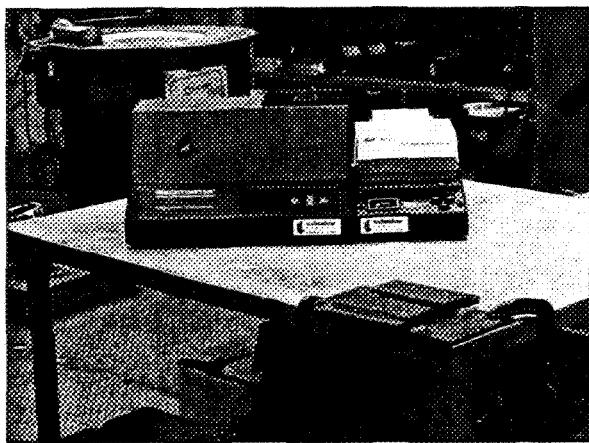


Figure 3.15 Appareil « Brightimeter ».

3.6 Sélection, coupe et pastillage

Une sélection de soixante échantillons par alliage est faite afin de choisir les échantillons les plus représentatifs. Cette sélection est faite de la façon suivante : 15 classes de 4 échantillons, chaque classe étant également espacée d'un indice de « Brightimeter » (le plus grand moins le plus petit, divisé par 15), dont quatre échantillons qui sont pris dans le centre de la classe. De cette façon, on obtient une distribution des indices sur une large plage, en plus d'une distribution de niveau d'inclusions pour le même indice.

Avant d'être pastillés, les échantillons sélectionnés doivent être coupés. La surface de rupture est sablée pour enlever la porosité causée par la rupture; un maximum de un millimètre de métal est enlevé. Une coupe est faite à un centimètre de la surface de rupture à l'aide d'une scie abrasive. Le petit morceau retiré est pastillé (côté rupture) dans le « bakelite » pour le polissage.

Les échantillons sont polis miroir suivant une procédure de polissage (tableau 2.1).

Les échantillons polis sont entreposés dans un dessiccateur contenant du gel de silice pour éviter l'oxydation.

3.7 Mesure microscopique et analyseur d'images

Afin de valider la technique « Brightimeter », on mesure les inclusions qui ont une influence sur l'éclat de la surface, à l'aide d'un microscope optique et d'un analyseur d'images. Le microscope utilisé est de marque Olympus modèle BH2-UMA et l'analyseur d'images est de marque Leco; ce dernier est constitué d'une caméra ccd, d'un moniteur-image, d'un moniteur-texte et d'un ordinateur 386. La figure 3.16 montre le système microscope analyseur d'images. L'inclusion qui montre le plus important contraste de couleur avec la matrice est l'oxyde de magnésium : elle est de couleur noire, très foncée. Ce grand écart de contraste permet d'utiliser l'analyseur d'images de façon automatique. Ces mesures sont effectuées sous un grossissement de 200X, à raison de deux cents champs par échantillon, ce qui donne une très bonne moyenne pour toute la surface. Les paramètres mesurés sont le pourcentage surfacique des oxydes, leur longueur, leur aire, leur facteur de forme et leur nombre. Ces paramètres seront utiles pour établir avec certitude ceux qui ont un effet sur l'éclat de la surface.

images en couleur pour chaque élément mesuré. La concentration de l'élément est associée à un code de couleur. Le blanc est associé à une très haute concentration et le noir, à une très faible concentration. Entre les deux, on retrouve le spectre complet des couleurs visibles. La figure 3.17 donne un exemple d'une de ces images. Le microscope utilisé est un JEOL JXA-8900L WD/ED (figure 3.18). Il est opéré sous une tension de vingt kilovolts et un courant de trente nanoampères.

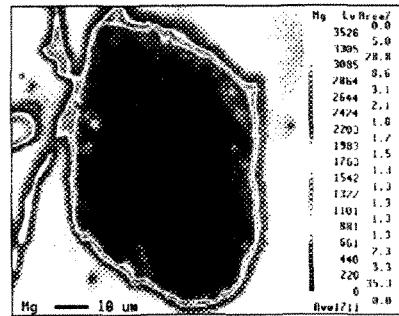


Figure 3.17 Exemple d'image de microsonde électronique.

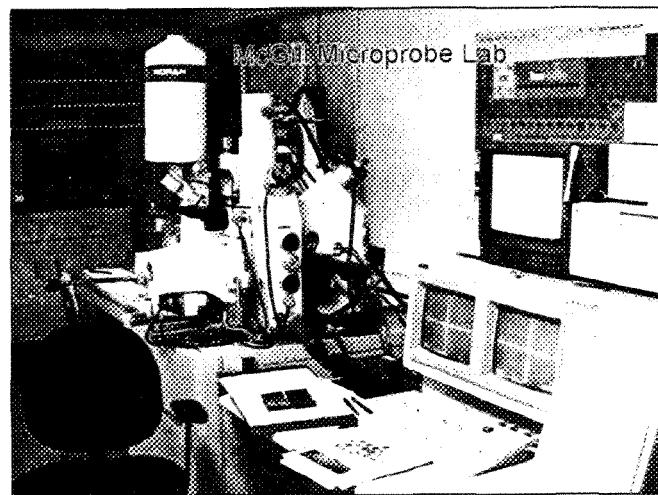


Figure 3.18 Microscope à microsondes électroniques.

3.8.2 Essai de traction et fractographie

Les propriétés mécaniques des alliages sont des paramètres importants. Nous devons préparer des éprouvettes de traction.

3.8.2.1 Préparation des éprouvettes de traction

Cinq alliages sont préparés, chacun avec un pourcentage d'aluminium différent. Ainsi, des mélanges de 4%, 7%, 9%, 11% et 14% d'aluminium seront utilisés. Les alliages sont créés par la dilution et la concentration de l'alliage commercial AZ91D contenant 9% d'aluminium. Le ratio aluminium-zinc demeure le même que celui de l'alliage de base, soit neuf pour un.

4%- 4,444kg de AZ91D + 5,556kg de Mg \rightarrow 10kg de métal

7%- 7,778kg de AZ91D + 2,222kg de Mg \rightarrow 10kg de métal

9%- 10,000kg de AZ91D \rightarrow 10kg de métal

11%-9,775kg de AZ91D + 0,225kg de Al-Zn(10%) \rightarrow 10kg de métal

14%- 9,383kg de AZ91D + 0,617kg de Al-Zn(10%) \rightarrow 10kg de métal

3.8.2.2 Moule et coulée

Le moule à barreaux de traction (Stahl, voir figures 3.19 et 3.20) est préchauffé à une température de 550°C pour prévenir la solidification trop rapide du métal.

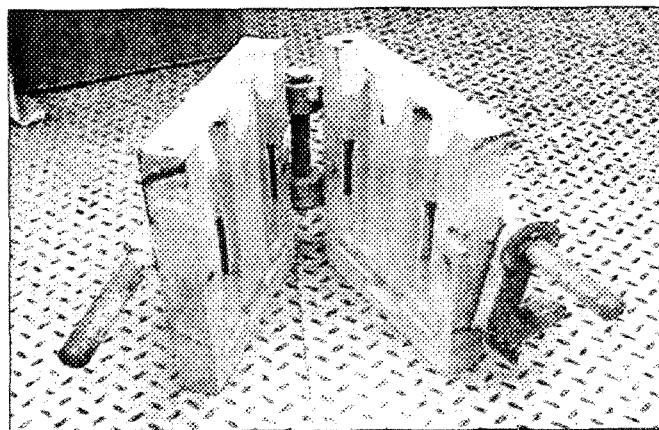


Figure 3.19 Moule Stahl.

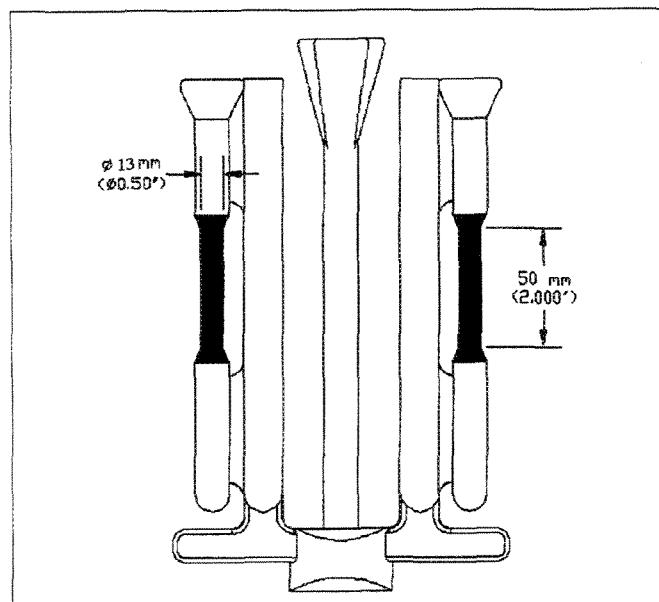


Figure 3.20 Schéma de la pièce obtenue par le moule Stahl.

Le métal, quant à lui, est fondu dans une fournaise à résistance à une température de 720°C. La fournaise est munie d'un système de protection du métal. Une atmosphère de protection (SF₆ 0,5% CO₂ 99,5%) est créée au-dessus du métal pour prévenir l'oxydation du magnésium. Les barreaux de traction sont coulés directement du creuset d'acier doux, ce

qui facilite la coulée en évitant l'oxydation et la solidification prématuée du métal. Les barreaux sont coupés et marqués d'un code unique AZXX-T, où XX est un nombre de 01 à 60. Tous les paramètres de coulé sont reportés.

3.8.2.3 Les essais de traction

Chaque échantillon ainsi produit est testé par une machine à traction, MTS servohydraulique (figures 3.21 et 3.22), pour en vérifier les propriétés mécaniques comme la contrainte limite en traction ainsi que l'allongement à la rupture. Les essais ont été effectués à une vitesse constante de cinq millimètres par minute, la longueur de l'éprouvette est de cinquante millimètres et son diamètre est de 12,5 millimètres.

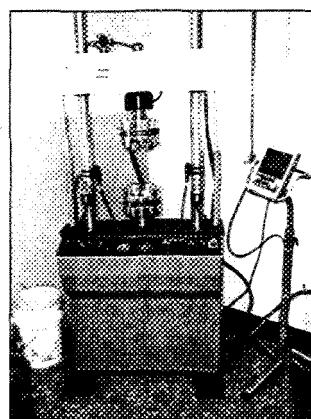


Figure 3.21 Machine à essais de traction MTS.

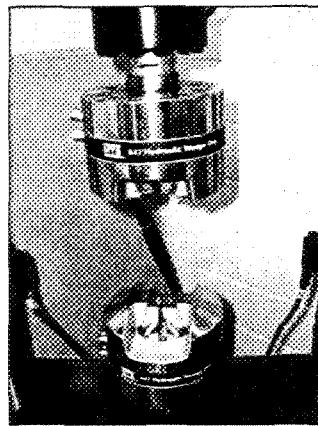


Figure 3.22 Pince de la machine MTS.

3.8.2.4 Préparation fractographique et métallographique

En vue de l'analyse fractographique et métallographique, les échantillons doivent être coupés. La coupe se fait selon la figure 3.23. Le barreau est sectionné à un centimètre de la surface de rupture pour éviter que la microstructure soit altérée par la déformation. Avant d'être emballée, la surface de rupture des échantillons est photographiée à l'aide d'un microscope électronique à balayage en électrons secondaires. Cette technique donne des photographies du relief de la fracture permettant de déterminer le type de fracture : fragile ou ductile. Le grossissement du microscope est de 500X et de 1000X. Par la suite, les échantillons sont pastillés en groupe de trois et polis jusqu'à ce que la surface soit miroir. Une analyse métallographique est effectuée sur chaque échantillon, à l'aide d'un microscope à microsondes électroniques et d'un logiciel analyseur d'images, pour déterminer la fraction surfacique des particules de la phase Mg-Al-Zn.

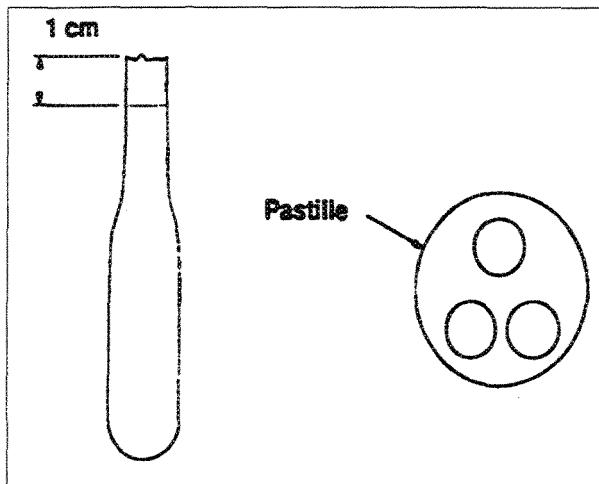


Figure 3.23 Schéma de préparation des échantillons pour le polissage.

3.8.3 Impact de la composition chimique

Des analyses chimiques préliminaires montrent que, dans certains cas, la teneur en aluminium peut varier de façon significative d'un échantillon à l'autre. Cette variation affecte la taille des particules de la phase intermétallique $Mg_{17}(Al,Zn)_{12}$ de l'alliage AZ91D. Pour mesurer l'influence de ce paramètre, des coulées de cet alliage sont enrichies ou appauvries en Al-Zn; le rapport Al-Zn demeurera le même que celui de l'alliage original, soit 9:1. En tout, cinq compositions sont préparées : 4%, 7%, 9%, 11% et 14% d'aluminium. Le métal est fondu et coulé suivant la même procédure. Les échantillons, ainsi produits à raison de vingt par composition, sont fracturés et mesurés exactement de la même manière que ceux déjà produits.

3.8.4 Mesure de la taille des grains

La taille des grains pouvant être un autre paramètre influençant l'indice de « Brightimeter », des tests sont menés dans le but de mesurer leur importance. Nous

mesurons simplement la taille des grains des échantillons déjà coulés et nous corrélons ces mesures avec les indices obtenus. Les joints de grains nécessaires pour distinguer un grain d'un autre sont rendus visibles par une attaque chimique. Après plusieurs tests, il s'avère que la meilleure solution est constituée de :

80 ml Eau,
 10 ml Éthanol,
 10 ml Acide acétique,
 3 g Acide citrique.

Les échantillons sont immersés dans la solution environ 10 à 30 secondes, puis ils sont rincés à l'eau vive et immédiatement séchés à l'air comprimé. L'attaque a pour effet de noircir le joint de grain. Pour mesurer la taille des grains, on utilise la technique des lignes : nous traçons une ligne d'un joint de grain à un autre, ensuite nous mesurons la longueur de cette ligne et nous la divisons par le nombre de grains ou de joints de grains interceptés par la ligne. Cette technique donne la taille moyenne des grains; en la répétant plusieurs fois sur un même échantillon, nous parvenons à une excellente approximation de la taille des grains. Ces résultats seront corrélés aux indices de « Brightimeter » obtenus auparavant.

3.8.5 Porosité

Afin de vérifier si le « Brightimeter » est sensible à la porosité, une expérience a été faite avec l'aluminium. Cette expérience consiste simplement à couler des échantillons dans le même moule que celui utilisé pour le magnésium. Une première série d'échantillons provient d'aluminium dégazé pendant quinze minutes, et une autre série provient d'aluminium dans lequel l'ajout d'hydrate de carbone a fait augmenter le taux d'hydrogène

en solution : l'hydrogène étant l'une des principales causes de la formation de pores dans l'aluminium. Par la suite, l'éclat des échantillons est mesuré exactement de la même façon; puis ils sont coupés, pastillés, polis suivant la même procédure que celle utilisée pour le magnésium. Finalement, le contenu en pores est mesuré à l'aide du microscope optique et de l'analyseur d'images. Ces résultats seront corrélés aux indices de « Brightimeter » obtenus auparavant.

CHAPITRE 4

**RÉSULTATS DU « BRIGHTIMETER » ET
DE L'ANALYSEUR D'IMAGES**

CHAPITRE 4

RÉSULTATS DU « BRIGHTIMETER » ET DE L'ANALYSEUR D'IMAGES

4.1 Brightimeter

Les échantillons sont mesurés selon la procédure mentionnée au chapitre précédent.

La figure 4.1 montre un exemple de mesures prises sur un échantillon.

1	44.50
2	43.80
3	43.30
4	44.20
5	45.70
6	47.00
7	48.40
8	48.60
9	47.50
10	47.20
<hr/>	
AVERAGE	46.02
HIGH	48.60
LOW	43.30
ST. DEV.	1.97
<hr/>	
02/23/04	16:44
<hr/>	

Figure 4.1 Coupon d'impression du « Brightimeter ».

Dans le cas présent, dix mesures sont prises par échantillon. L'écart type représente l'homogénéité de la surface. Plus une surface de mesure est homogène, plus les valeurs

mesurées sont près de la moyenne, et plus l'écart type est bas. Un écart type élevé est souvent causé par une grosse inclusion, visible à l'œil nu. Les échantillons ayant des écarts types élevés sont mis de côté pour l'analyse microscopique. Une synthèse des résultats est présentée aux pages suivantes. Seuls la moyenne et l'écart type de chaque échantillon sont présentées.

4.1.1 Magnésium pur

La nature très réactive du magnésium pose certains problèmes. Lors de la coulée, si toutes les précautions nécessaires ne sont pas prises, plusieurs inclusions peuvent se former et se mélanger au métal liquide, ce qui occasionne une grande quantité d'oxydes dans l'échantillon. Ces inclusions se manifestent par une diminution de l'indice de « Brightimeter ».

Les figures 4.2 à 4.5 indiquent une variation importante des données autour de leur valeur moyenne. De plus cette valeur moyenne semble dépendre de la composition du mélange initial. Les autres paramètres de coulée ont un effet plutôt négligeables.

Prenons tout d'abord l'écumage de la surface du métal. Lors de la coulée, le métal est puisé dans le creuset à l'aide d'une louche et immédiatement versé dans le moule de la façon suivante : la louche est délicatement penchée sur le côté pour permettre au métal du dessous de s'écouler, et ainsi permettre à la couche du dessus de demeurer en place. Cette technique évite de laisser entrer la zone riche en inclusions dans la pièce coulée.

Le gaz de protection contenu dans le moule, lors de la coulée, était un autre paramètre utilisé. Ce gaz influence seulement la surface de l'échantillon; à l'œil nu nous remarquons

qu'un échantillon coulé sans gaz aura une surface plutôt terne et jaunâtre, tandis qu'un échantillon coulé avec le même gaz de protection a une surface brillante.

Le lien de métal entre la louche et le moule représente une source d'inclusions lors de la coulée. Ce lien d'une dizaine de centimètres est exposé à l'air libre durant un bref instant, mais cela est suffisant pour amorcer l'oxydation du lien métallique. Puisque la même technique de coulée a été utilisée pour tous les échantillons, nous pouvons supposer que les inclusions attribuables à ce lien sont les mêmes.

La figure 4.6 montre la distribution de l'écart type en fonction de la moyenne de l'indice de « Brightimeter ». Notons une agglomération de points dans la région d'indice de 40 à 50 et d'écart type de 1 à 3. Un écart type élevé signifie une mauvaise homogénéité de la surface; pour cette raison, tous les échantillons ayant un écart type supérieur ou égal à 4 ne sont pas soumis à l'analyse microscopique.

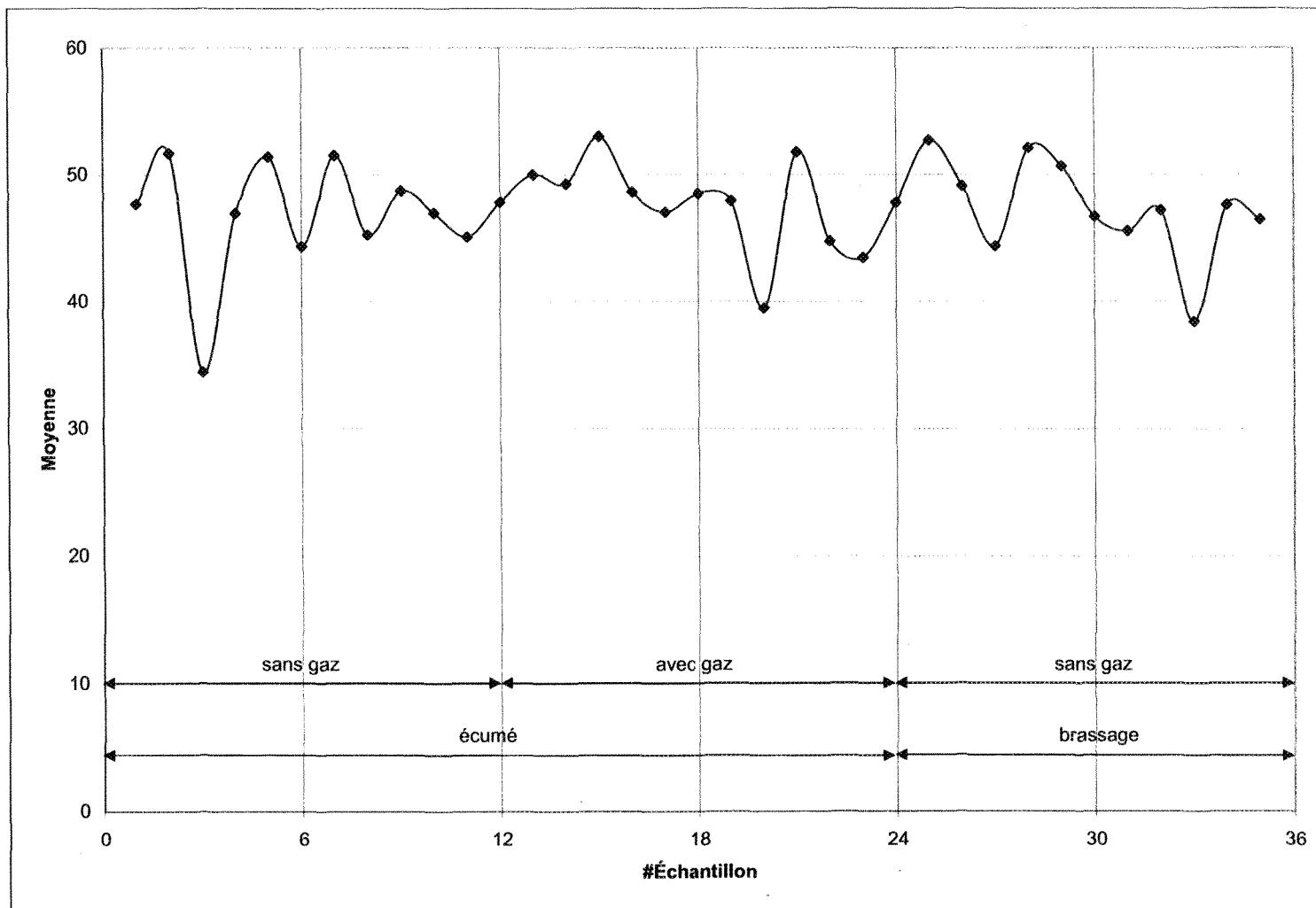


Figure 4.2 Distribution des indices de « Brightimeter » pour le magnésium pur frais.

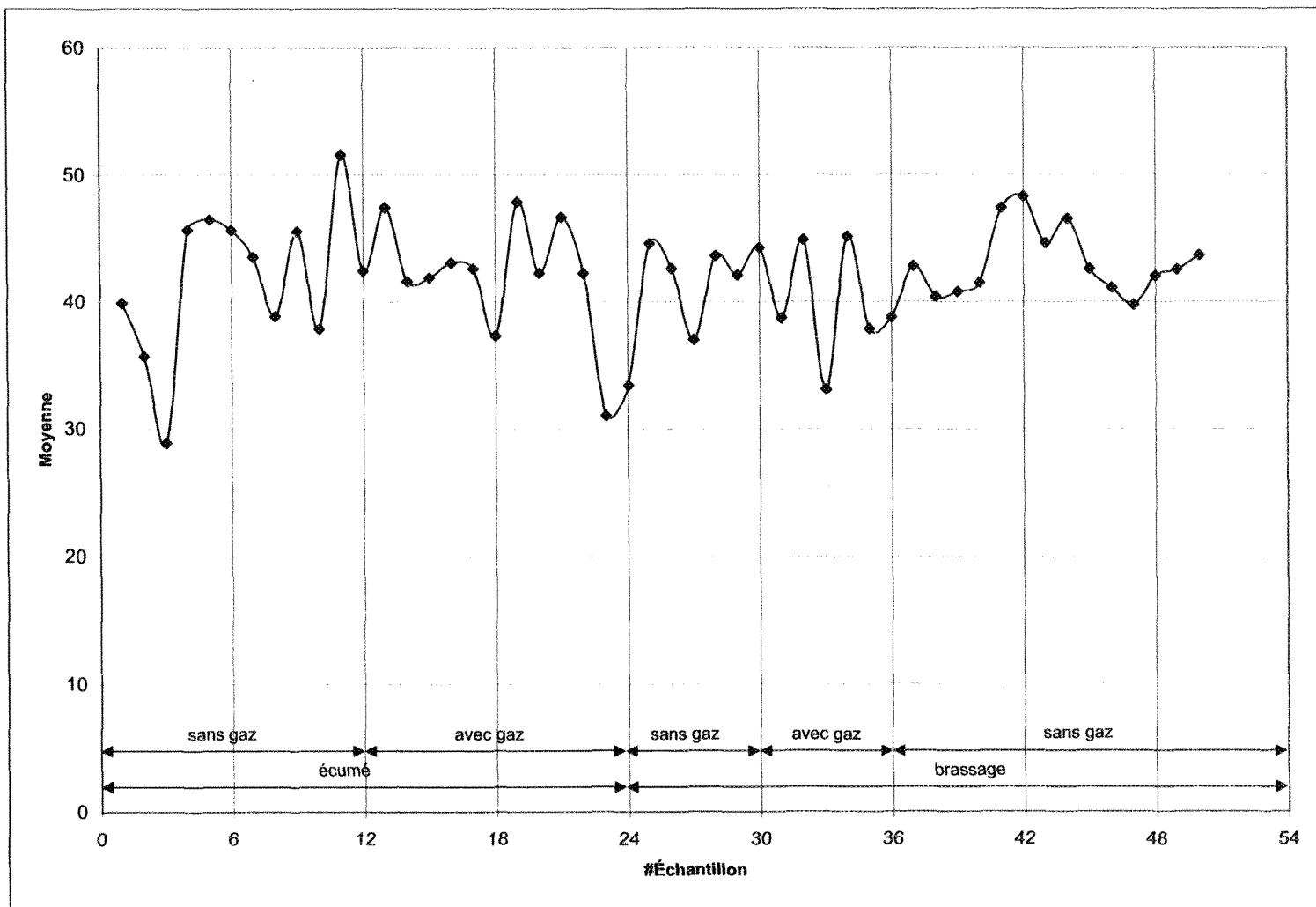


Figure 4.3 Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de magnésium pur (1/3 recyclé + 2/3 propre).

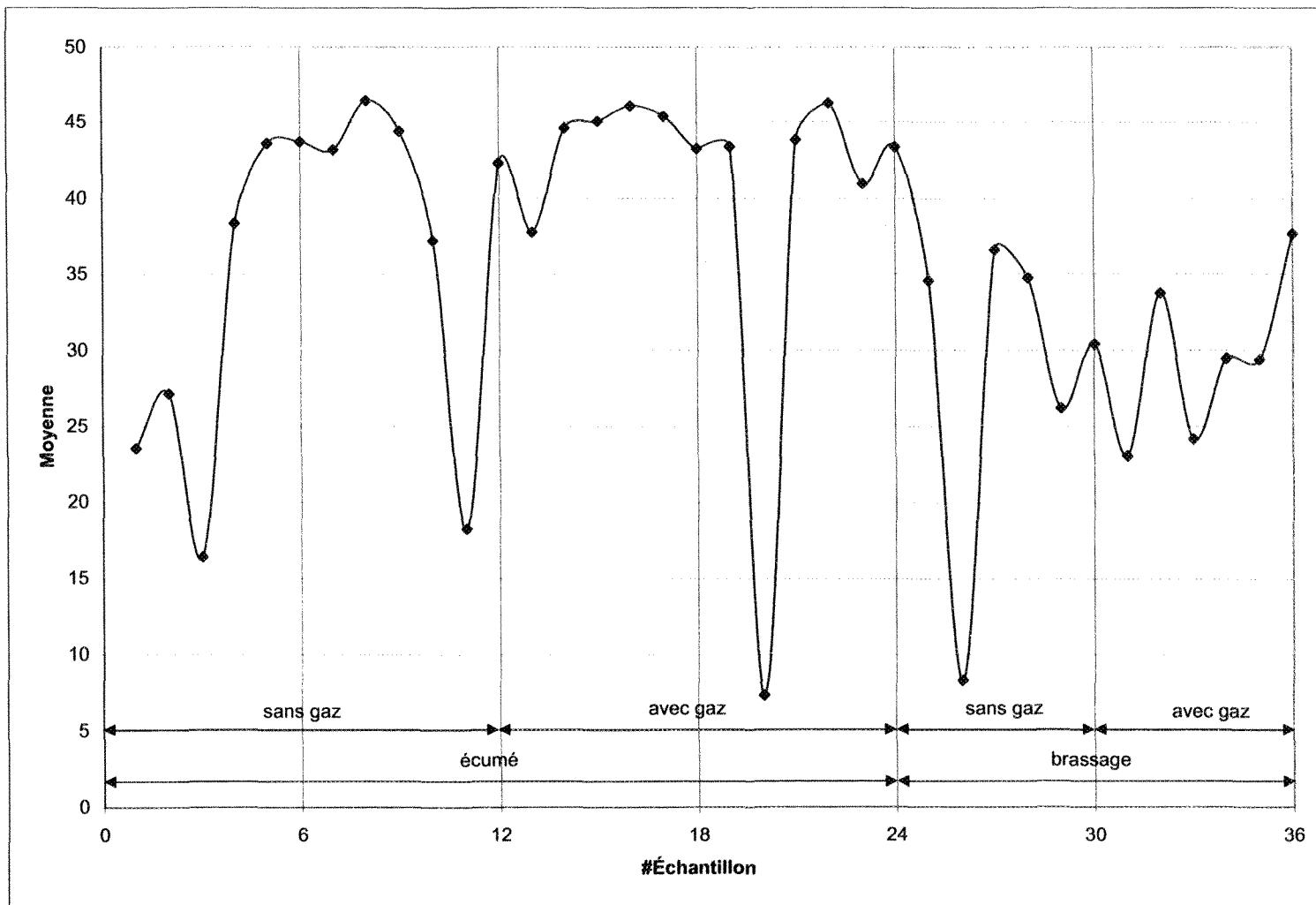


Figure 4.4 Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de magnésium pur (2/3 recyclé + 1/3 propre).

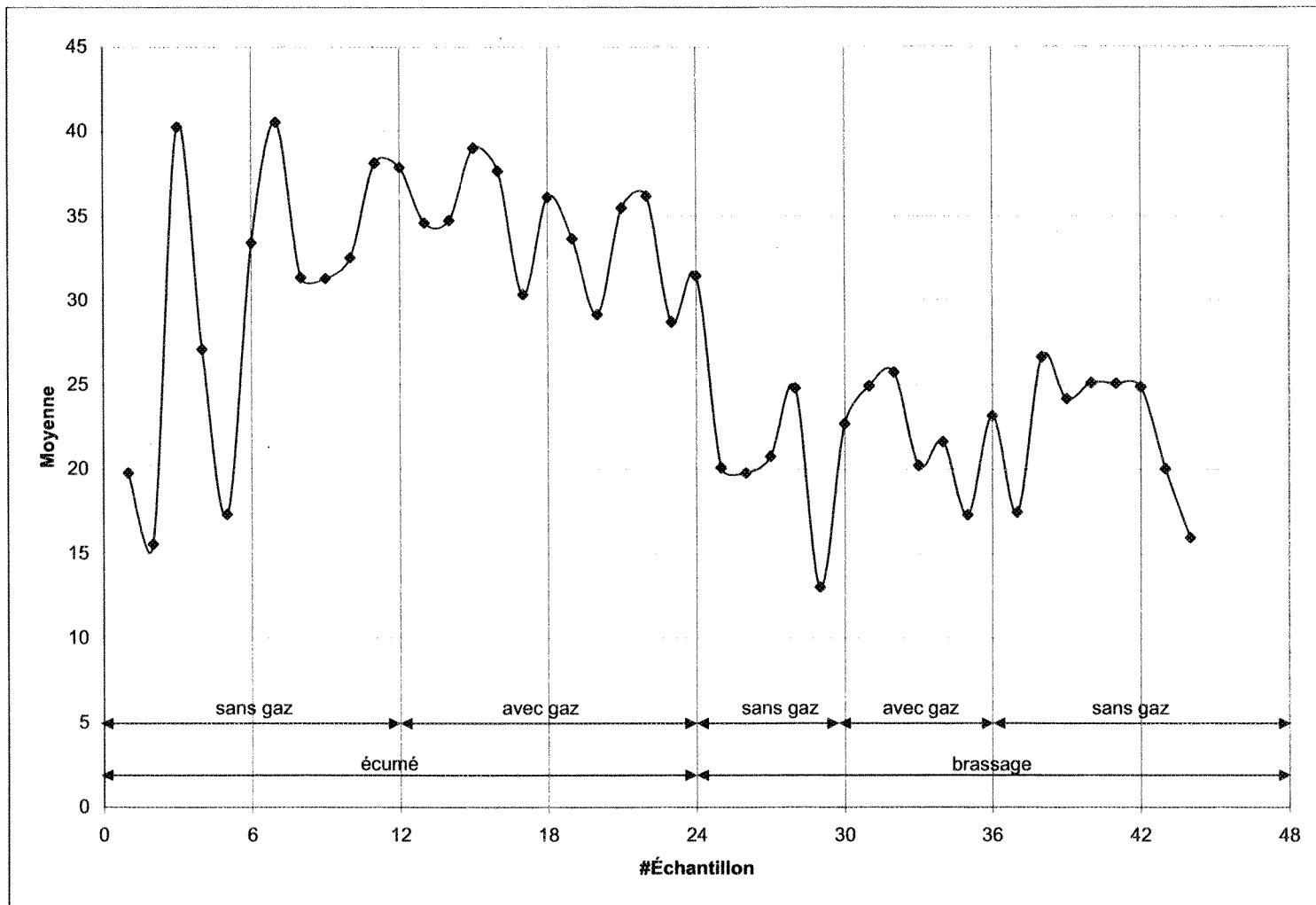


Figure 4.5 Distribution des indices de « Brightimeter » pour le magnésium pur recyclé.

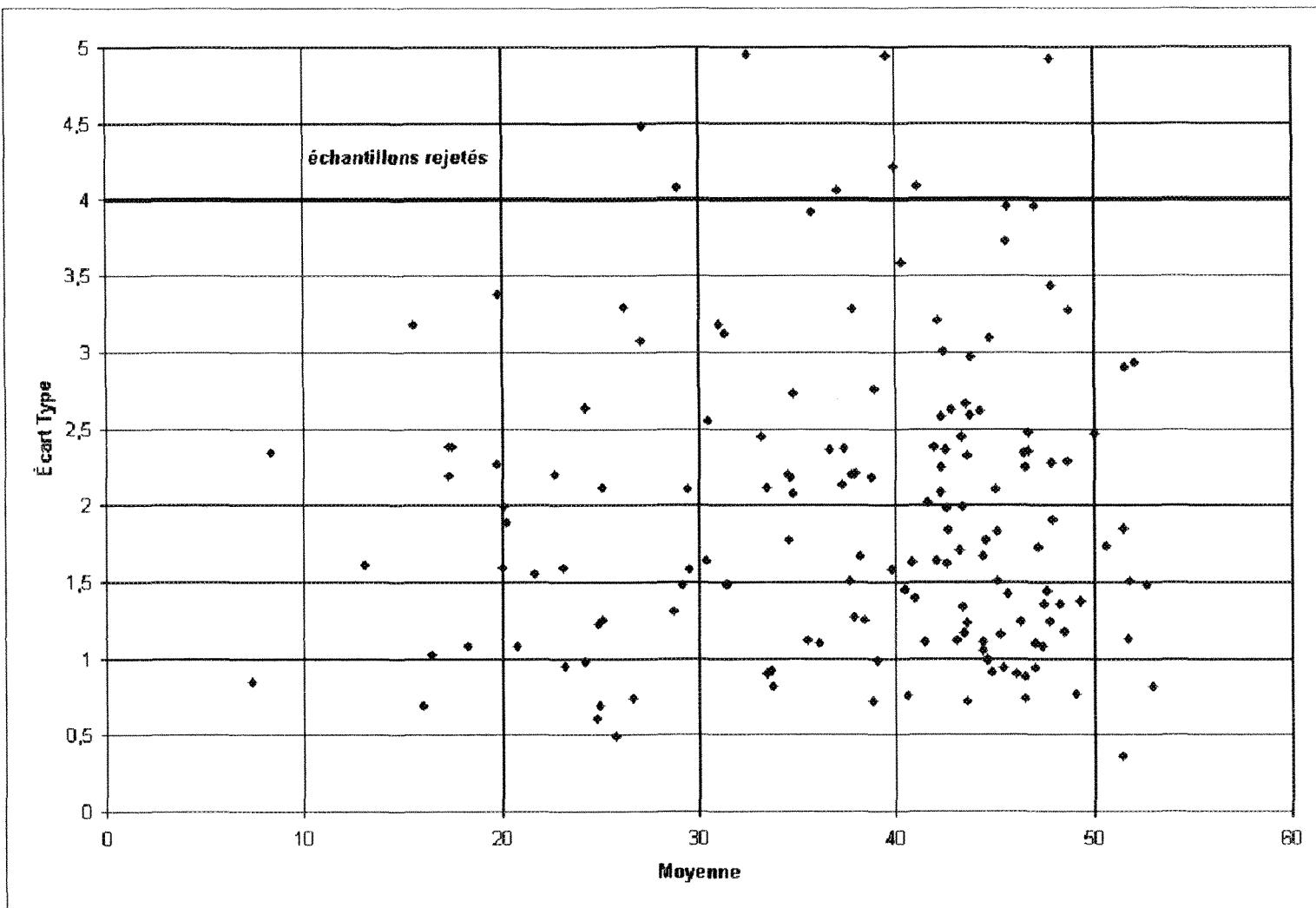


Figure 4.6 Variations de l'écart type en fonction de la moyenne des indices de « Brightimeter » pour le magnésium pur.

4.1.2 Alliage AZ91D

L'aluminium contenu dans l'alliage AZ91D diminue grandement la réactivité du métal. Effectivement, cette différence de réactivité semble avoir des répercussions majeures quant aux distributions des indices de « Brightimeter ». Pour l'alliage frais la variation de la distribution des données est très grande, beaucoup plus grande que celle des mélanges (figures 4.7 à 4.10). L'effet de la composition des mélanges n'est pas évident. Les distributions semblent être le fruit d'un ensemble de paramètres. Le but premier du travail est l'obtention d'une plage d'indices de « Brightimeter », et la connaissance des causes de cette variation est secondaire.

Comme pour le magnésium pur, un graphique des écarts type en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D a été tracé. Une agglomération de points se situe dans la région délimitée par un cercle sur la figure 4.11. Cette agglomération est causée, comme mentionné ci-dessus, par l'uniformité de la distribution de chaque mélange. La majeure partie des points a un écart type inférieur à 3, ce qui est directement lié à l'homogénéité de la surface de rupture des échantillons.

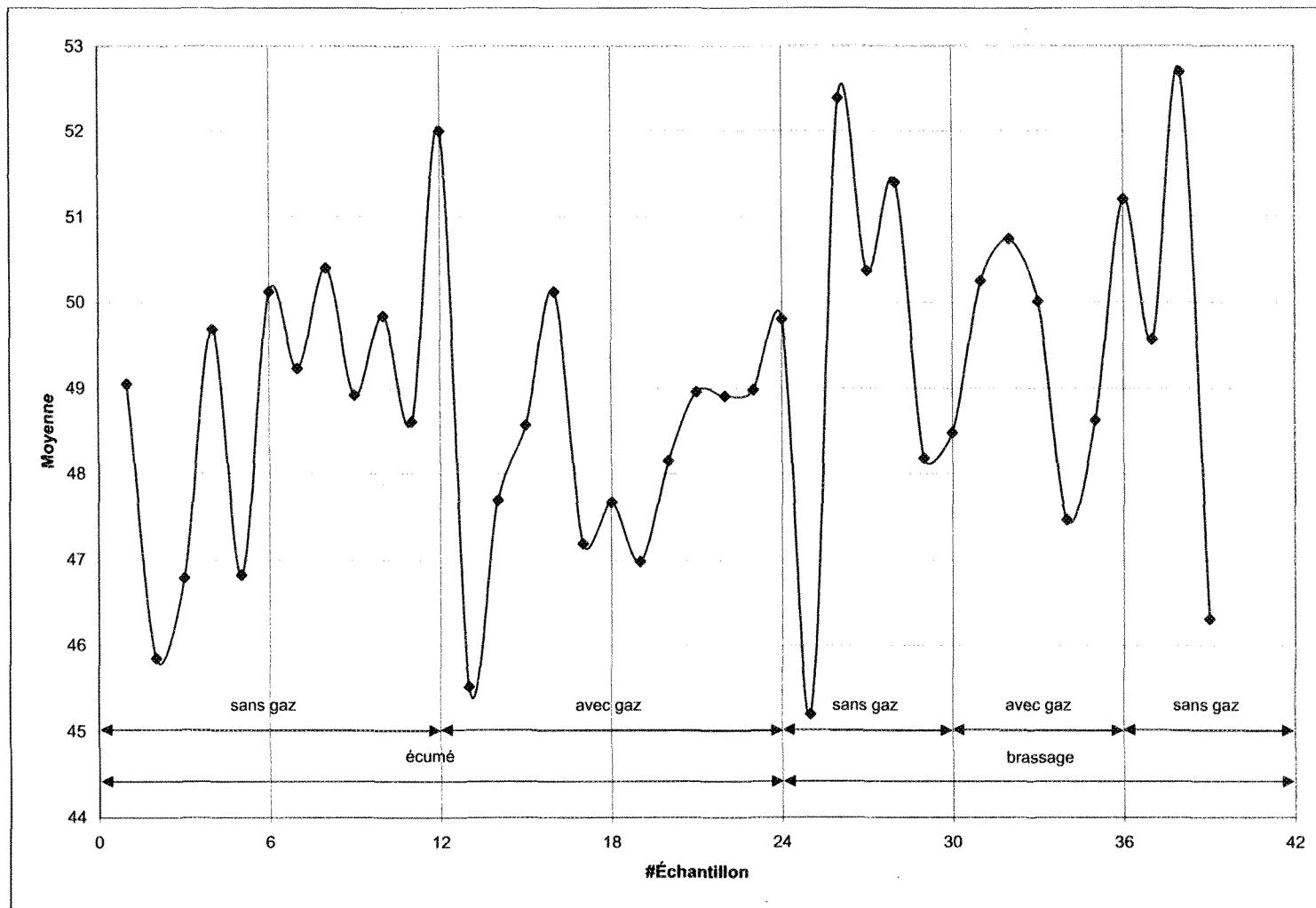


Figure 4.7 Distribution des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D frais.

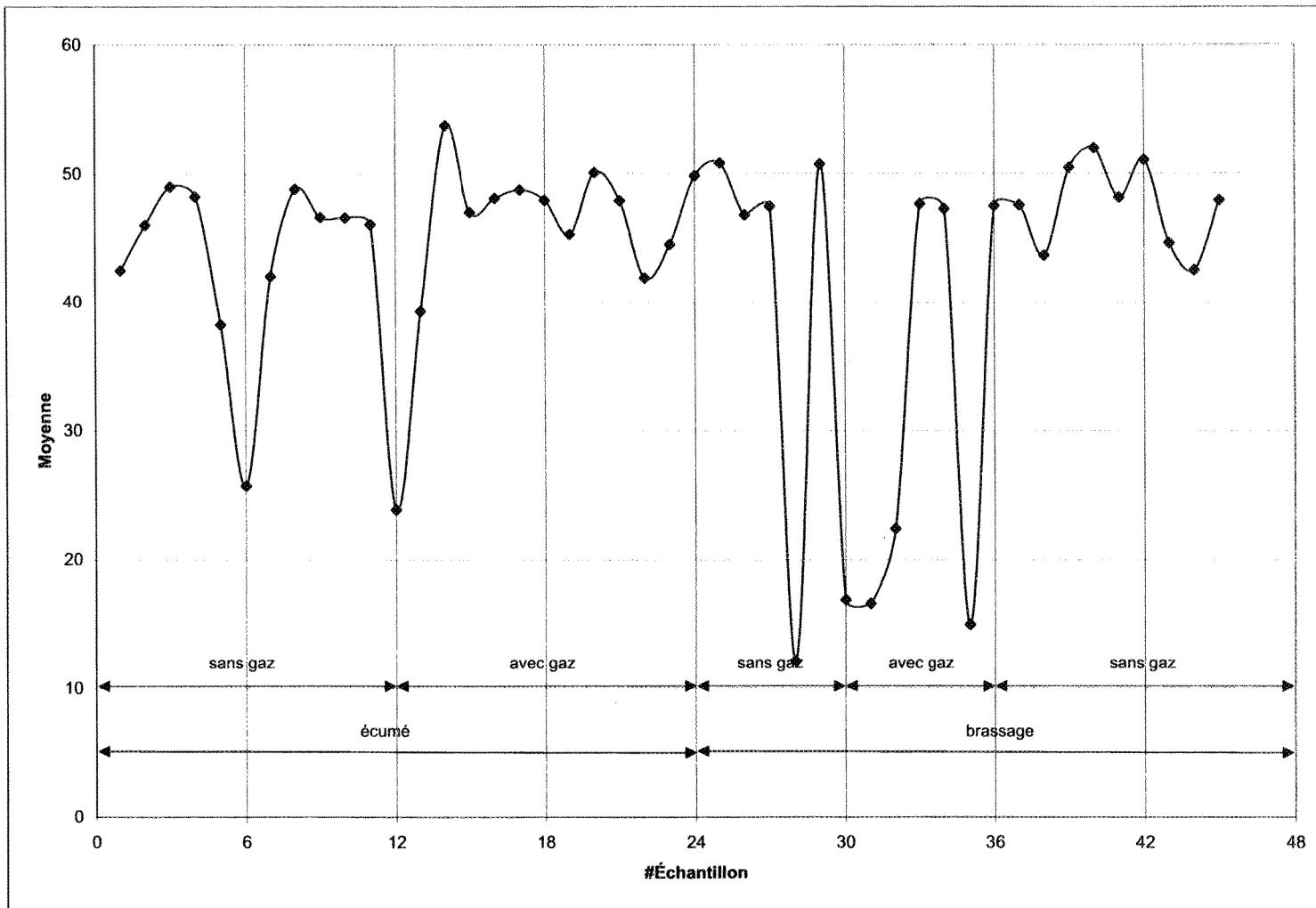


Figure 4.8 Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de l'alliage AZ91D (1/3 recyclé + 2/3 propre).

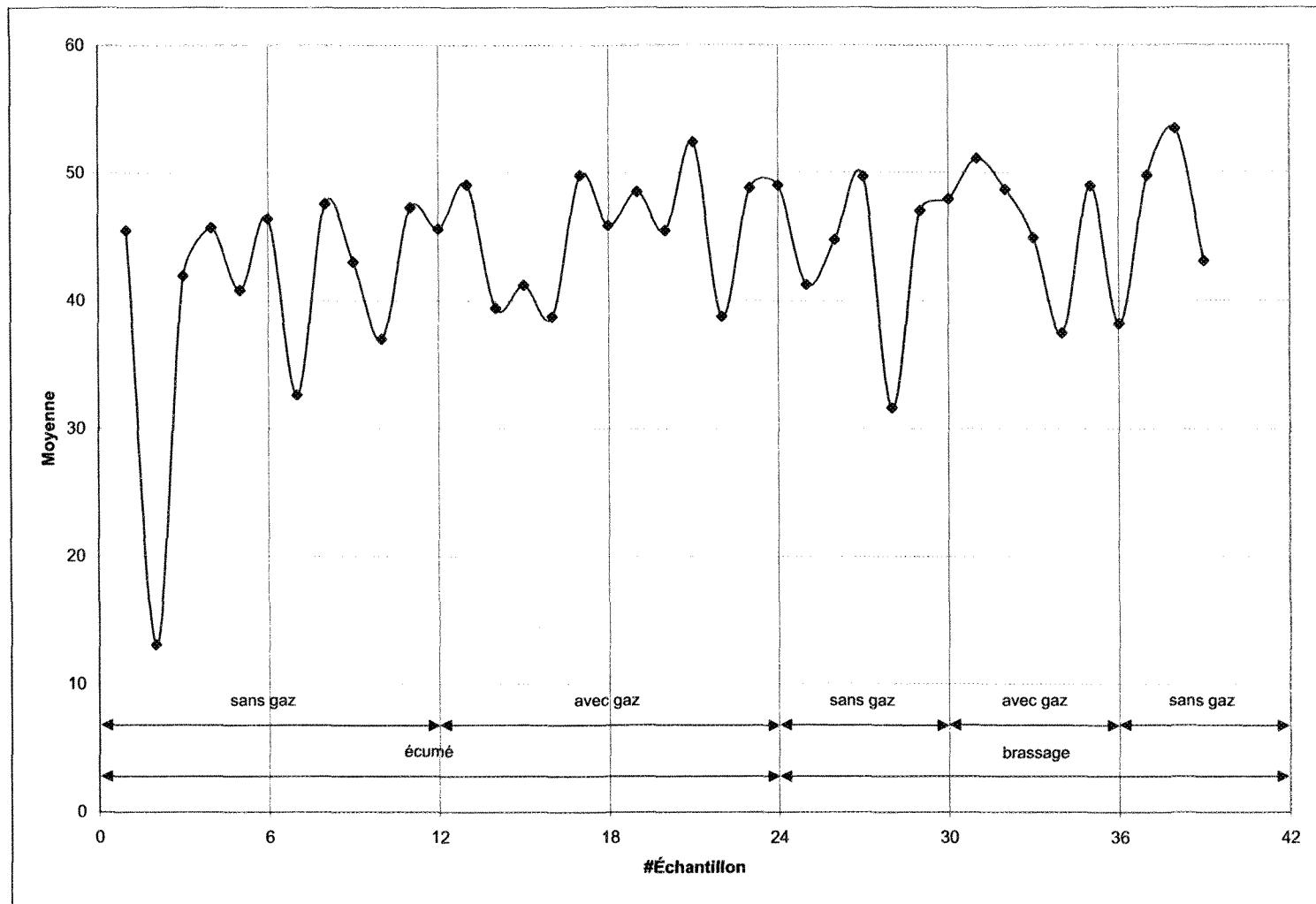


Figure 4.9 Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de l'alliage AZ91D (2/3 recyclé + 1/3 propre).

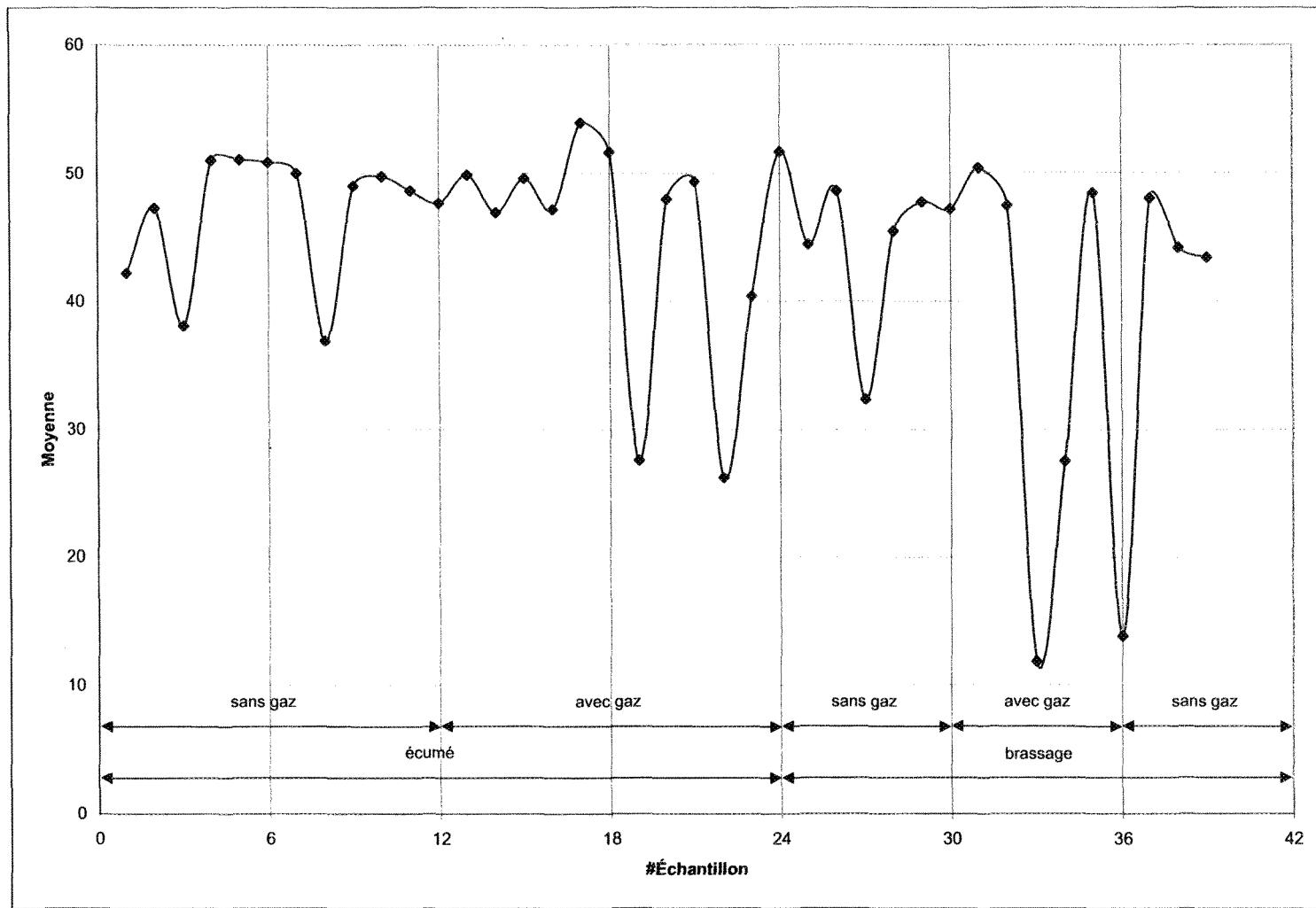
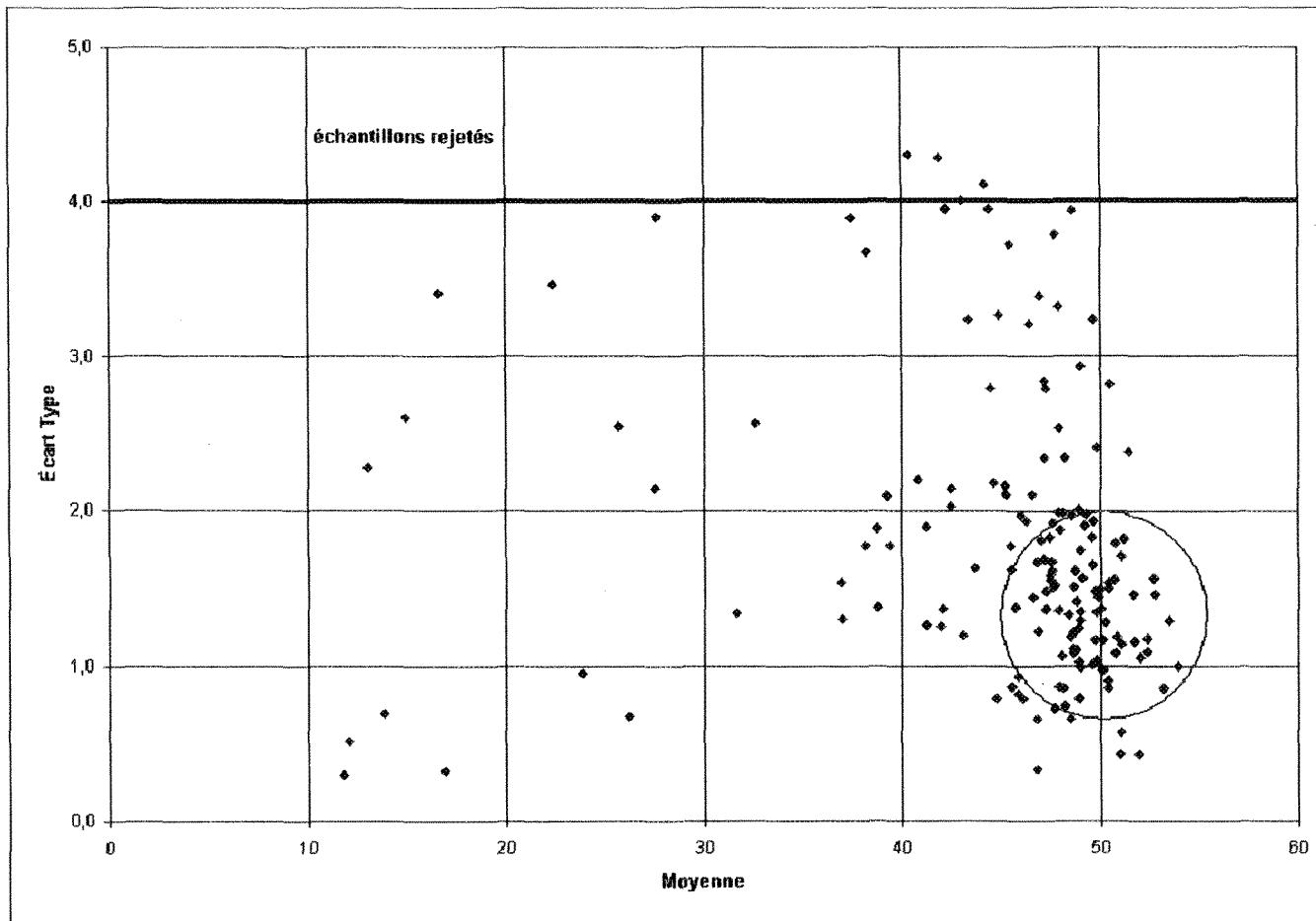


Figure 4.10 Distribution des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D recyclé.



4.1.3 Alliage AM50A

L'alliage AM50A est celui dont la distribution sur toute la largeur de la plage d'indices de « Brightimeter » est la plus uniforme (figure 4.12 à 4.15). En effet, nous remarquons que pour tous les mélanges, sauf pour l'alliage frais, les distributions montrent beaucoup de variation avec l'ensemble des paramètres de coulée utilisés, qui sont les mêmes que ceux utilisés pour les autres alliages. Par contre, pour l'alliage frais, l'indice varie seulement légèrement entre 42 et 53.

Tout comme pour les autres alliages, le graphique des écarts type en fonction des indices de « Brightimeter » est présenté à la figure 4.16. Les points sont éparpillés malgré une légère concentration.

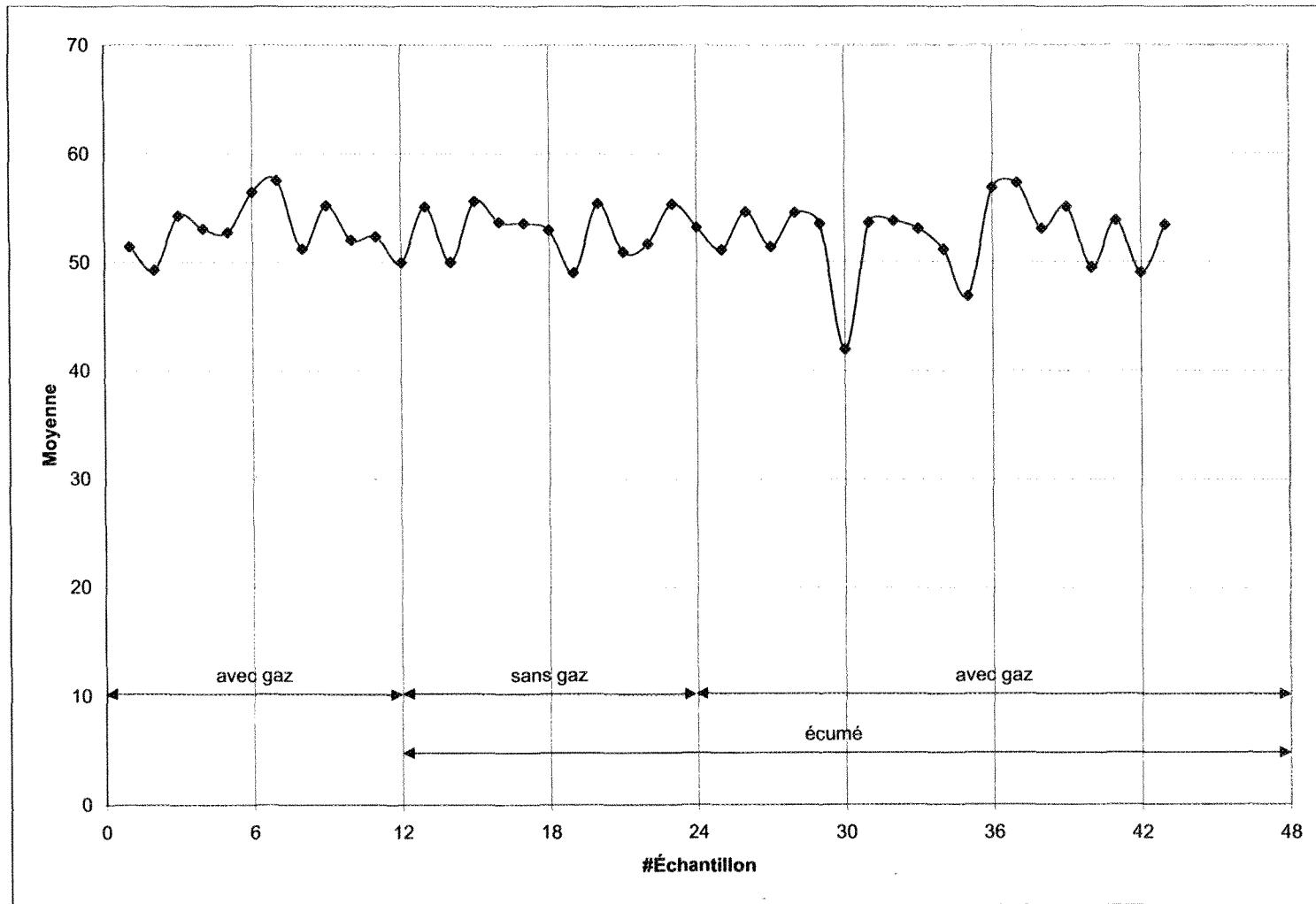


Figure 4.12 Distribution des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A frais.

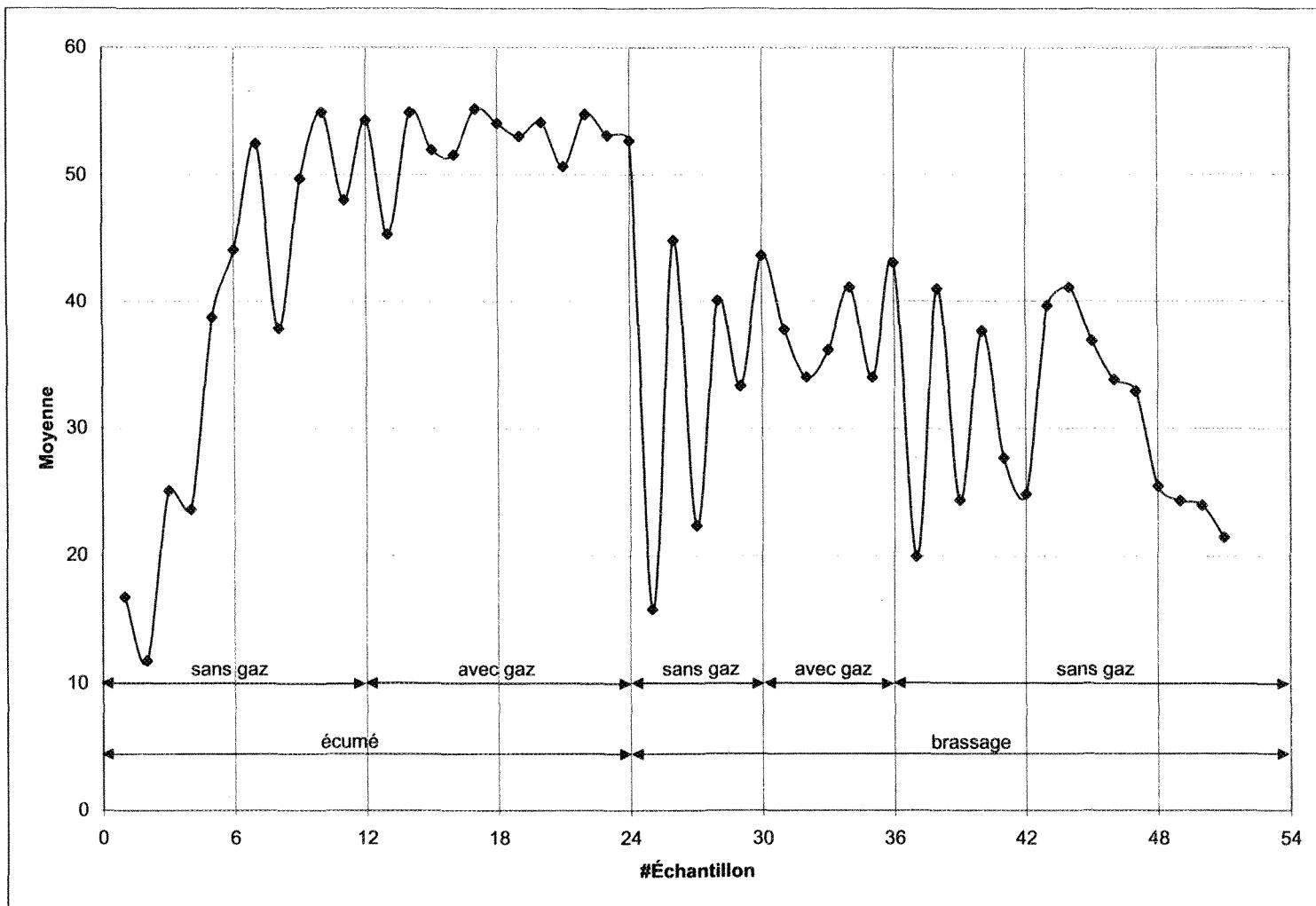


Figure 4.13 Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de l'alliage AM50A (1/3 recyclé + 2/3 propre).

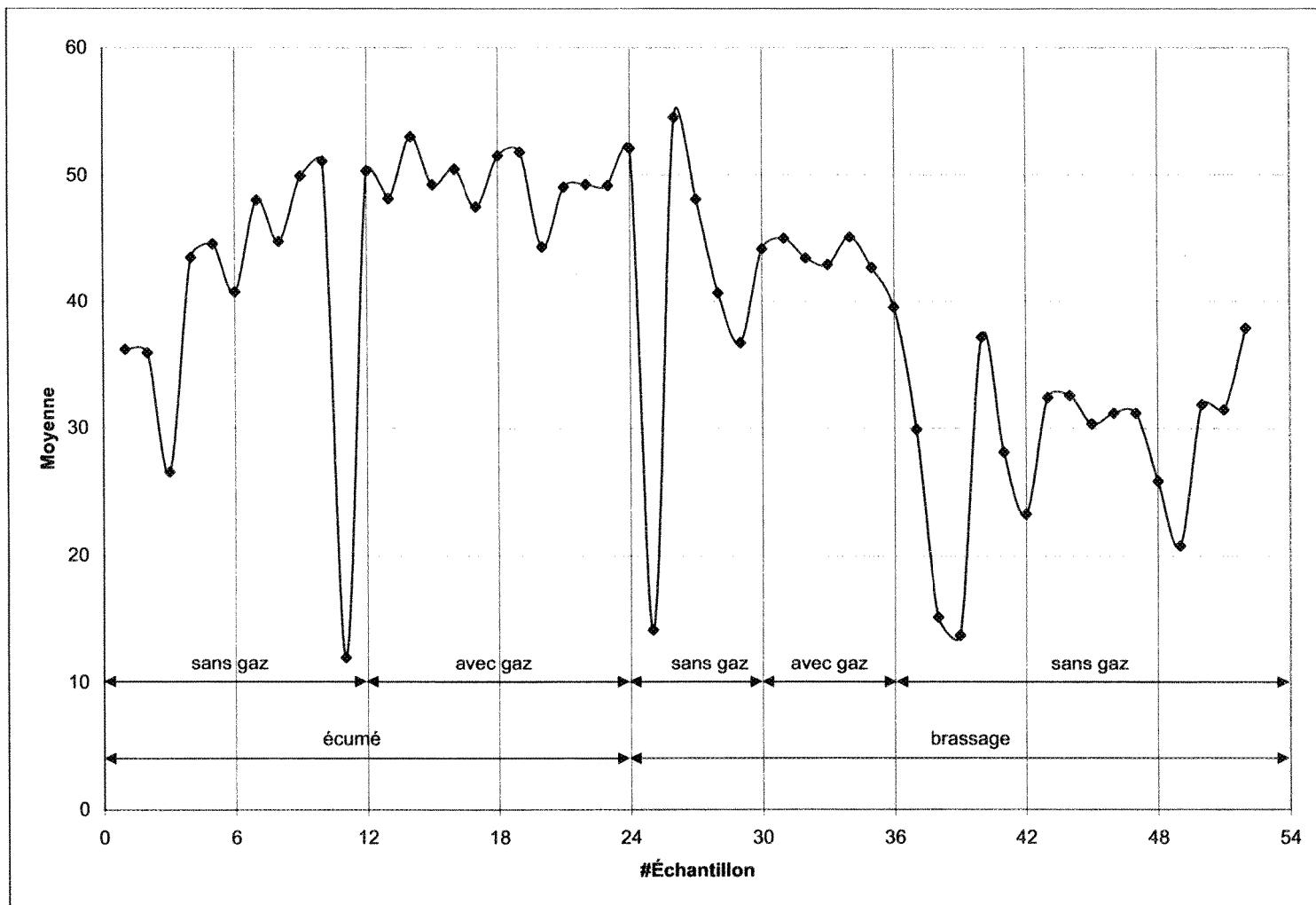


Figure 4.14 Distribution des indices de « Brightimeter » pour le mélange de l'alliage AM50A (2/3 recyclé + 1/3 propre).

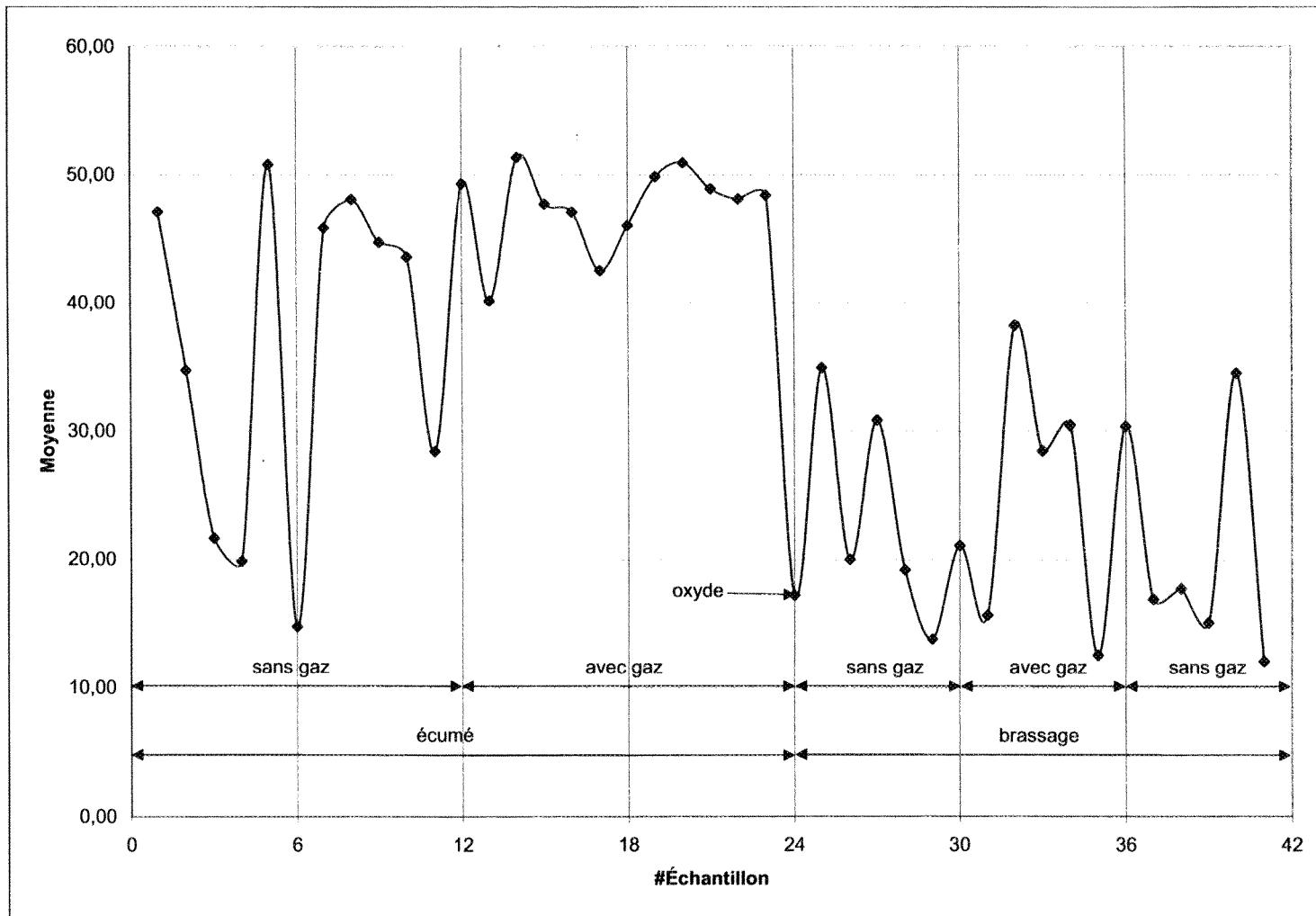


Figure 4.15 Distribution des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A recyclé.

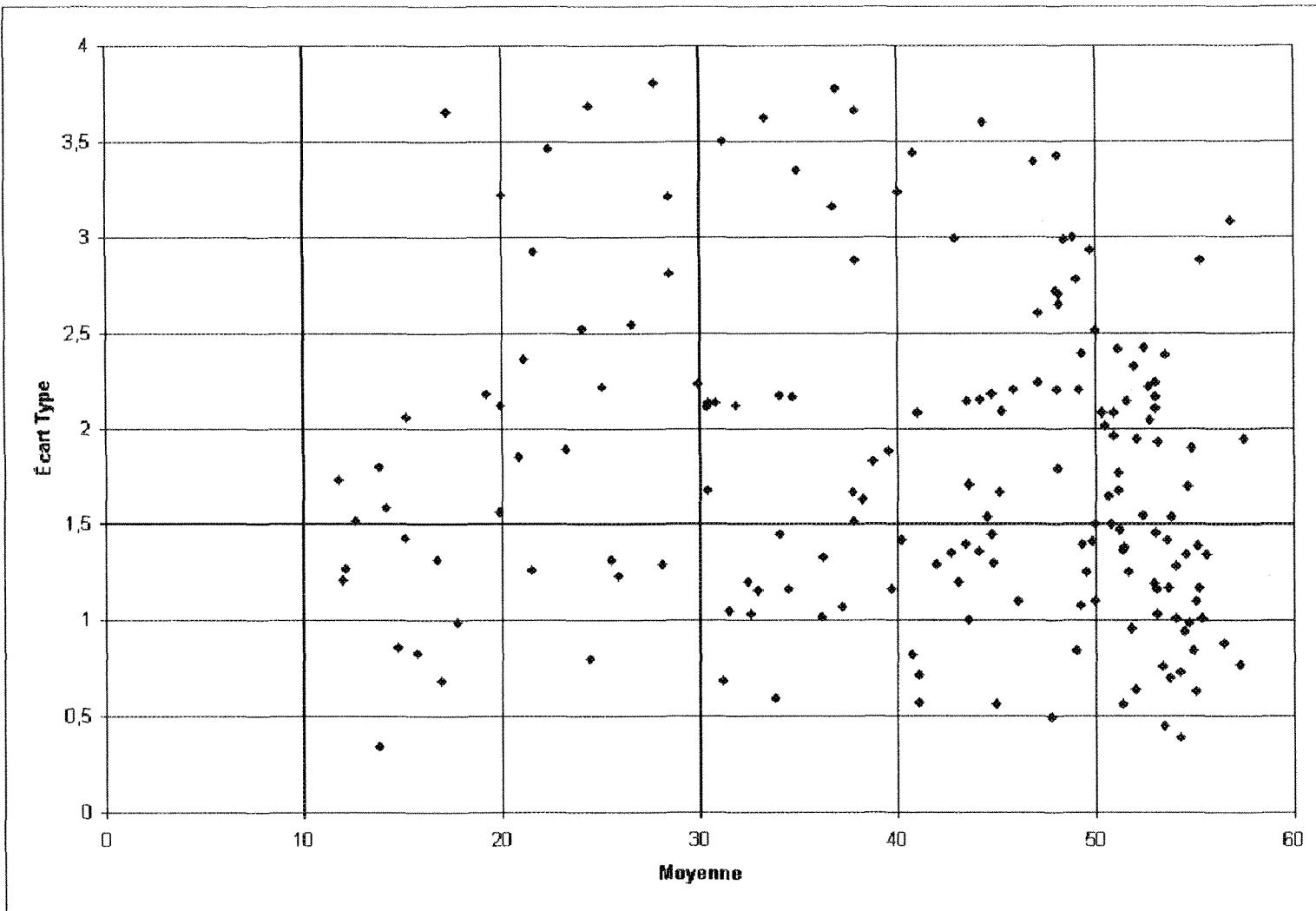


Figure 4.16 Variations de l'écart type en fonction de la moyenne des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A.

4.2 Sélection

La mesure des inclusions à l'aide de l'analyseur d'images peut s'avérer dans certains cas une technique assez longue, jusqu'à une heure et demie. Puisque dans notre cas, plus de quatre cents échantillons ont été produits, il nous est impossible de les analyser tous. Des échantillons représentatifs ont donc été choisis afin d'obtenir une bonne évaluation du contenu en inclusions des échantillons. Pour ce faire, tous les échantillons ayant un écart type supérieur ou égal à 4 ont été éliminés; la sélection a été faite selon la procédure expliquée dans la section 3.6.

Le code utilisé pour identifier les échantillons sélectionnés est constitué de deux lettres correspondant à l'alliage - MG pour le magnésium pur, AZ pour l'alliage AZ91D et AM pour l'alliage AM50A - et d'un nombre entre 01 et 60.

4.2.1 Alliage AZ91D

Le tableau 4.1 montre les échantillons sélectionnés en vue de l'analyse d'images, leur valeur moyenne, l'écart type d'indice de « Brightimeter ». Les échantillons choisis sont regroupés en bloc de quatre. Cela nous permet d'évaluer la variation du niveau d'inclusions sur un même point. L'échantillon AZ01 est celui qui comporte la plus importante quantité d'oxydes, tandis que le AZ60 est celui qui en contient le moins.

Tableau 4.1 Échantillons sélectionnés pour l'alliage AZ91D

groupe	#	échantillon	moyenne	écart type
1	AZ01	AZ114B	12,11	0,51
	AZ02	AZ201B	13,05	2,28
	AZ03	AZ318B	13,84	0,69
	AZ04	AZ118A	14,98	2,60
2	AZ05	AZ116A	16,60	3,41
	AZ06	AZ115B	16,90	0,32
	AZ07	AZ116B	22,41	3,46
	AZ08	AZ106B	23,86	0,95
3	AZ09	AZ103B	25,70	2,54
	AZ10	AZ311B	26,22	0,67
	AZ11	AZ317B	27,58	2,14
	AZ12	AZ310A	27,60	3,90
4	AZ13	AZ214B	31,63	1,34
	AZ14	AZ204A	32,63	2,56
	AZ15	AZ304B	36,89	1,54
	AZ16	AZ205B	36,96	1,30
5	AZ17	AZ218B	38,19	1,77
	AZ18	AZ103A	38,21	3,67
	AZ19	AZ208B	38,73	1,89
	AZ20	AZ211B	38,75	1,38
6	AZ21	AZ208A	41,22	1,90
	AZ22	AZ213A	41,25	1,26
	AZ23	AZ111B	41,89	4,28
	AZ24	AZ202A	41,96	1,25
7	AZ25	AZ320A	43,39	3,24
	AZ26	AZ119B	43,65	1,63
	AZ27	AZ319B	44,14	4,11
	AZ28	AZ313A	44,43	3,95
8	AZ29	AZ201A	45,50	1,62
	AZ30	AZ007A	45,52	1,77
	AZ31	AZ206B	45,60	0,86
	AZ32	AZ202B	45,72	1,38
9	AZ33	AZ002A	46,79	0,65
	AZ34	AZ003A	46,82	0,33
	AZ35	AZ307B	46,90	1,22
	AZ36	AZ010A	46,98	3,39
10	AZ37	AZ017B	47,47	1,56
	AZ38	AZ118B	47,48	1,58
	AZ39	AZ119A	47,54	1,67
	AZ40	AZ204B	47,57	1,61

Suite				
11	AZ41	AZ310B	47,94	2,53
	AZ42	AZ319A	47,99	1,88
	AZ43	AZ108B	48,08	1,06
	AZ44	AZ121A	48,12	1,99
12	AZ45	AZ218A	48,94	1,02
	AZ46	AZ011A	48,96	2,01
	AZ47	AZ012A	48,98	1,35
	AZ48	AZ102A	48,98	2,93
13	AZ49	AZ304A	49,99	1,49
	AZ50	AZ017A	50,01	1,37
	AZ51	AZ110B	50,09	0,98
	AZ52	AZ003B	50,12	1,17
14	AZ53	AZ216A	51,08	0,57
	AZ54	AZ303A	51,09	1,14
	AZ55	AZ018B	51,20	1,82
	AZ56	AZ014B	51,40	2,38
15	AZ57	AZ321A	52,72	1,46
	AZ58	AZ221A	53,16	0,85
	AZ59	AZ219B	53,45	1,29
	AZ60	AZ309A	53,94	1,00

4.2.2 Alliage AM50A

Le tableau 4.2 montre, quant à lui, les échantillons choisis pour l'analyse d'images de l'alliage AM50A. Les échantillons sélectionnés sont regroupés en bloc de quatre dans le but d'évaluer la variation du niveau d'inclusions pour un même indice de « Brightimeter ». Les échantillons sont en ordre croissant du niveau d'inclusions : de AM01 à AM60.

Tableau 4.2 Échantillons sélectionnés pour l'alliage AM50A

groupe	#	échantillon	moyenne	écart type
1	AM01	AM321B	12,13	1,27
	AM02	AM318B	12,58	1,52
	AM03	AM220A	13,76	1,80
	AM04	AM315B	13,82	0,34
2	AM05	AM316B	15,70	0,83
	AM06	AM101A	16,73	1,31
	AM07	AM319B	16,94	0,68
	AM08	AM313A	17,22	3,65
3	AM09	AM302B	19,85	1,56
	AM10	AM119A	19,97	2,12
	AM11	AM314A	20,04	3,22
	AM12	AM225B	20,82	1,85
4	AM13	AM126A	21,50	1,26
	AM14	AM302A	21,67	2,92
	AM15	AM114A	22,38	3,46
	AM16	AM221B	23,28	1,89
5	AM17	AM120A	24,42	3,68
	AM18	AM102A	25,10	2,22
	AM19	AM124B	25,52	1,31
	AM20	AM225A	25,87	1,23
6	AM21	AM221A	28,12	1,29
	AM22	AM306A	28,43	3,21
	AM23	AM317B	28,48	2,81
	AM24	AM219A	29,91	2,23
7	AM25	AM314B	30,84	2,13
	AM26	AM224A	31,17	0,68
	AM27	AM224B	31,17	3,50
	AM28	AM226B	31,44	1,05
8	AM29	AM118A	34,00	1,45
	AM30	AM116B	34,02	2,17
	AM31	AM321A	34,50	1,16
	AM32	AM301B	34,73	2,16
9	AM33	AM220B	37,18	1,07
	AM34	AM120B	37,68	1,67
	AM35	AM116A	37,79	1,52
	AM36	AM227A	37,86	2,88
10	AM37	AM307A	40,17	1,42
	AM38	AM214B	40,69	0,82
	AM39	AM203B	40,77	3,44
	AM40	AM119B	41,00	2,08

Suite				
11	AM41	AM118B	43,03	1,20
	AM42	AM216B	43,43	1,40
	AM43	AM202B	43,47	2,14
	AM44	AM305B	43,56	1,71
12	AM45	AM216A	44,99	0,56
	AM46	AM217B	45,09	1,67
	AM47	AM107A	45,29	2,09
	AM48	AM304A	45,84	2,20
13	AM49	AM010A	49,02	0,84
	AM50	AM022B	49,02	2,78
	AM51	AM212A	49,16	2,20
	AM52	AM208A	49,24	1,08
14	AM53	AM011B	51,66	1,25
	AM54	AM210A	51,79	0,96
	AM55	AM108A	51,93	2,32
	AM56	AM005B	52,02	0,64
15	AM57	AM014B	54,54	1,34
	AM58	AM013B	54,62	1,7
	AM59	AM111B	54,72	0,99
	AM60	AM107B	54,87	1,90

4.3 Analyse d'images

Après avoir préparé les échantillons, nous procémons à l'analyse d'images. Un programme permet d'analyser automatiquement certains constituants de l'échantillon, en utilisant la différence de contrastes a été élaboré et testé. Les mesures sont effectuées systématiquement sous un grossissement de 200X. Tout d'abord, le pourtour de l'échantillon ne doit en aucun cas être mesuré; la raison est fort simple : lors du polissage, des particules de toutes sortes s'amalgament en périphérie de l'échantillon. Ensuite, débutant sur le côté, de la surface est complètement balayée en suivant le tracé noir à intervalle de deux ou trois champs, comme montré à la figure 4.17.

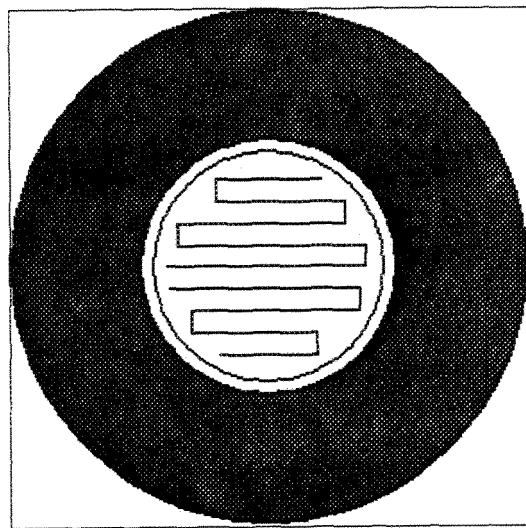


Figure 4.17 Tracé de la mesure systématique de l'échantillon.

Même si l'analyse est automatique, nous devons évaluer la validité du champ avant de le mesurer. L'intensité lumineuse d'un pixel sert à déterminer s'il fait partie de la matrice ou s'il fait partie d'une phase, par exemple. Sous le microscope optique, un oxyde, un pore, une retassure (micro porosité) ou même le « bakelite » sont tous de la même couleur. Il revient donc à l'opérateur de déterminer la nature du constituant en présence. Puisque nous nous intéressons seulement aux oxydes, nous devons rechercher de minces films noirs. Les pores sont des cavités; lorsque la mise au point est faite sur la matrice, l'image devient floue au-dessus d'un pore. Les retassures, quant à elles, ressemblent à des petits lacs noirs de forme très ronde. La section 2.5 montre des photos de ces constituants.

4.4 Corrélation

Notre objectif est de pouvoir établir une relation entre l'indice de « Brightimeter » et le niveau d'oxydes contenu dans le métal. Voyons d'abord le cas de l'alliage AZ91D.

4.4.1 Alliage AZ91D

La fraction surfacique des oxydes en fonction de l'indice de « Brightimeter », apparaît à la figure 4.18. Cette distribution est similaire à celle obtenue par R.P. Jacques⁵⁵. La droite sur la figure est la régression linéaire des points. Le coefficient de corrélation R^2 n'est que de 0,6784. Nous savons que pour des valeurs inférieures à 0,8, la régression n'est pas valide, i.e. que le lien linéaire entre la fraction surfacique et l'indice de « Brightimeter » est très faible. En utilisant d'autres types de régression, un meilleur ajustement pourrait être obtenu. La courbe sur la figure représente l'ajustement d'une relation exponentielle aux données expérimentales, le coefficient de corrélation est alors de 0,677. Une régression de type polynomiale du second degré ou plus améliore grandement la corrélation, mais le sens physique d'un tel polynôme nous échappe.

Nous pouvons améliorer le coefficient de corrélation de la régression linéaire en supprimant quelques points que nous jugeons erronés, i.e. des points qui s'éloignent de la tendance générale. Normalement, un indice de « Brightimeter » bas correspond à un niveau d'inclusions élevé. Toutefois, nous ne pouvons pas enlever trop de points, cela jouerait sur la pertinence de la régression. Dans notre cas, nous avons enlevé quatre points et nous avons représenté cette nouvelle régression à la figure 4.19. Le coefficient de corrélation s'en trouve amélioré, soit de 0,7267; mais il demeure encore trop bas pour que nous affirmions, hors de tout doute, qu'il y a bel et bien une relation linéaire entre l'indice de « Brightimeter » et le niveau d'oxydes dans le métal.

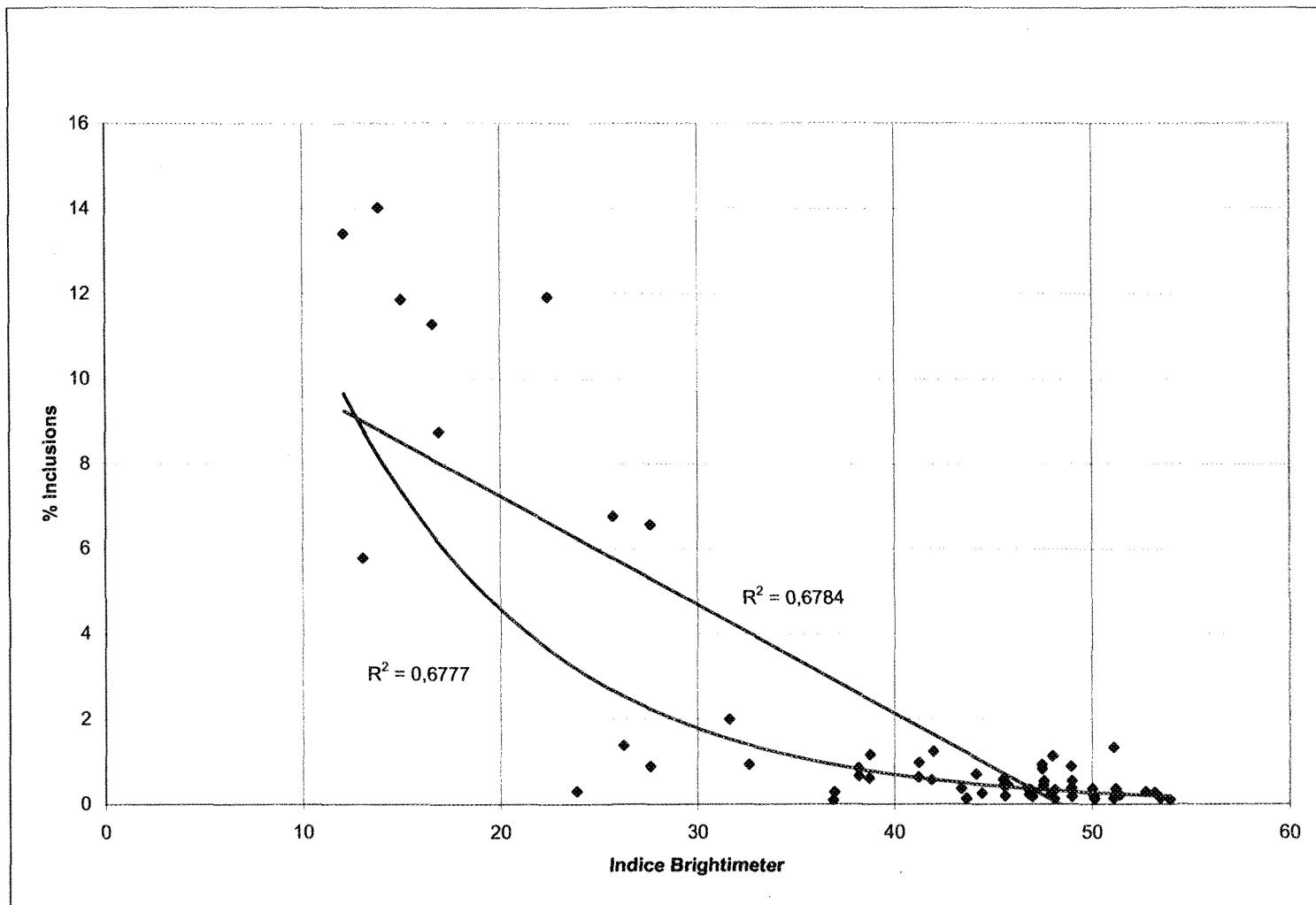


Figure 4.18 Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D.

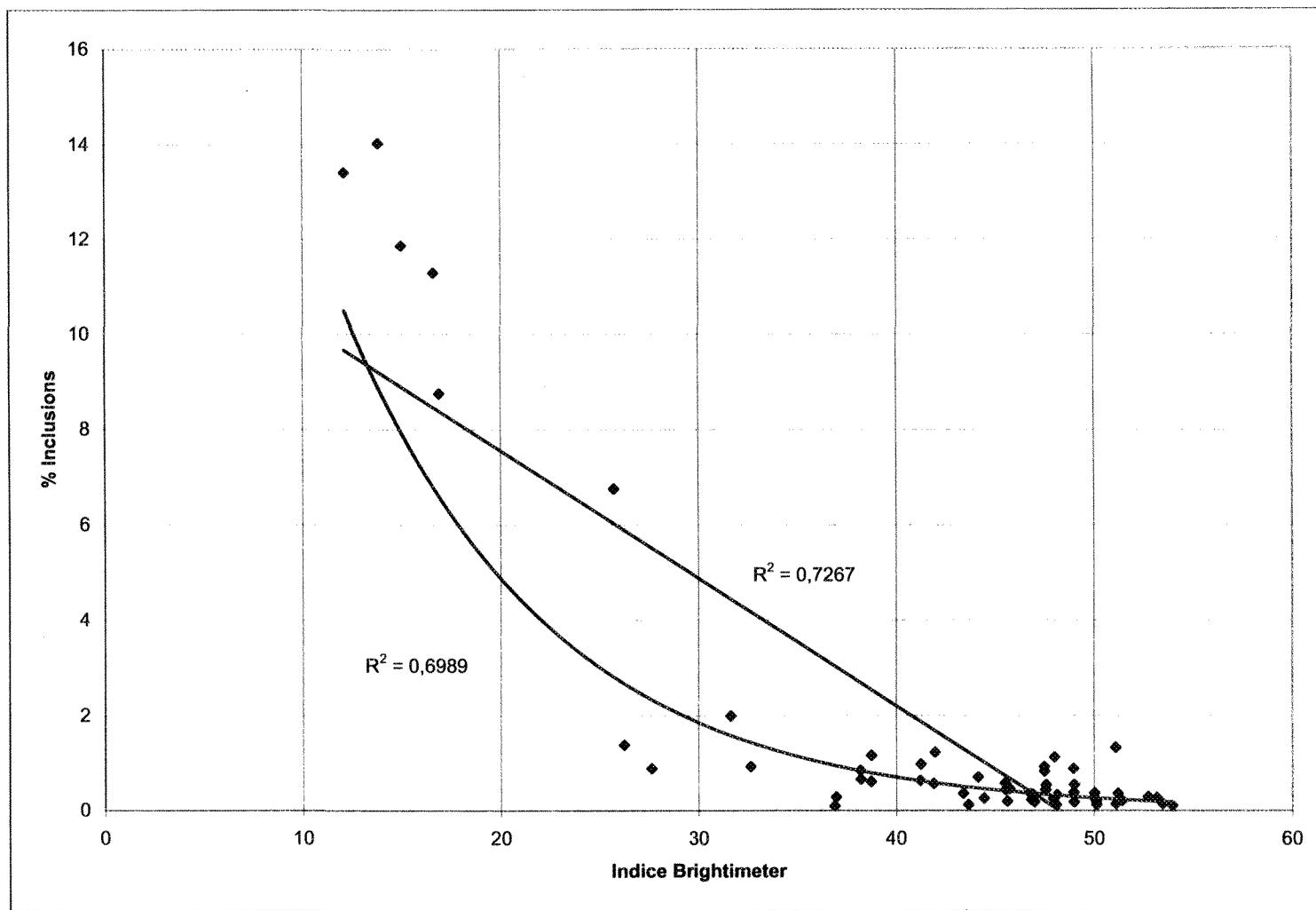


Figure 4.19 Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D (points retirés).

Le problème doit être approché sous un angle différent. En observant attentivement la figure 4.19, nous remarquons deux zones distinctes, soit la zone 0 à 40 et la zone 40 à 55 d'indice de « Brightimeter ». Pour faciliter l'écriture, la zone 0 à 40 sera nommée « zone sale » et la zone 40 à 55 sera nommée « zone propre ». L'utilisation des termes « sale » et « propre » ne signifie pas qu'un échantillon dans cette zone est propre ou sale. Nous voulons plutôt dire que, normalement, et selon l'hypothèse de départ, un haut niveau d'inclusions correspond à un faible indice de « Brightimeter », et qu'un faible indice de « Brightimeter » correspond à un métal sale.

La figure 4.20 représente la distribution des points de la zone sale. La droite représente la régression linéaire dans cette zone, le coefficient de corrélation est de 0,9571. Le coefficient nous permet d'affirmer qu'il y a une relation linéaire entre l'indice de « Brightimeter » et le niveau d'inclusions. Dans cette zone, pour des indices très bas (10 à 20), le niveau d'inclusions est tellement élevé (jusqu'à 20%) que nous pouvons le voir à l'œil nu, et l'utilisation d'un appareil pour le mesurer devient alors inutile. Dans l'industrie, la limite maximum d'oxydes tolérée dans le métal est de moins de 100 ppm massique. En pratique, il est très rare que les niveaux d'inclusions soient aussi élevés, compte tenu des mesures de protection prises. Pour ces raisons, la zone sale ne reflète pas la réalité.

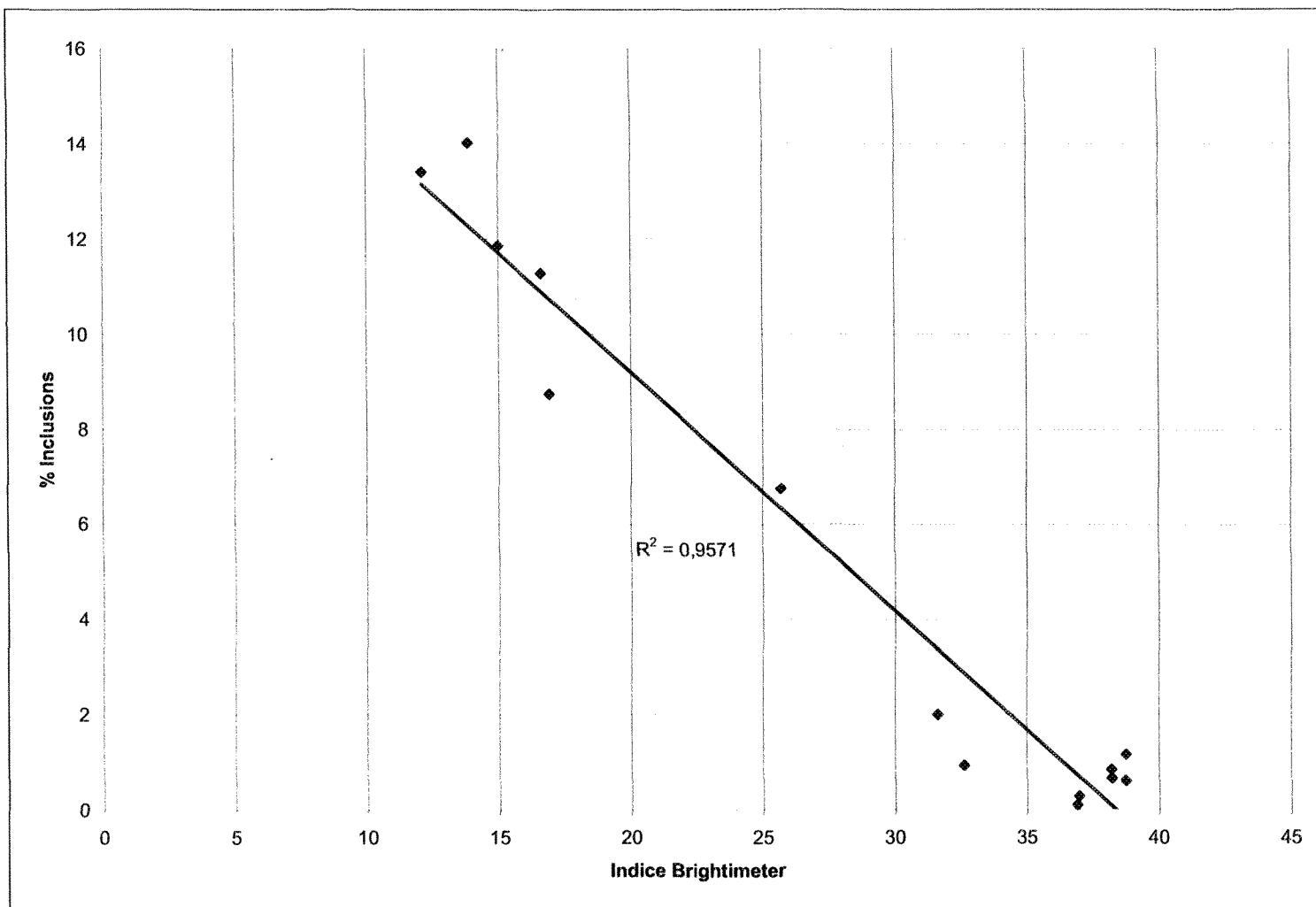


Figure 4.20 Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D (zone sale).

La zone propre correspond davantage à la réalité industrielle. La régression linéaire dans la zone propre est présentée à la figure 4.21. Le coefficient de corrélation est à peine de 0,2787, ce qui indique une tendance seulement.

Les indices de « Brightimeter » dans la zone sale semblent être affectées seulement par les oxydes en présence, ce qui correspond à l'hypothèse initiale. Dans la zone propre, d'autres paramètres en plus des oxydes semblent jouer un rôle important quant aux indices de « Brightimeter ». D'autres tests sont nécessaires pour établir la nature de ces paramètres et leur influence. Le niveau d'oxydes est considéré comme le paramètre majeur dans la zone sale, et les autres paramètres ont une influence négligeable.

La figure 4.22 montre l'influence du nombre de champs sur la mesure de la fraction surfacique. Dans la zone sale, les mesures prises à vingt-cinq champs diffèrent de celles prises à cent champs ou à deux cents champs. Dans la zone propre, les mesures prises à vingt-cinq champs, cent champs et deux cents champs sont pratiquement les mêmes. Il est probable qu'une mesure à cinq cents champs ou à mille champs n'améliorerait pas de façon significative la précision des mesures. C'est ce qui explique notre choix de faire l'analyse des échantillons sur deux cents champs.

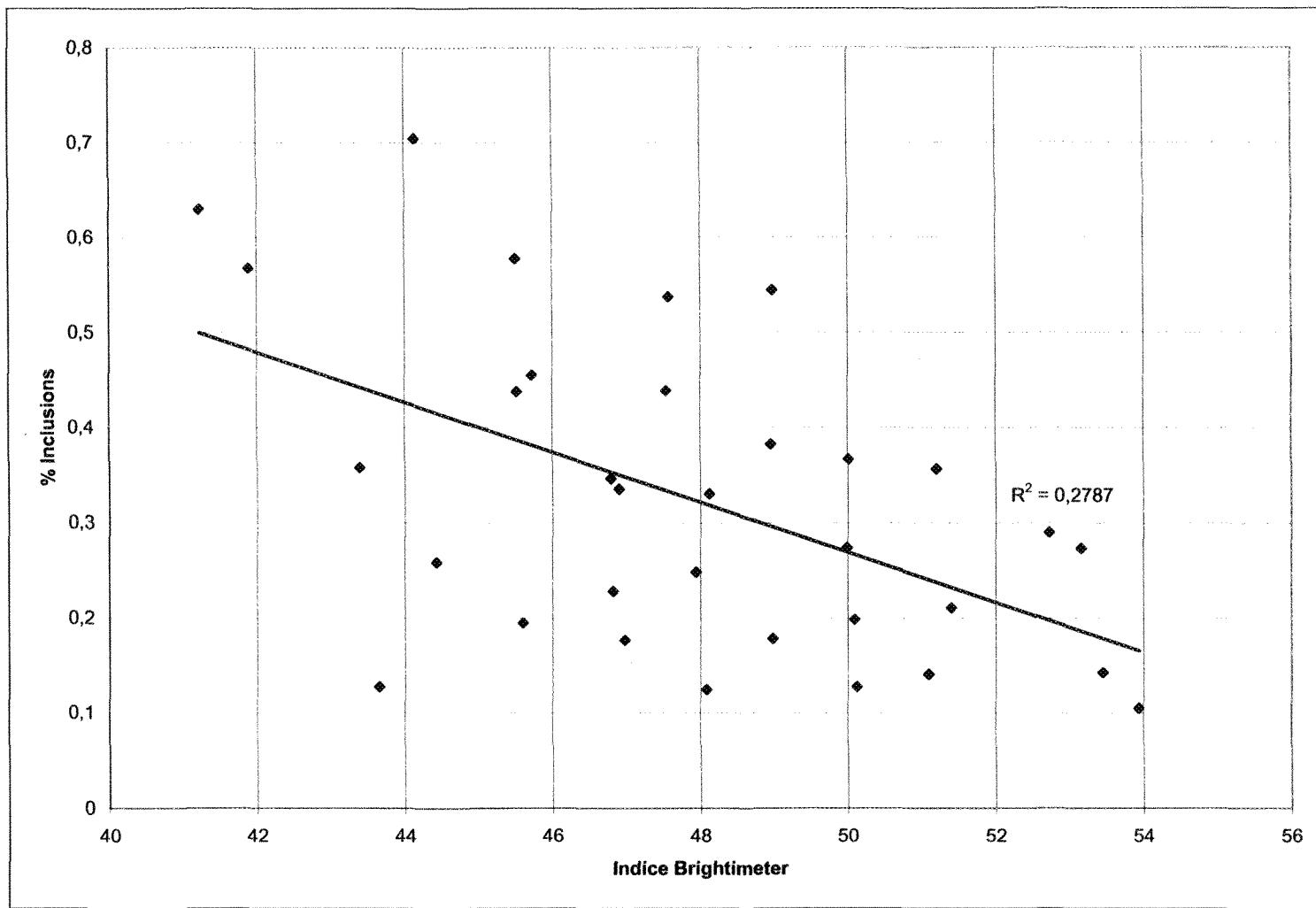


Figure 4.21 Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D (zone propre).

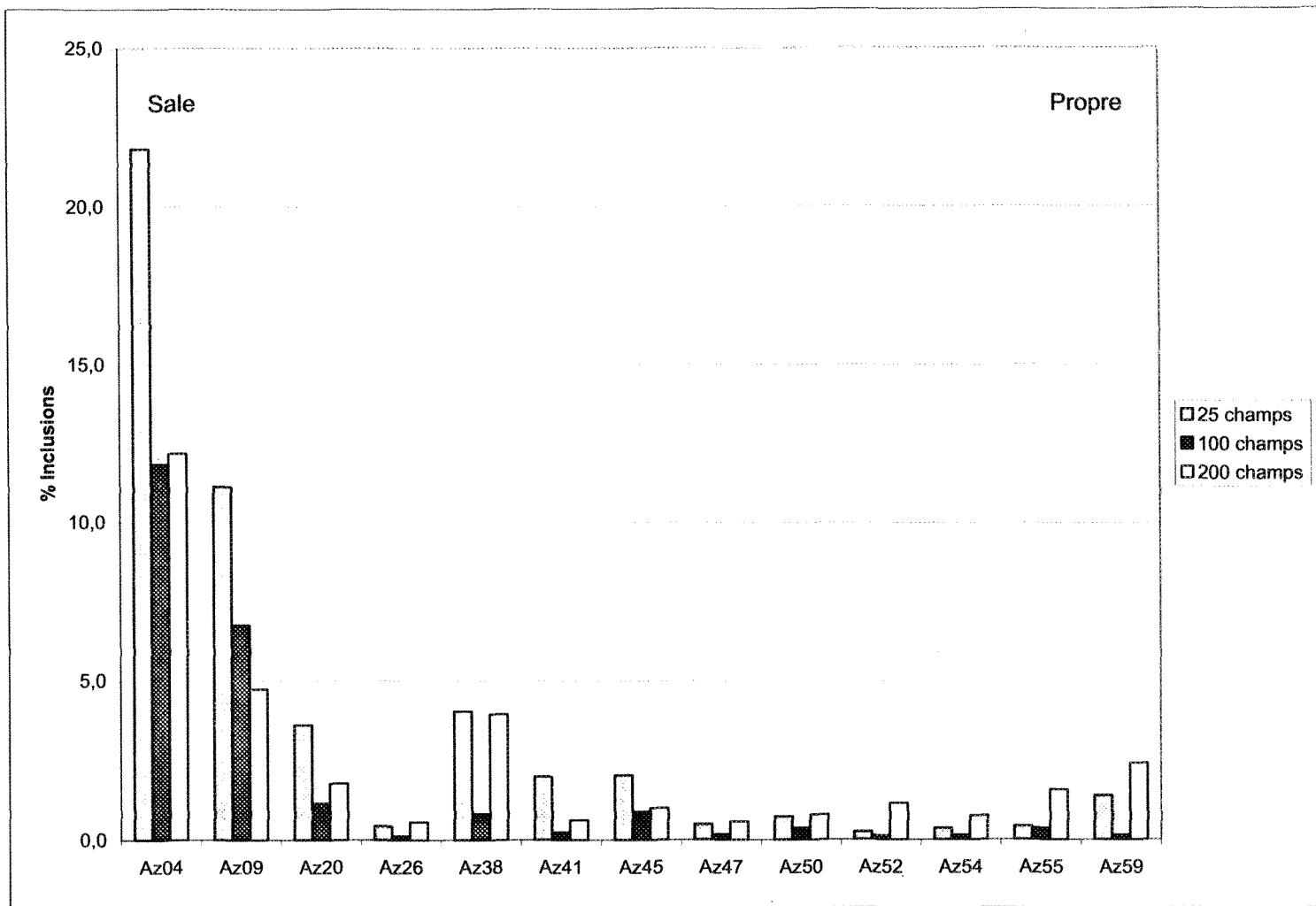


Figure 4.22 Distribution du niveau d'oxydes en fonction du nombre de champs de l'analyseur d'images pour l'alliage AZ91D.

Des photos optiques et électroniques des échantillons ont été prises. et feront l'objet du chapitre suivant.

4.4.2 Alliage AM50A

Les résultats pour l'alliage AM50A, quant à la distribution des points, sont assez similaires à ceux obtenus pour l'alliage AZ91D. Ces résultats concorde aussi avec ceux de Grebetz⁶⁴. Toutefois, il existe des différences entre le comportement de ces deux alliages.

La figure 4.23 représente la fraction surfacique en fonction de l'indice de « Brightimeter ». La droite représente la régression linéaire. Le coefficient de corrélation R^2 n'est que de 0,4515. Statistiquement, nous ne pouvons pas affirmer qu'il y a une relation entre le niveau d'oxydes présent dans l'échantillon et l'indice de « Brightimeter ». L'utilisation d'une relation exponentielle améliore le coefficient de corrélation jusqu'à 0,7528. Cependant, il demeure trop faible pour affirmer l'existence d'une relation.

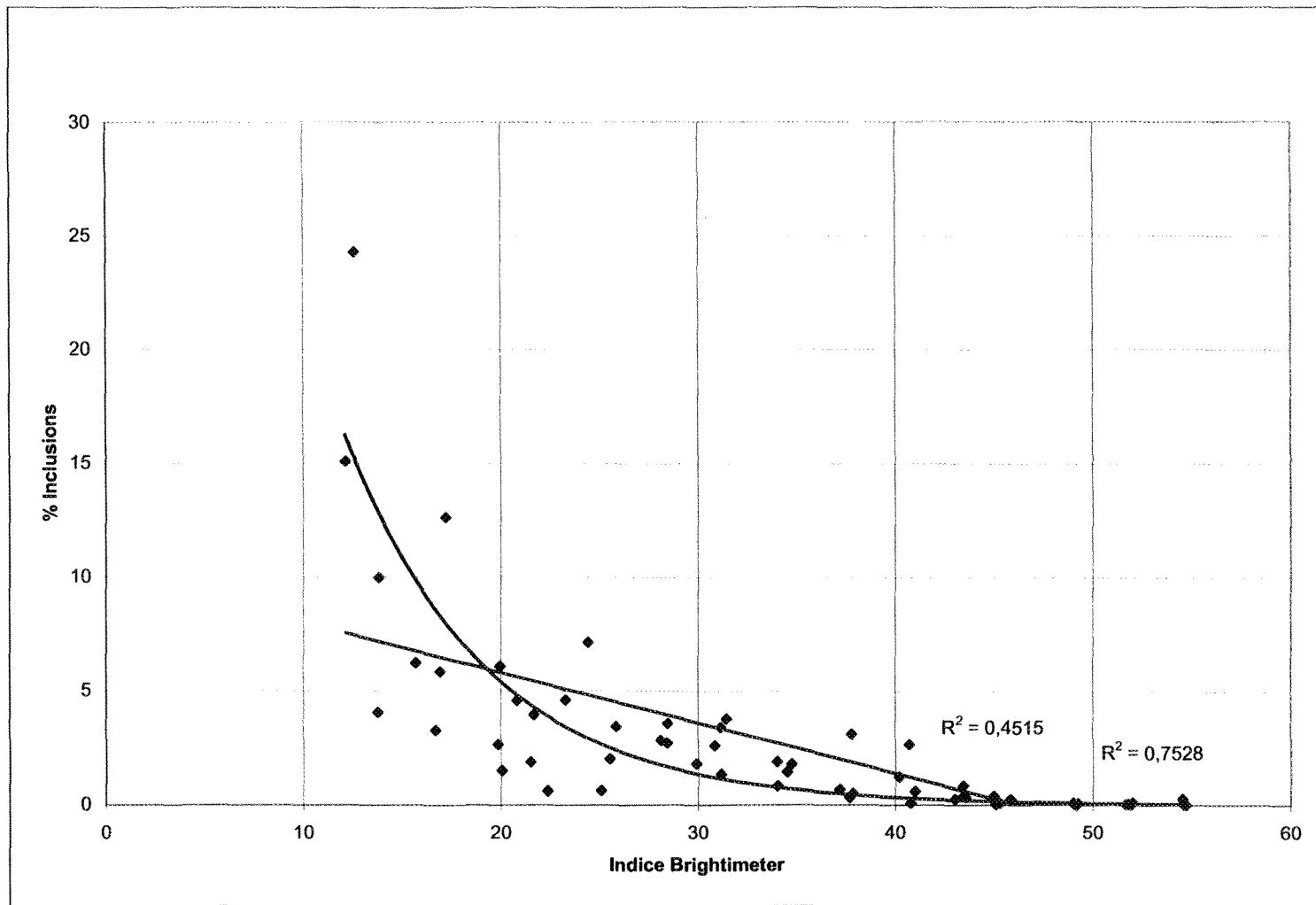


Figure 4.23 Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A.

Comme pour l'alliage AZ91D, certains points s'éloignent grandement de la tendance. Ainsi, nous pouvons retirer ces points et améliorer la régression; si trop de points sont retirés nous modifierons alors l'intégrité des résultats. C'est pourquoi quatre points seulement ont été enlevés. Sur la figure 4.24 la droite représente la régression linéaire et la courbe la régression exponentielle. Les coefficients de corrélation sont respectivement de 0,5769 et de 0,7511. La régression linéaire s'en trouve améliorée de beaucoup, mais demeure insuffisante. Tandis que la régression exponentielle demeure inchangée.

La distribution peut être scindée en trois parties distinctes : la zone sale située entre les indices de « Brightimeter » 12 et 20 (figure 4.25), la zone moyenne située entre les indices de « Brightimeter » 20 et 40 (figure 4.26) et la zone propre située entre les indices de « Brightimeter » 40 et 60 (figure 4.27). Ici, les termes « sale », « moyen » et « propre » ont les mêmes connotations que celles utilisées pour l'alliage AZ91D.

La zone la plus problématique est la zone propre. En effet, la majeure partie des pièces coulées en industrie ont un niveau d'oxydes peu élevé. La figure 4.27 représente un « zoom » de la zone propre entre les indices de « Brightimeter » 37 et 55, et entre les niveaux d'oxydes 0 et 0,4%. Les points sont éparpillés sur tout le graphique et aucune corrélation n'est faisable.

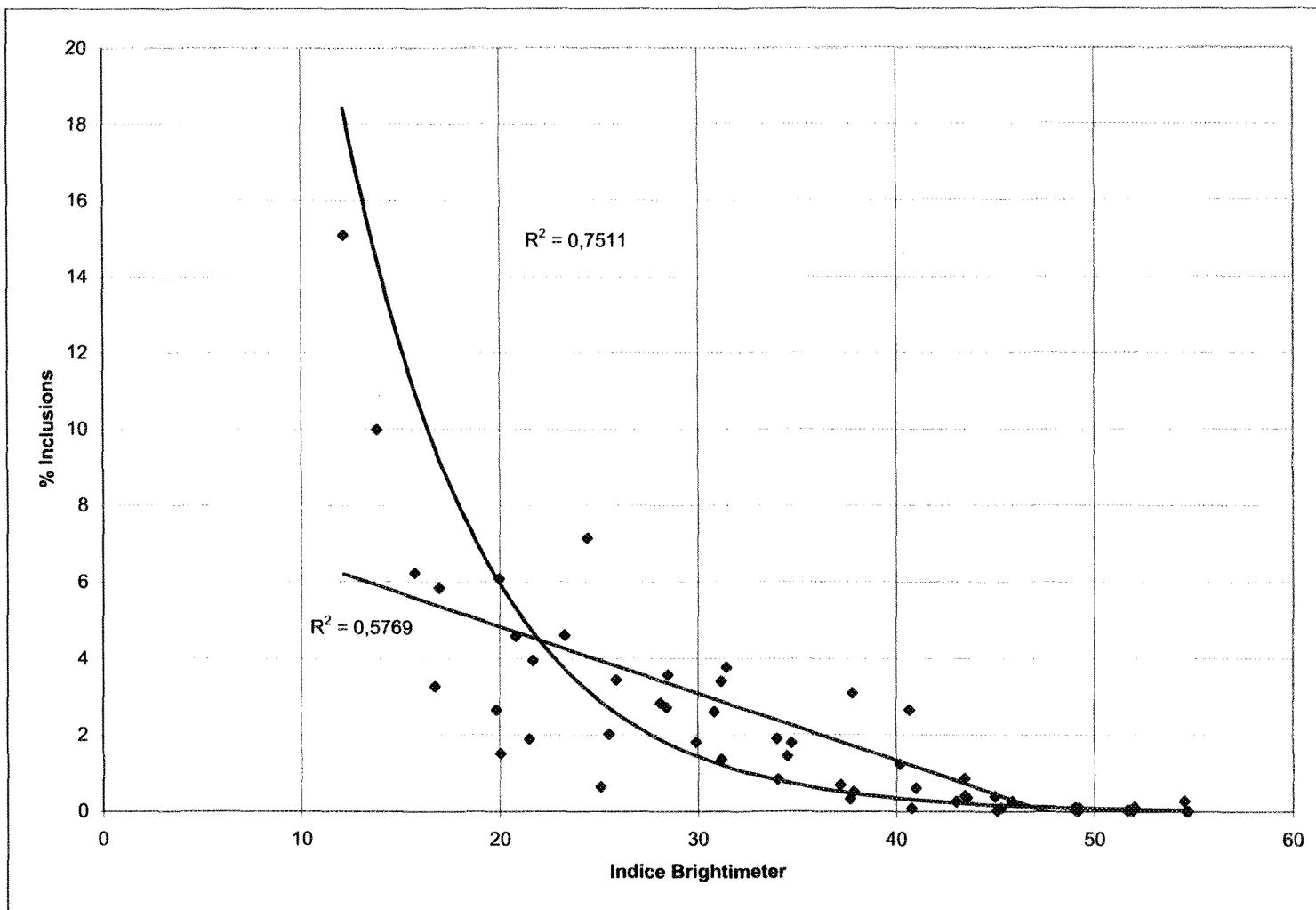


Figure 4.24 Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A (points retirés).

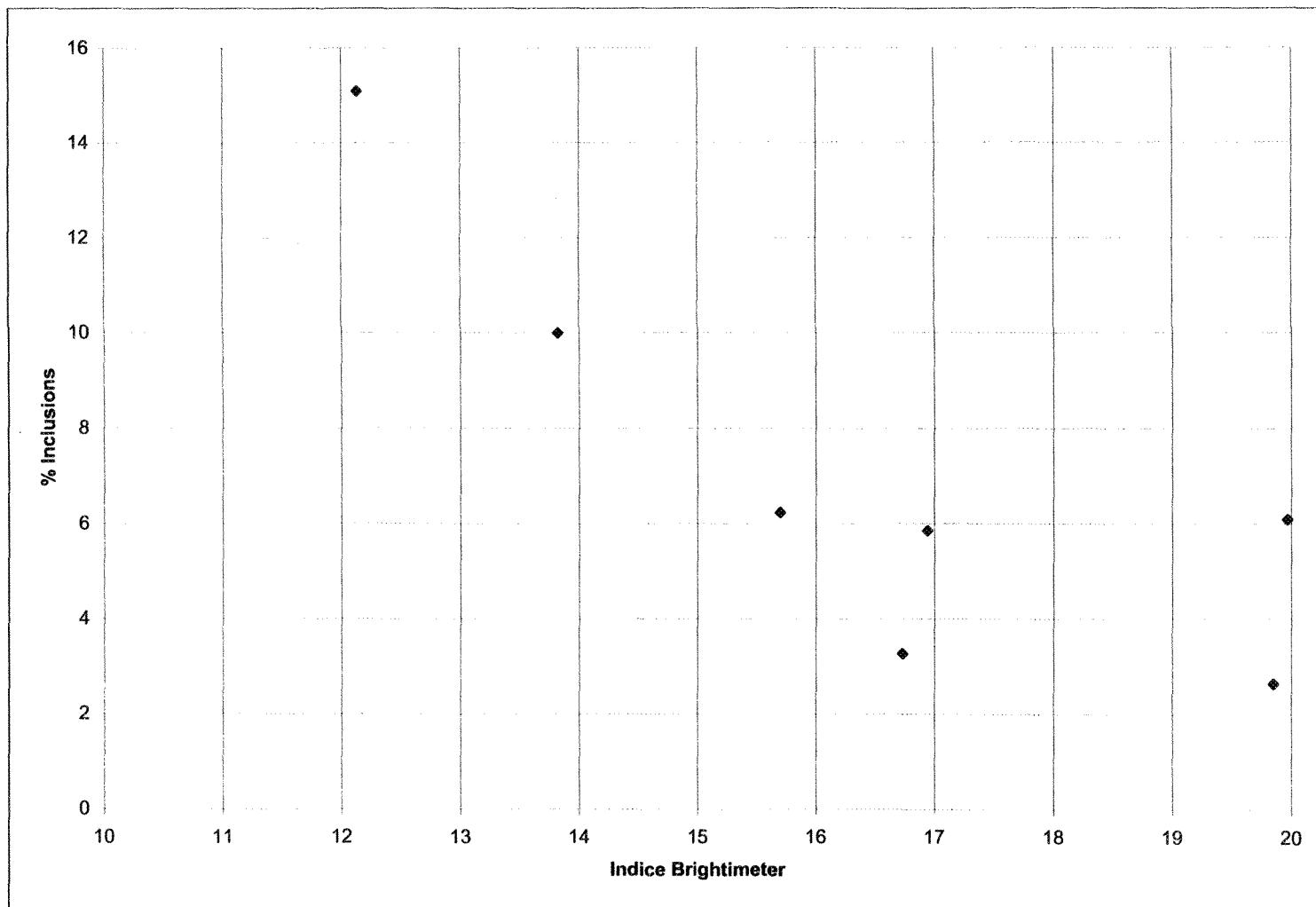


Figure 4.25 Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A (zone sale).

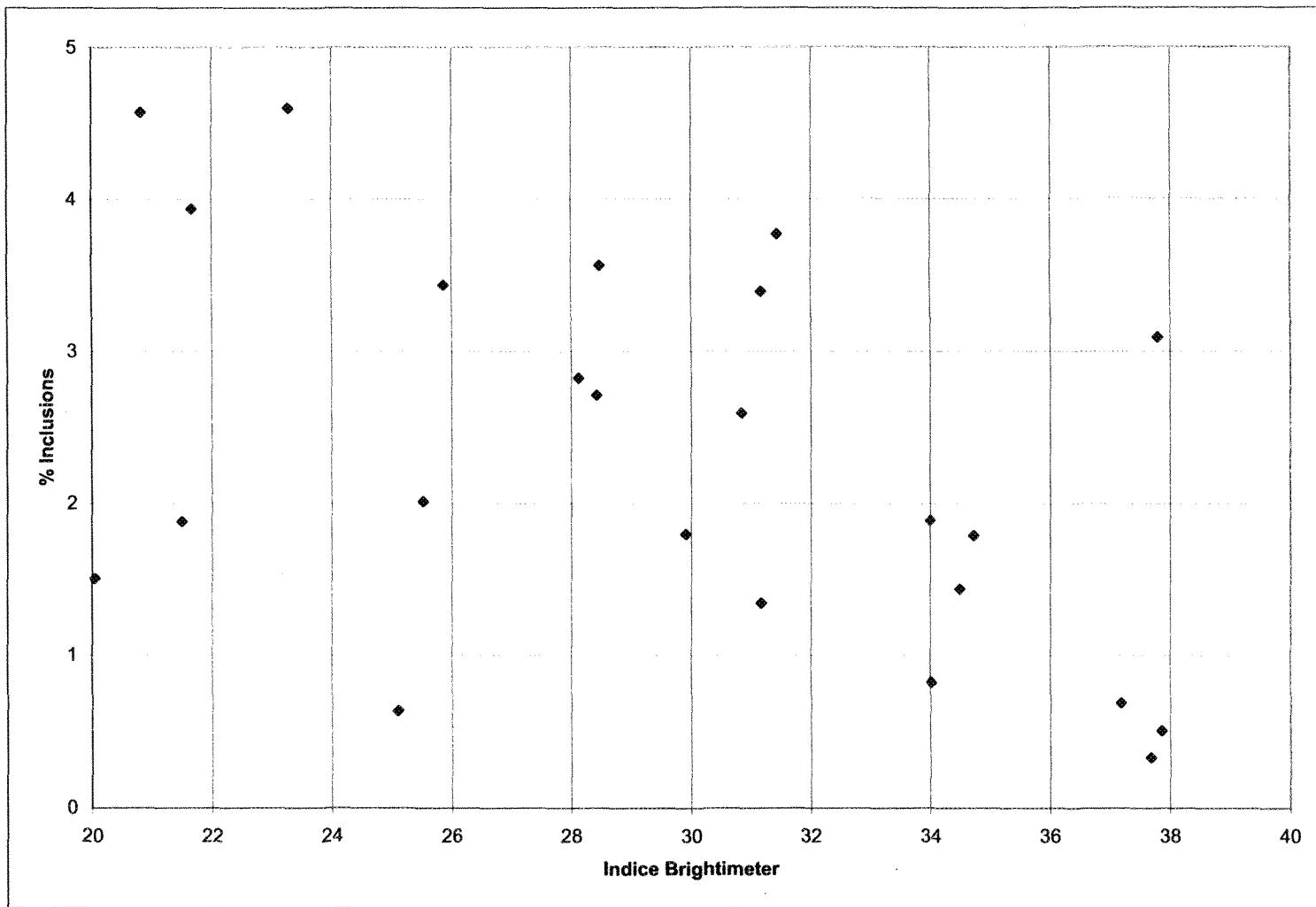


Figure 4.26 Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A (zone moyenne).

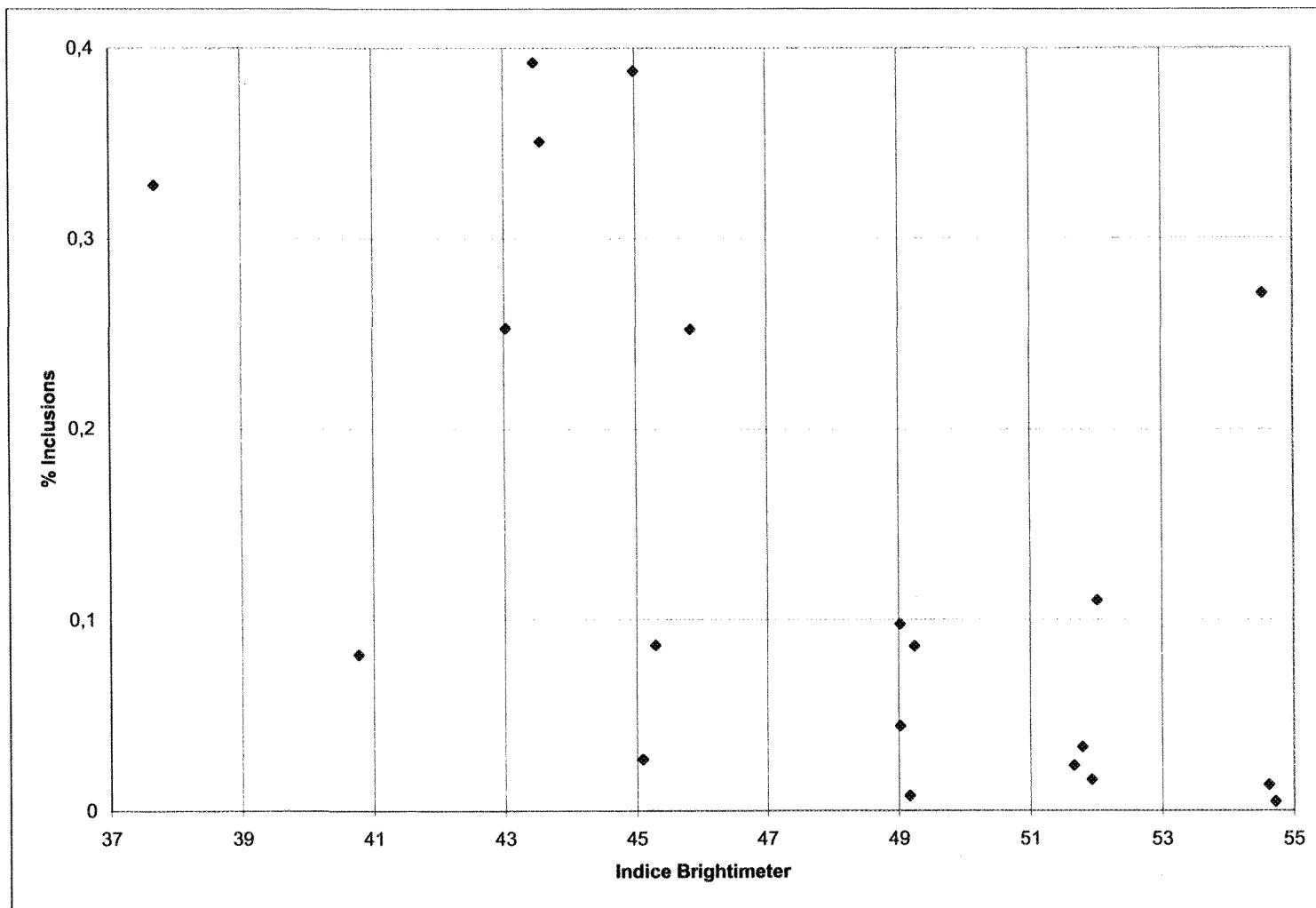


Figure 4.27 Variations du niveau d'oxydes en fonction des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AM50A (zone 0 – 0,4%).

4.5 Effet du type d'alliage

À la lumière de ces résultats, nous devons nous poser une question : qu'est-ce qui explique une telle variation de l'indice de « Brightimeter » pour un même niveau d'oxydes? L'explication la plus simple serait que d'autres paramètres agissent sur l'éclat de la surface, comme le pense Haerle¹⁴.

En comparant les deux alliages utilisés pour l'expérience, nous remarquons un décalage des indices de « Brightimeter » pour la zone propre; nous constatons ainsi que l'alliage AM50A est légèrement plus brillant pour le même niveau d'oxydes. La nature de l'alliage (composition chimique) a donc une influence. De plus, puisque nous avons utilisé du métal recyclé pour produire nos échantillons, la composition chimique diffère légèrement d'un échantillon à l'autre, comme le montre le tableau suivant.

Tableau 4.3 Analyse chimique de l'alliage AZ91 en % massique.

élément	AZ01	AZ03	AZ04	AZ07	AZ26	AZ57
Mg	91,00	90,30	90,60	90,00 - 91,50	89,9 - 91,7	89,80 - 92,60
Al	8,70	9,00	8,50	7,70 - 9,00	7,50 - 9,00	6,70 - 9,10
Zn	0,70	0,85	0,67	0,58 - 0,74	0,54 - 0,75	0,56 - 0,86
Mn	0,24	0,19	0,25	0,24	0,24	0,21

Une expérience a été menée afin de déterminer l'influence de ce paramètre. Cette expérience est décrite à la section 3.8.3. Pour s'assurer des pourcentages de chaque élément, plusieurs analyses chimiques ont été effectuées sur ces échantillons.

Tableau 4.4 Analyse chimique des alliages AZ91D en % massique.

élément	4%		7%		9%		11%		14%	
	AZ12	AZ16	AZ23	AZ36	AZ50	AZ58	AZ67	AZ79	AZ84	AZ96
Mg	95,42	95,43	93,52	92,11	90,50	90,52	88,39	88,26	88,83	88,55
Al	4,12	4,11	5,84	7,10	8,64	8,62	9,93	10,01	9,59	9,82
Zn	0,30	0,31	0,45	0,56	0,58	0,58	1,39	1,44	1,29	1,34
Mn	0,30	0,31	0,45	0,56	0,58	0,58	1,39	1,44	1,29	1,34

La variation du pourcentage d'aluminium et de zinc engendre une modification de la taille et de la morphologie des particules de la phase aluminium-zinc. Cette phase est d'une couleur plutôt foncée. Les mesures d'indices de « Brightimeter » ont été effectuées sur cent nouveaux échantillons (vingt pour chaque alliage). La synthèse des résultats est présentée à la figure 4.28. Tous les paramètres de coulée sont les mêmes, seule la composition chimique change. Les valeurs de l'indice de « Brightimeter » se situent autour de 55. Bien qu'une légère tendance des échantillons riches en aluminium à réduire l'indice de « Brightimeter » soit apparente, le lien qui unit les deux variables - le type de l'alliage et l'indice de « Brightimeter » - n'est pas très fort. En effet, le coefficient de corrélation de la régression linéaire n'est que de 0,6380. Une section du chapitre suivant est réservée à la microstructure de ces alliages.

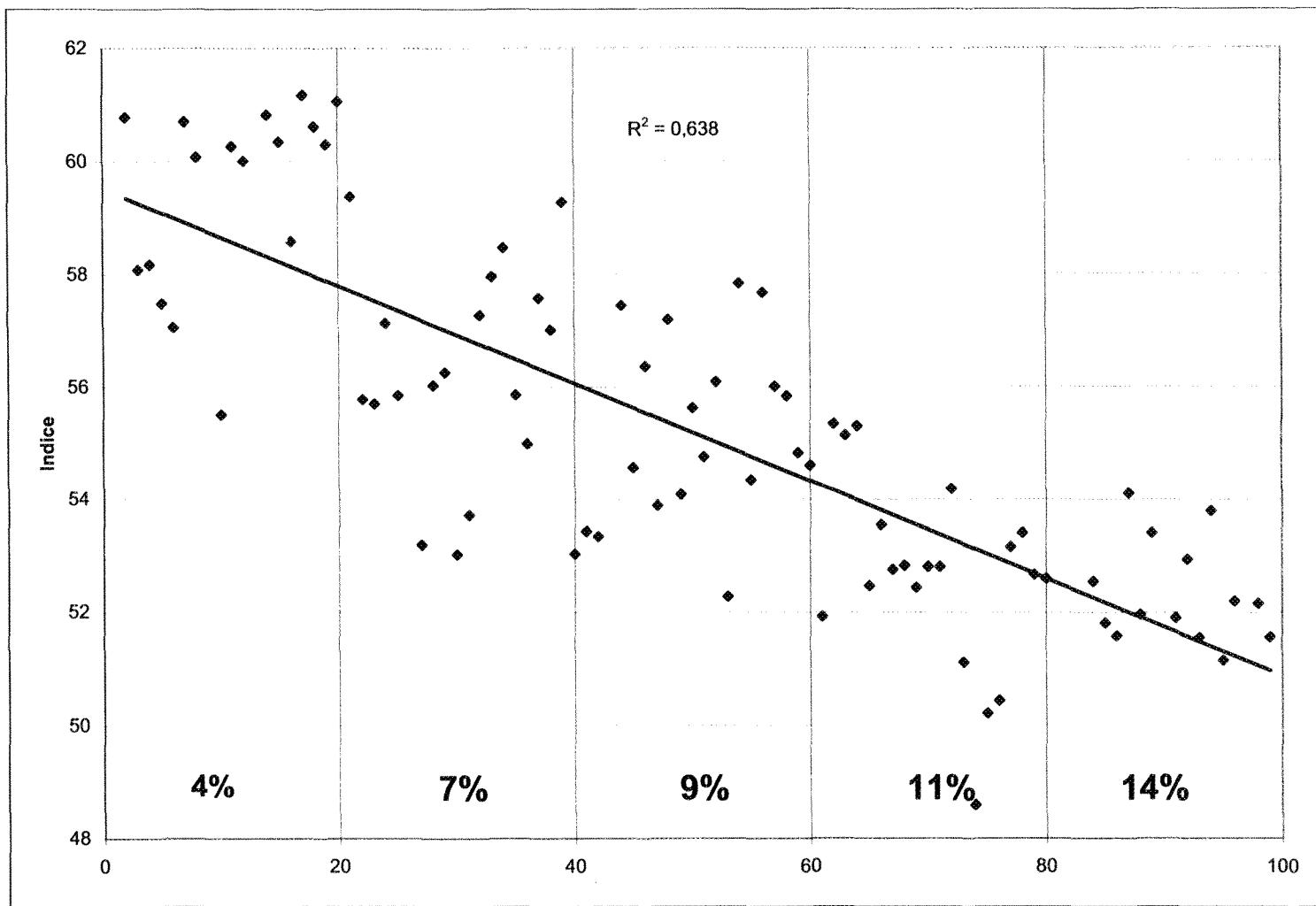


Figure 4.28 Distribution des indices de « Brightimeter » pour l'alliage AZ91D-maison de composition variable.

4.6 Distribution des particules dans les phases

Que ce soit l'alliage AZ91D ou l'alliage AM50A, les phases en présence sont pratiquement les mêmes. Dans les deux cas, la phase Mn-Al est présente, sauf qu'elle est beaucoup plus nombreuse et plus grande dans l'alliage AM50A compte tenu de la teneur en manganèse plus élevé. Le zinc de l'alliage AZ91D se combine à la phase Mg-Al, la même que celle contenu dans l'alliage AM50A, pour former la phase Mg-Al-Zn. Sa morphologie ressemble à celle observée dans l'alliage AM50A. La différence entre les deux est leur taille; en effet, leur niveau respectif d'aluminium est différent: neuf pour cent dans l'alliage AZ91D et cinq pour cent dans l'alliage AM50A.

Le niveau d'aluminium peut faire varier la densité des phases d'un échantillon à l'autre. Cependant, nous observons une hétérogénéité de la distribution des particules de la phase pour des échantillons de même composition. De plus, dans certains échantillons, la distribution des particules de la phase varie à l'intérieur même de l'échantillon. Les figures 4.29 à 4.32 montrent des exemples des particules de la phase Mg-Al-Zn. La figure 4.29 montre des particules de petites tailles plus ou moins réparties également sur la surface, tandis que la figure 4.30 montre une grosse particule. Dans les deux cas, la composition chimique des échantillons est la même. Contrairement aux inclusions, les phases n'existent pas dans le métal liquide; elles se précipitent lors du refroidissement et leur mécanisme de formation est essentiellement lié aux conditions de solidification. Les figures 4.31 et 4.32 montrent, quant à elles, la différence qui règne à l'intérieur même d'un échantillon. Dans le premier cas, la taille des particules est plutôt petite, tandis que dans le deuxième cas, la taille des particules est beaucoup plus grande.

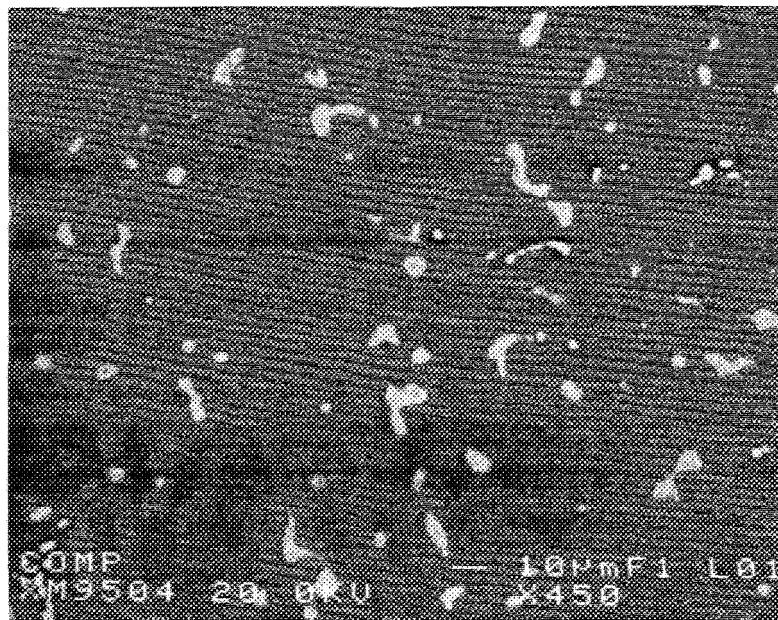


Figure 4.29 Particules de la phase Mg-Al-Zn de l'échantillon AZ58 (53,16).

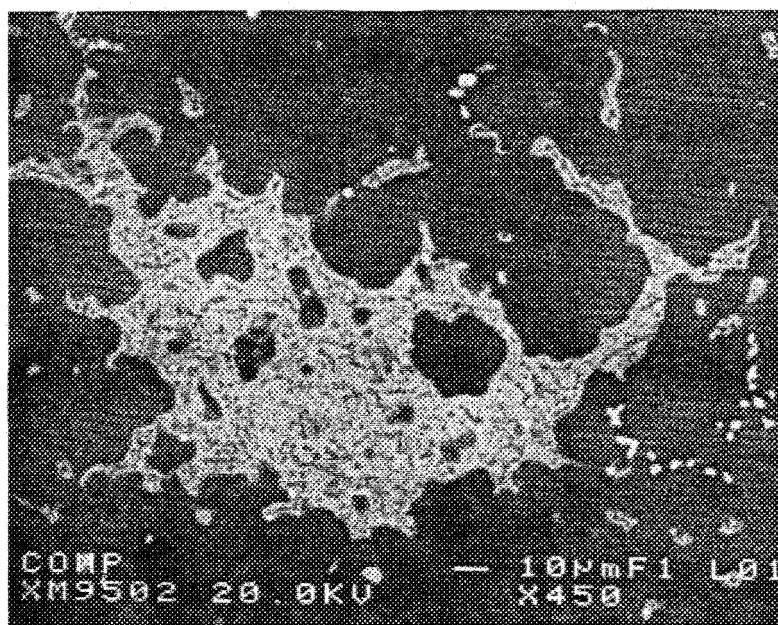


Figure 4.30 Particules de la phase Mg-Al-Zn de l'échantillon AZ60 (53,94).

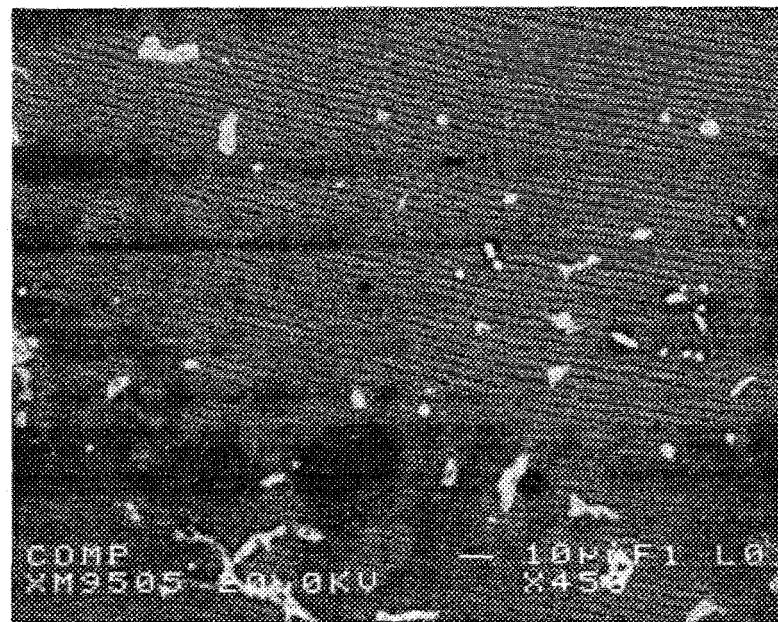


Figure 4.31 Particules de la phase Mg-Al-Zn de l'échantillon AZ28 (44,43).

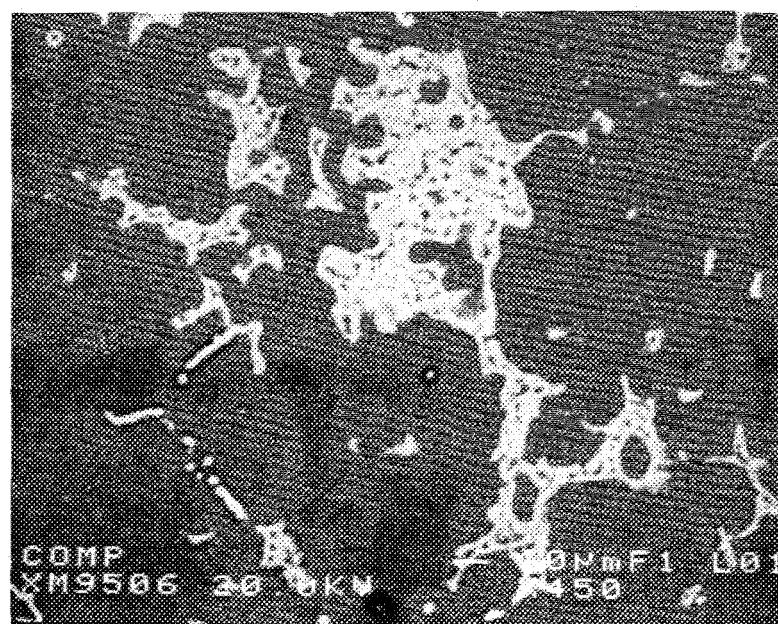


Figure 4.32 Particules de la phase Mg-Al-Zn de l'échantillon AZ28 (44,43).

4.7 Porosité

Pour toutes les coulées, il y a un risque de contamination gazeuse (hydrogène surtout) qui cause la porosité. Ces défauts pourraient jouer un rôle important. Les précautions prises lors des coulées réduisent la formation de pores dus au gaz au minimum. Dans la microstructure des échantillons mesurés à l'aide de l'analyseur d'images, les types de porosité les plus fréquentes sont la microporosité (retassure) et la porosité artificielle. La porosité artificielle est causée par la fracture de l'échantillon; après le polissage, certains vides demeurent sur la surface.

Une expérience a été faite afin de déterminer l'influence de la porosité sur les indices de « Brightimeter ». La section 3.8.5 résume l'expérimentation. Bien que très peu d'échantillons aient été produits, l'expérience est quand même concluante. Le tableau ci-dessous résume les valeurs obtenues par le « Brightimeter » et l'analyseur d'images.

Tableau 4.5 Résultats du test de la porosité.

# échantillon	condition	indice de « Brightimeter »	% surfacique
AI01	dégazé	30,15	0,07
AI02	dégazé	34,27	0,06
AI03	ajout de H ₂	33,64	5,19
AI04	ajout de H ₂	29,41	4,94

La porosité ne semble pas influencer et l'indice de « Brightimeter ». Il est évident que quatre échantillons sont largement insuffisants pour tirer une conclusion sûre. Or, nous pouvons corroborer ces résultats par la théorie de la réflexion de la lumière.

La surface de l'échantillon est irrégulière, et un pore se résume à un petit trou sphérique. Bien qu'un pore apparaisse noir sous le microscope optique, en réalité il est de la

même couleur que la matrice. Il devrait donc réfléchir la lumière incidente de la même manière que toute autre partie de la matrice. De par sa forme, un pore va réfléchir la lumière dans tous les sens et ne devrait pas influencer l'indice de « Brightimeter ». Donc, toutes les rugosités de la surface et leurs effets sont plus importants, sur l'indice de « Brightimeter », que la porosité.

4.8 Effet de la taille des grains

Dans le but de vérifier l'influence de la taille des grains sur l'indice de « Brightimeter », des attaques chimiques ont été provoquées sur certains échantillons; cela a permis de faire ressortir les joints de grains et de pouvoir les mesurer. La procédure utilisée est expliquée à la section 3.8.3. Près de deux cents grains par échantillon ont été mesurés. Les figures 4.33 et 4.34 montrent les résultats obtenus pour les alliages AZ91D et AM50A, ainsi que les indices de « Brightimeter » correspondants.

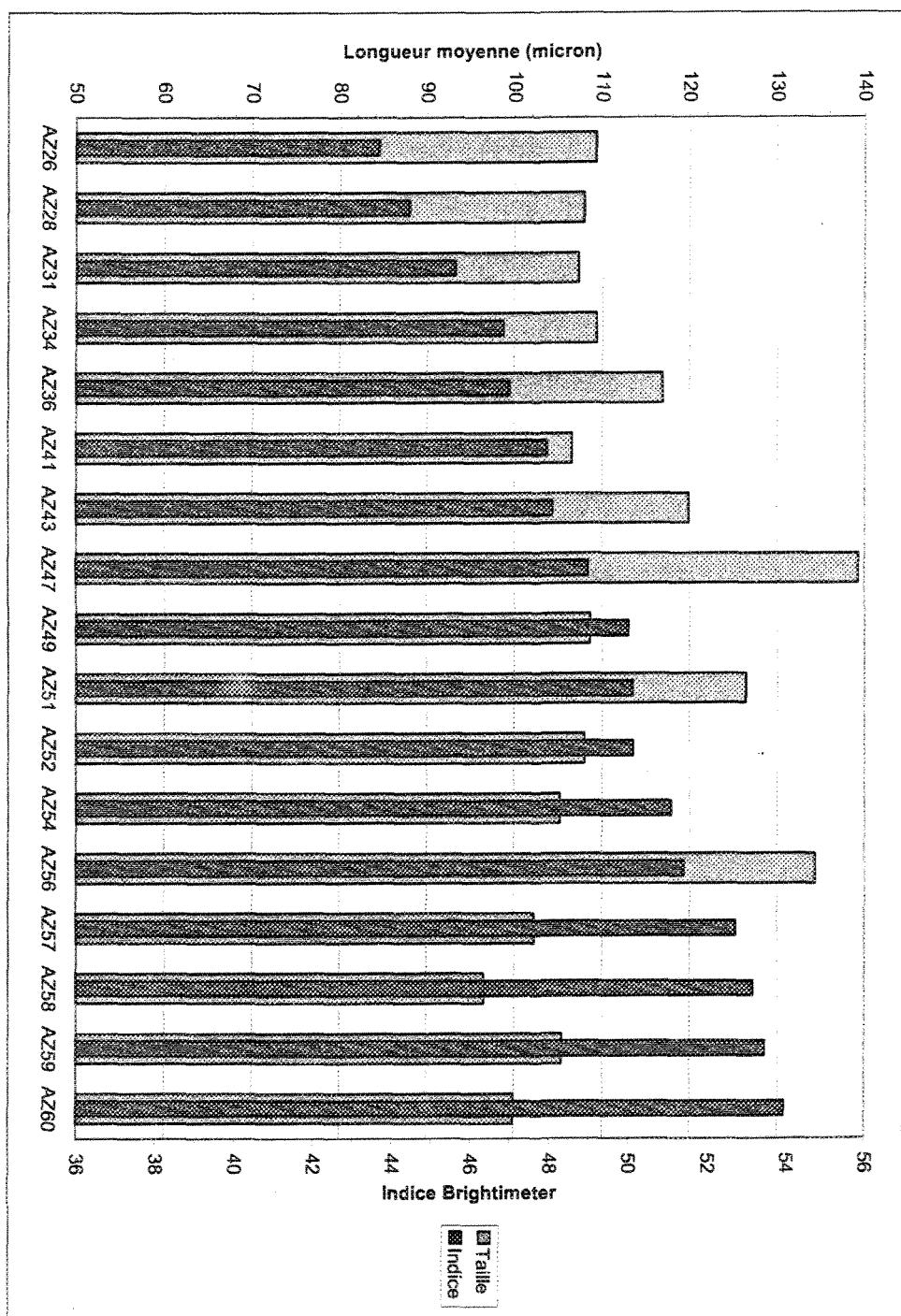


Figure 4.33 Distribution de la taille des grains et des indices de « Brightimeter » pour les échantillons de AZ91D.

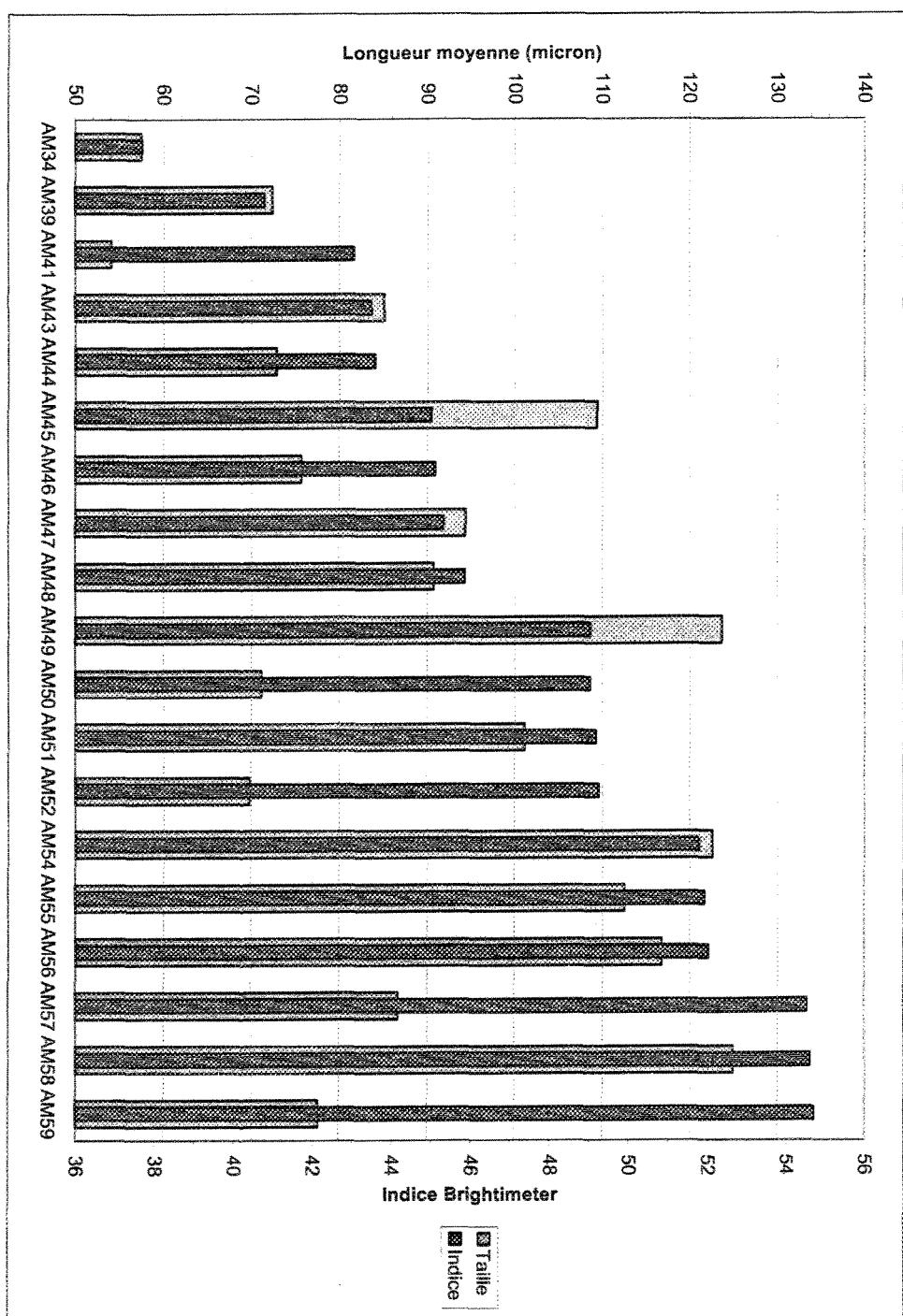


Figure 4.34 Distribution de la taille des grains et des indices de « Brightimeter » pour les échantillons de AM50A.

Aucune corrélation n'est apparente sur ces graphiques. La couleur du joint de grains avant l'attaque chimique est la même que la matrice; c'est seulement après l'attaque chimique que sa couleur noircit. Ce qui indique que dans la mesure de l'éclat de la surface, le joint de grains ne change absolument rien aux résultats. Nous savons pertinemment que la taille des grains est liée au taux de solidification. La topographie de la surface de rupture peut être grandement influencée par la taille des grains. La lumière est réfléchie par les multiples facettes qui forment la surface de rupture. Si certaines facettes sont grandes, il se peut que beaucoup de lumière soit réfléchie en direction du détecteur, ou encore qu'elle soit réfléchie sur les côtés du détecteur. En moyenne, il y a autant de facettes qui réfléchissent la lumière sur le détecteur que de facettes qui la réfléchissent ailleurs. De plus, puisque l'échantillon est mesuré sous différents angles, une facette est tantôt alignée dans la bonne direction, tantôt dans la mauvaise.

4.9 Autres paramètres

D'un point de vue physique, la surface de réflexion joue un rôle déterminant. Par exemple, si la surface est polie comme un miroir, l'indice de « Brightimeter » sera très bas parce que l'appareil de mesure nécessite une réflexion diffuse pour pouvoir donner des résultats valables. Le type de fractures, fragile ou ductile, peut être un paramètre influant. Ces fractures feront l'objet d'un autre chapitre.

CHAPITRE 5

ANALYSE DES INCLUSIONS PAR LA MICROSCOPIE OPTIQUE ET ÉLECTRONIQUE

CHAPITRE 5

ANALYSE DES INCLUSIONS PAR LA MICROSCOPIE OPTIQUE ET ÉLECTRONIQUE

5.1 Introduction

Le présent chapitre est consacré exclusivement à l'analyse microstructurale des échantillons des alliages AM50A et AZ91D. Les paramètres microstructuraux étant essentiels quant à l'indice de « Brightimeter », la connaissance de la composition des échantillons coulés est primordiale : la morphologie et la composition des oxydes, des particules de la phase Mn-Al et des particules de la phase Mg-Al-Zn. Mais ces échantillons peuvent contenir d'autres constituants inconnus. Le microscope optique est utilisé pour analyser les inclusions.

Une image optique donne de l'information quant à la taille, la forme et la distribution des constituants. Toutefois, elle ne fournit aucune information quant à la nature de ces constituants. Pour pallier à ce manque, le microscope à microsondes électroniques est utilisé. Il permet d'examiner les images en électrons rétrodiffusés. Les photos prises par cette technique montrent la différence de masse des constituants. Le microscope permet aussi de faire une cartographie des éléments d'une section d'un échantillon. De plus, nous

pouvons faire l'analyse chimique d'un point de moins d'un micron pour en déterminer la composition chimique précise.

5.2 Micrographie optique

Comme décrite au chapitre précédent, la distribution des indices de « Brightimeter » se fait en deux parties distinctes : la partie sale et la partie propre. La partie sale est principalement constituée de gros oxydes dont la taille peut dépasser les deux cents microns, et qui se présentent sous la forme de blocs. Si nous prenions une photo d'un tel bloc à un grossissement convenable, nous verrions une tache noire et nous ne pourrions pratiquement rien en tirer.

Dans la partie propre, les oxydes et autres constituants sont beaucoup plus petits. Les oxydes, par exemple, se retrouvent sous la forme de longs films⁵⁰. Quelques échantillons parmi ceux dont les niveaux d'oxydes sont les plus bas, ont été sélectionnés. Leur surface a été scrutée pour trouver tous les films d'oxydes. Les figures 5.1 et 5.2 montrent les résultats de ces oxydes, qui sont similaires à ceux trouvés par Grebetz⁶⁴ et Oymo¹⁹.

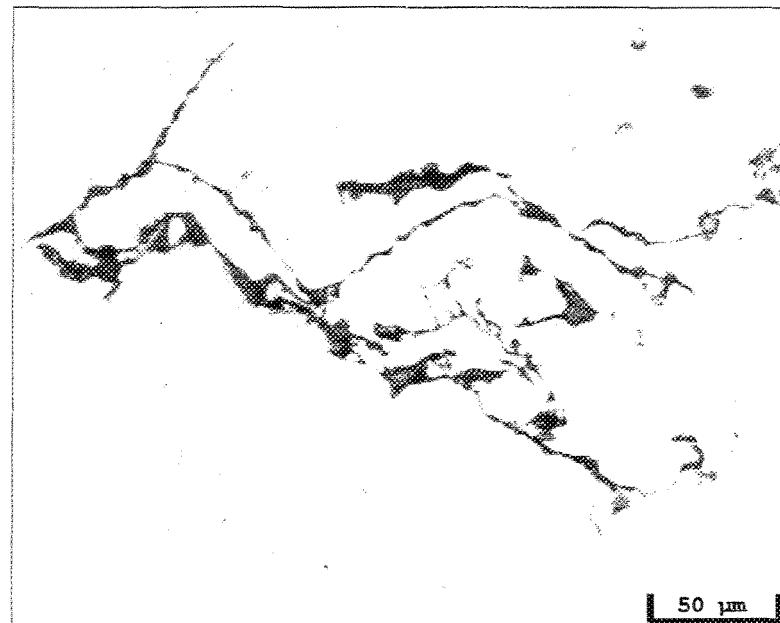


Figure 5.1 Forme et taille d'un film d'oxydes dans l'échantillon AZ58.

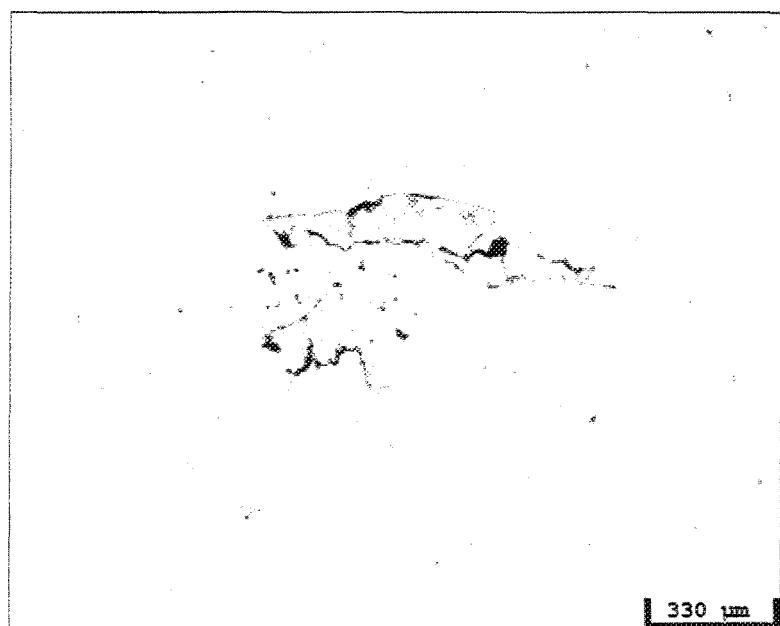


Figure 5.2 Présence d'un film d'oxydes dans l'échantillon AZ31.

La distribution des oxydes sur toute la surface de l'échantillon est discrète, i.e. que la majeure partie de la surface est exempt d'oxydes, à l'exception de quelques endroits. Dans certains cas, les oxydes formés sont de toute petite taille. La figure 5.3 nous montre un bon exemple tiré de nos échantillons. En effet, l'oxyde pointé par la flèche ne fait que cinquante microns de long⁶⁷.



Figure 5.3 Forme d'oxydes dans l'échantillon AZ54.

Il arrive très souvent que les oxydes se forment autour des pores produits par les gaz, ou encore produits par le rétrécissement du métal pendant le refroidissement. La flèche de gauche de la figure 5.4 pointe un pore, tandis que la flèche de droite pointe en direction d'un oxyde. Dans cette figure, les oxydes côtoient les pores sans trop s'entremêler. À la figure 5.5, par contre, ils se chevauchent et il est difficile de les distinguer⁴⁴.

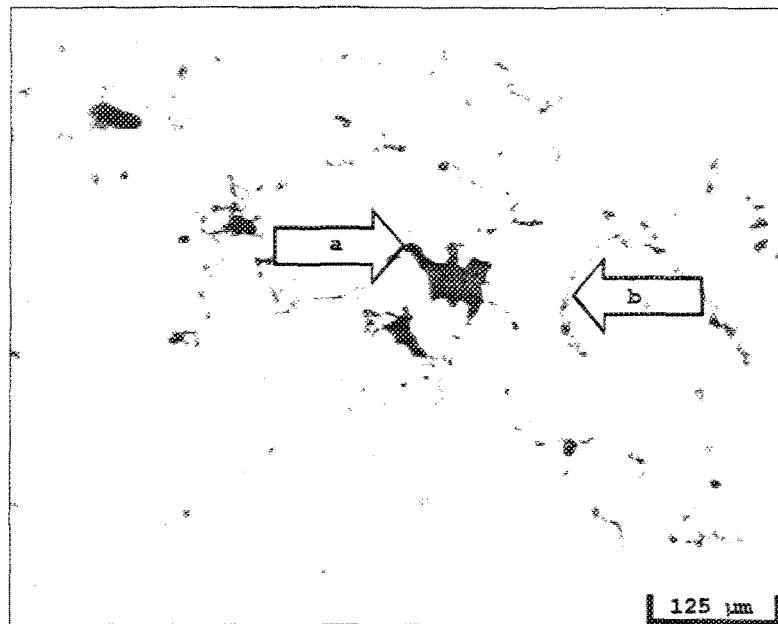


Figure 5.4 Présence a) de pores et b) d'oxydes dans l'échantillon AZ34.

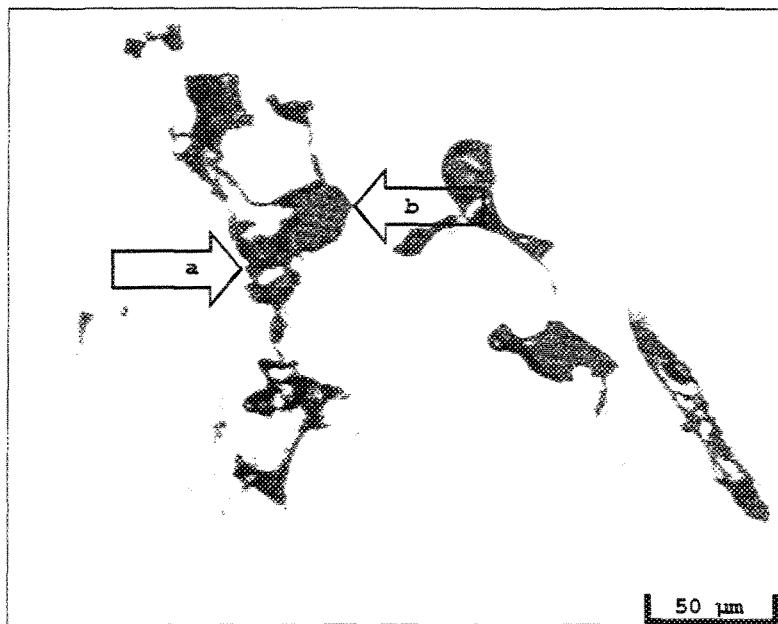


Figure 5.5 Présence a) d'oxydes et b) de pores dans l'échantillon AZ55.

Les constituants les plus souvent rencontrés au microscope, ne sont pas les oxydes. Effectivement, ils ne sont qu'une infime partie dans tout l'échantillon. La matrice, constituée principalement de magnésium pur et d'une certaine quantité d'aluminium dissout, forme l'arrière-plan dans les alliages AM50A et AZ91D. Bien que la matrice soit un constituant de la microstructure, elle sert plutôt de base de comparaison à partir de laquelle nous mesurons tous les autres constituants. Les phases sont une partie importante de la microstructure. La phase Mg-Al-Zn, que l'on retrouve dans l'alliage AZ91D, recouvre une bonne partie de la surface. La phase Mn-Al est aussi fréquente; bien qu'elle soit beaucoup plus présente dans l'alliage AM50A, elle apparaît aussi dans l'alliage AZ91D. La figure 5.6 nous montre les deux types de phases. La phase manganèse est de couleur gris foncé. La phase Mg-Al-Zn est plus pâle. L'étude des phases en présence fera l'objet du chapitre suivant.

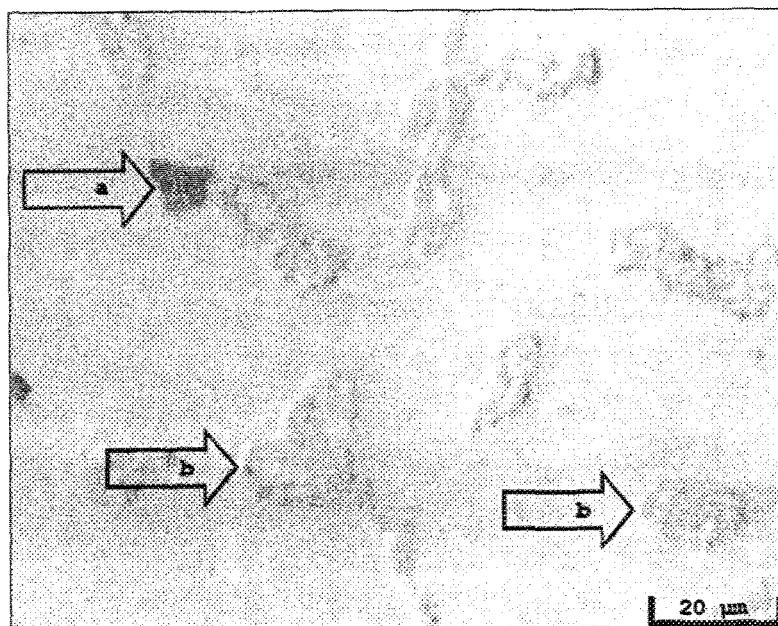


Figure 5.6 Présence a) d'une particule de la phase Mn-Al et b) des particules de la phase Mg-Al-Zn dans l'échantillon AZ36.

Dans le chapitre précédent le niveau d'oxydes contenu dans les échantillons a été corrélé avec leur indice de « Brightimeter ». Or, la mesure des indices de « Brightimeter » est non-sélective, i.e. tout ce qui se trouve sur la surface de rupture est mesuré sans distinction. Il est donc certain que tous ces constituants ont une influence sur l'indice de « Brightimeter ».

5.3 Micrographie électronique

L'analyse électronique des échantillons révèle beaucoup d'information quant à la nature des inclusions emprisonnées dans le métal. Les oxydes de la zone sale ont été délaissés lors des analyses optiques. À l'aide du microscope à microondes électroniques, la composition des inclusions peut être analysée. La figure 5.7 est une photographie prise

par un microscope électronique en électrons rétrodiffusés. Plusieurs structures différentes y apparaissent.

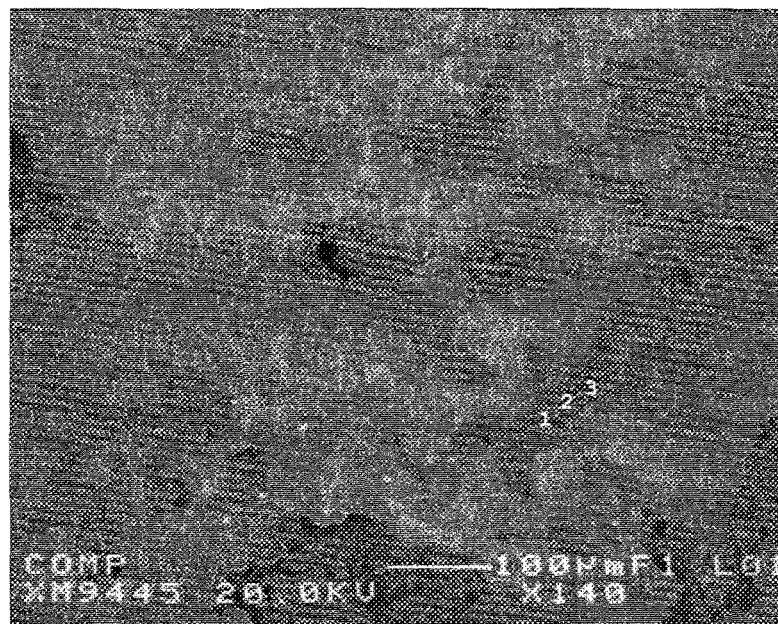


Figure 5.7 Forme d'oxydes de magnésium dans l'échantillon AZ03.

Trois analyses de spectroscopie par longueur d'ondes ont été faites à trois endroits différents indiqués sur la figure. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau suivant.

Tableau 5.1 Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AZ03-123.

point	Mg % masse	O % masse	Mg % at	O % at
AZ03-1	50,9	48,5	40,7	58,9
AZ03-2	55,1	44,8	45,7	55,2
AZ03-3	56,3	43,6	45,9	54,0
Moyenne	54,1	45,6	44,1	56,1
Composition	MgO			

Les deux premières colonnes correspondent aux proportions massiques du magnésium et de l'oxygène. Ce ne sont pas les seuls éléments à avoir été mesurés, au moins dix l'ont été. Leur pourcentage massique étant inférieur au centième de pour cent, la majorité d'entre eux n'ont pas été rapportés. Les deux dernières colonnes correspondent aux proportions atomiques du magnésium et de l'oxygène. Le rapport des proportions atomiques des deux éléments donne environ un ratio de un pour un, ce qui correspond au rapport stoechiométrique de l'oxyde de magnésium (MgO).

La spectroscopie par longueur d'ondes ne détecte pas les éléments légers tels l'hydrogène, l'hélium et le lithium. Ces deux derniers ne sont pratiquement jamais observés dans les alliages de magnésium, tandis que l'hydrogène provenant de l'humidité de l'air est souvent observé sous la forme d'hydroxyde. Lorsque nous analysons un rapport d'une spectroscopie par longueur d'ondes, il est fréquent que le pourcentage massique soit inférieur à cent pour cent. Nous devons donc supposer l'existence d'hydrogène dans le métal, sous la forme d'hydroxyde de magnésium $Mg(OH)_x$. Le tableau 5.2 résume les résultats de l'analyse.

Tableau 5.2 Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AZ03-5.

AZ03-5	% masse	Norm % masse	% atome	atome
O	59,0	61,3	70,7	2
Mg	36,9	38,3	29,1	1
Total	96,3	100,0	100,0	
Composition	$Mg(OH)_2$			

La figure 5.8 montre, au point 1, une particule analysée par la spectroscopie par longueur d'ondes. L'analyse donne un pourcentage massique des éléments présents dans

l'échantillon, de 96,32%. Les quatre pour cent manquant sont ces éléments légers, dans notre cas l'hydrogène. La composition chimique de cette particule est $Mg(OH)_2$.

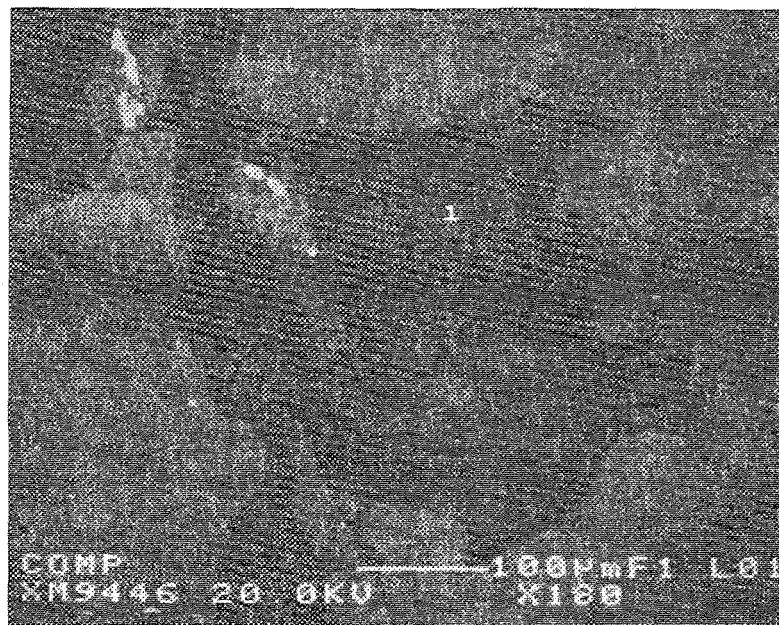


Figure 5.8 Présence 1) d'hydroxyde de magnésium dans l'échantillon AZ03-5.

Le magnésium est un métal qui s'oxyde très facilement. L'aluminium est un autre métal dont le potentiel d'oxydation est assez élevé. Les alliages AM50A et AZ91D contiennent un certain pourcentage d'aluminium, et cet aluminium peut s'oxyder et former l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3). Cependant, le magnésium possède un potentiel d'oxydation beaucoup plus élevé que l'aluminium et aura tendance à réagir avec l'oxygène de l'air avant l'aluminium. C'est pour cette raison que nous n'observons presque jamais l'oxyde d'aluminium seul : il est généralement accompagné de l'oxyde de magnésium, et ils forment ensemble un « spinel ». Le rapport oxyde de magnésium versus oxyde d'aluminium n'est pas nécessairement de un pour un, étant donné la différence de

réactivité, de vitesse de réaction et de type de réaction. Le tableau 5.3 montre les résultats de l'analyse de la particule. La figure 5.9 montre, au point 1, le groupement $\text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3$. Le pourcentage total mesuré est supérieur à cent pour cent, donc l'analyse est incertaine.

Tableau 5.3 Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AZ02-5.

AZ02-5	% masse	Norm % masse	% atome	atome
O	19,9	19,5	27,4	3
Mg	67,7	66,4	61,3	6
Al	12,4	12,1	10,1	1
Total	102,0	100,0	100,0	
Composition				$\text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3$



Figure 5.9 Présence 1) de « spinels » dans l'échantillon AZ02-5.

Toutes les inclusions ne proviennent pas nécessairement du métal lui-même, comme les oxydes et les nitrures. Certaines d'entre elles sont introduites volontairement ou accidentellement dans le métal pendant toutes les étapes du procédé : la fabrication du

métal primaire, la fabrication de l'alliage, le transfert du métal, la refonte des alliages et la coulée du métal. Plusieurs usines utilisent, dans leur procédé de fabrication, le sel comme agent de protection contre l'oxydation du magnésium. Le sel flotte à la surface du magnésium liquide. À une étape ou à une autre de la production du magnésium, il se peut qu'une certaine quantité de sels soit emprisonnée. Le tableau 5.4 montre les éléments principaux présents dans la particule. La figure 5.10 montre un exemple de sel incrusté dans la matrice de magnésium.

Tableau 5.4 Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AM01-4.

AM01-4	% masse	Norm % masse	% atome	atome
O	32,3	33,1	60,7	17
K	6,7	6,9	5,1	1
Mn	6,4	6,6	3,5	1
Ti	25,9	26,6	16,3	5
Fe	25,5	26,2	13,8	4
Total	97,4	100,0	100,0	
Composition	Mélange d'oxydes			

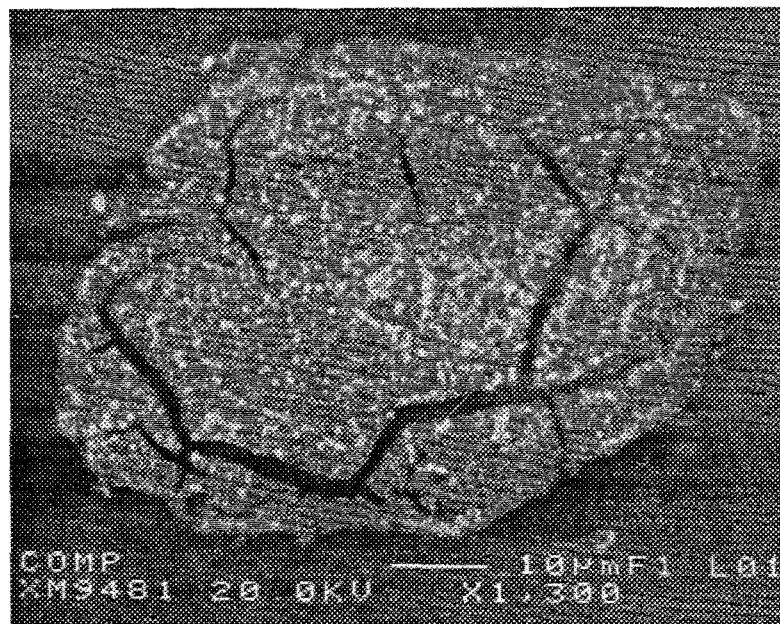


Figure 5.10 Particule saline dans l'échantillon AM01-4.

Toutefois, cette inclusion peut avoir une composition chimique variée. Une simple analyse par rayons X à énergie dispersive (figure 5.11) révèle les pics caractéristiques des éléments qui composent les sels comme le potassium et le calcium. En complément à l'analyse par rayons X à énergie dispersive, une spectroscopie par longueur d'ondes de quelques points de la particule a aussi été faite. Les résultats montrent une concentration élevée des éléments suivants : oxygène 33,1%, titane 26,6%, fer 26,2%, potassium 6,9% et manganèse 6,6%. Le manganèse provient des quelques particules de la phase Mn-Al que nous pouvons voir autour de la particule. Il y a aussi une bonne quantité de fer, probablement sous la forme d'oxyde, étant donné la concentration élevée d'oxygène.

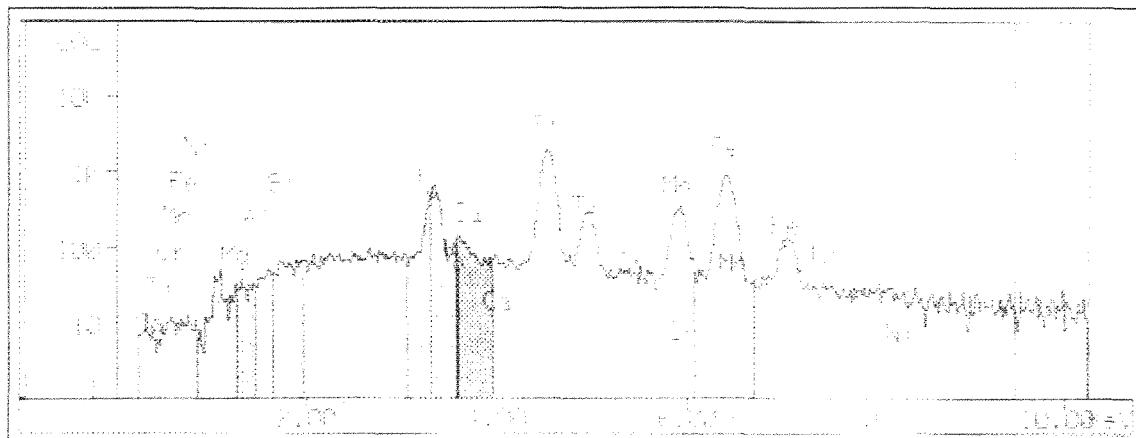


Figure 5.11 Résultat de l'analyse par rayon X à énergie dispersive de l'échantillon AM01-4.

Le fer contenu dans cette particule comme dans celle de la figure 5.12 provient vraisemblablement de la coulée, car le creuset utilisé pour nos coulées est essentiellement fait de fer. Il est fort possible qu'une particule se soit décrochée de la paroi et se soit mélangée au métal liquide. La spectroscopie par longueur d'ondes (tableaux 5.5 à 5.7) de trois points de la particule révèle plus d'un composé ferreux. En effet, le fer pur est retrouvé dans la particule (1), ainsi que la forme simple de l'oxyde de fer, le FeO (2) et une autre forme d'oxyde un peu plus complexe, le Fe₂O₃ (3).

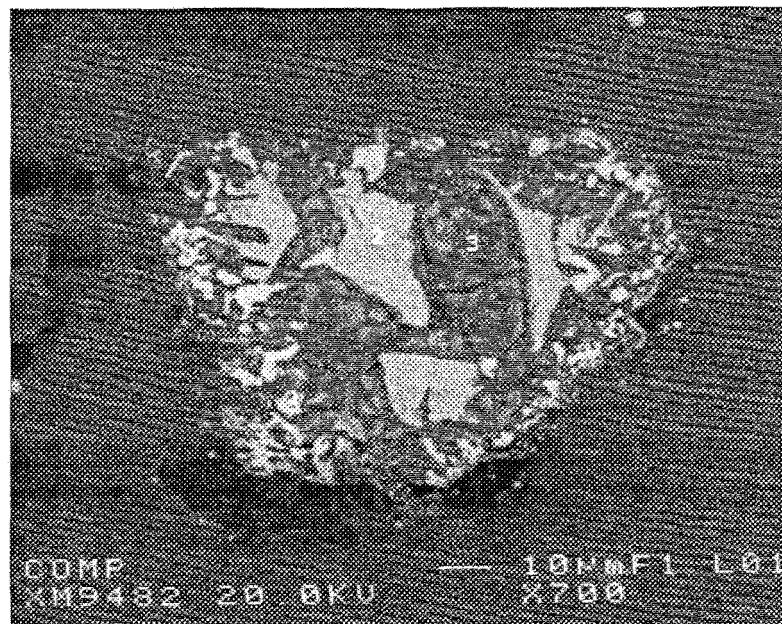


Figure 5.12 Particule ferreuse dans l'échantillon AM01-5, 1) Fe, 2) FeO et 3) Fe₂O₃.

Tableau 5.5 Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AM01-5-1.

AM01-5-1	% masse	Norm % masse	% atome	atome
O	24,3	24,6	53,2	1
Fe	73,9	75,0	46,4	1
Total	98,6	100,0	100,0	
Composition	FeO			

Tableau 5.6 Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AM01-5-2.

AM01-5-2	% masse	Norm % masse	% atome	atome
O	25,2	28,6	57,6	3
Fe	60,8	69,0	39,8	2
Total	88,2	100,0	100,0	
Composition	Fe ₂ O ₃			

Tableau 5.7 Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AM01-5-2.

AM01-5-3	% masse	Norm % masse	% atome	atome
O	0,7	0,7	2,4	1
Fe	98,3	99,0	97,0	40
Total	99,3	100,0	100,0	
Composition	Fe			

Les alliages utilisés sont essentiellement constitués de magnésium et d'aluminium.

Leur point de fusion est relativement bas : 595°C pour le AZ91D et 615°C pour le AM50A.

Puisque la température du métal lors de la coulée est de 700°C et que la quantité d'aluminium présent dans l'alliage est largement sous la limite de solubilité, il est très peu probable qu'une particule d'aluminium pur se forme dans la pièce. Toutefois, nous des particules d'aluminium assez grosses (de l'ordre de cent microns), comme au point 1 de la figure 5.13, ont été observées (tableau 5.8).

Tableau 5.8 Résultats de la spectroscopie par longueur d'ondes de l'échantillon AM04-1.

AM04-1	% masse	Norm % masse	% atome	atome
O	2,5	2,5	4,1	2
Mg	1,7	1,7	1,8	1
Al	96,6	94,9	93,5	51
Total	101,7	100,0		
Composition	Al			

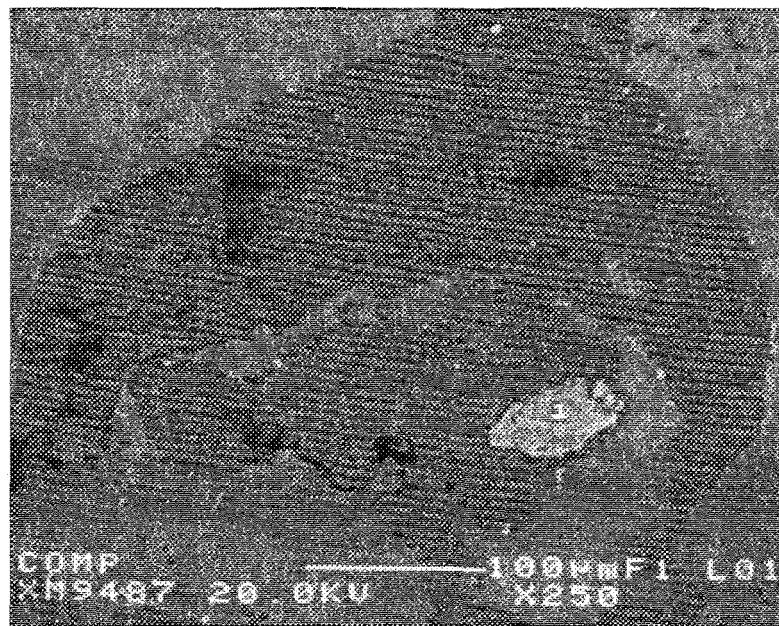


Figure 5.13 Particule d'aluminium dans l'échantillon AM04-1.

La spectroscopie par longueur d'ondes de la particule révèle une concentration de quatre-vingt-quinze pour cent d'aluminium. La provenance des particules d'aluminium n'est pas clairement définie, mais peut être une due à contamination extérieure. Une analyse préliminaire montre que l'éclat de l'aluminium pur est inférieur à celui du magnésium pur.

5.4 Distribution des éléments

La spectroscopie par longueur d'ondes donne les compositions chimiques des points mesurés. Ces points occupent une infime partie de la surface de l'échantillon. Par exemple, nos échantillons ont une surface d'environ cent quatre-vingts millions microns carrés, et le microscope à microondes électroniques effectue son analyse sur une surface inférieure à un micron carré. Même si nous effectuons plusieurs analyses par échantillon, la surface

sondée demeure extrêmement faible. De plus, les échantillons sont constitués de plusieurs constituants, ce qui augmente l'hétérogénéité de la surface à analyser. Pour chaque constituants, une analyse devrait être faite pour s'assurer de la composition chimique, ce qui représente une trop grande quantité d'analyses. C'est pourquoi un autre type d'analyse plus élaborée est utilisé : la cartographie.

La cartographie permet de sonder une surface pour en évaluer les concentrations d'éléments donnés. L'analyse est laborieuse et longue. Le microscope à microondes électroniques utilisé pour effectuer nos cartographies balaie une surface de 0,1 millimètre carré en quatre heures. Le balayage permet seulement d'évaluer quatre éléments, d'autres balayages sont nécessaires pour évaluer des éléments supplémentaires.

La particule sur la figure 5.14, qui est la même que celle montrée à la figure 5.10, est un excellent spécimen de particule à cartographier. La taille de la particule est d'environ cinquante microns sur quatre-vingt-dix microns; de plus, sur l'image composite, nous pouvons voir différents constituants représentés par différents tons de gris. L'image laisse supposer la présence de plusieurs éléments chimiques. La grandeur et l'hétérogénéité de la surface sont trop importants pour utiliser la spectroscopie par longueur d'ondes. L'analyse par microondes électroniques est tout indiquée dans ce cas.

La section plus rosée de la figure représente la distribution du magnésium. Nous remarquons immédiatement que la particule ne contient peu ou pas de magnésium, mais plutôt que cette particule est ancrée dans la matrice qui, elle, est principalement constituée de magnésium. La section bleue de la figure représente le manganèse présent dans l'échantillon. En effet, cet échantillon provient de l'alliage AM50A dont la teneur en

manganèse est d'environ 0,4% massique. En périphérie de la particule, nous remarquons plusieurs petites particules qui sont en réalité dans la phase Mn-Al.

Il est normal de retrouver du magnésium et du manganèse dans l'échantillon; mais pour ce qui est des autres éléments représentés - le fer, le titane et le potassium - leur présence est considérée comme insolite. Il est évident que la provenance de cette particule est d'origine extérieure. En effet, les éléments seraient regroupés en une seule particule si elle était d'origine intérieure et les éléments seraient distribués uniformément dans tout l'échantillon. Les niveaux de titane et de potassium sont relativement élevés, tandis que le niveau de fer est légèrement inférieur.

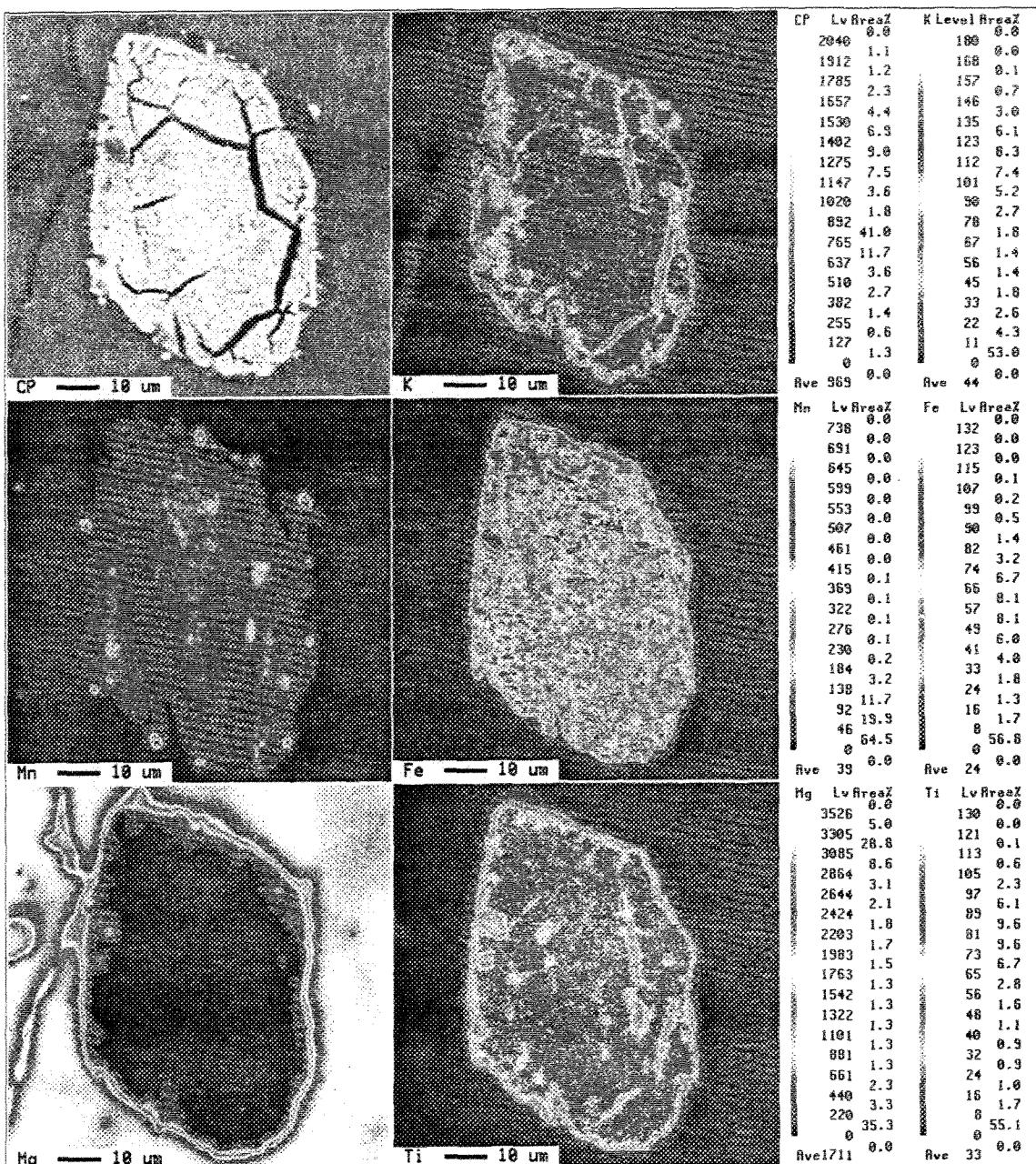


Figure 5.14 Distribution des éléments dans la particule saline de l'échantillon AM01-4.

Reprendons la figure 5.12. Cette particule est principalement constituée de fer et d'oxygène. La spectroscopie par longueur d'ondes a révélé la présence de plusieurs constituants, sans toutefois donner de l'information quant à leurs distributions dans la particule. La cartographie de la particule représentée à la figure 5.15 donne toute l'information nécessaire. La particule contient trois composants : le fer, l'oxyde de fer (FeO) et le trioxyde de bifer (Fe_2O_3). L'image composite de la particule révèle plusieurs sections différentes : les sections claires sont les plus riches en fer, les sections gris pâle sont très riches en fer et les sections gris foncé sont moins riches en fer.

Notons immédiatement que le halo bleu autour de la particule, dans la carte de l'oxygène, est un oxyde de magnésium qui a ceinturé la particule. Seul le composant de fer est présent dans les zones blanc rosé de la carte du fer. Pour ce qui est des oxydes de fer, nous devons savoir lequel a la concentration de fer la plus élevée. Le composant FeO est constitué d'un atome de fer pour deux atomes par molécule, tandis que le composant de Fe_2O_3 est constitué de deux atomes de fer pour cinq atomes par molécule. La concentration du fer dans le FeO est donc plus élevée. Le FeO se retrouve dans les zones rouges de la carte du fer. Le Fe_2O_3 , quant à lui, se retrouve dans les zones jaunes de la même carte.

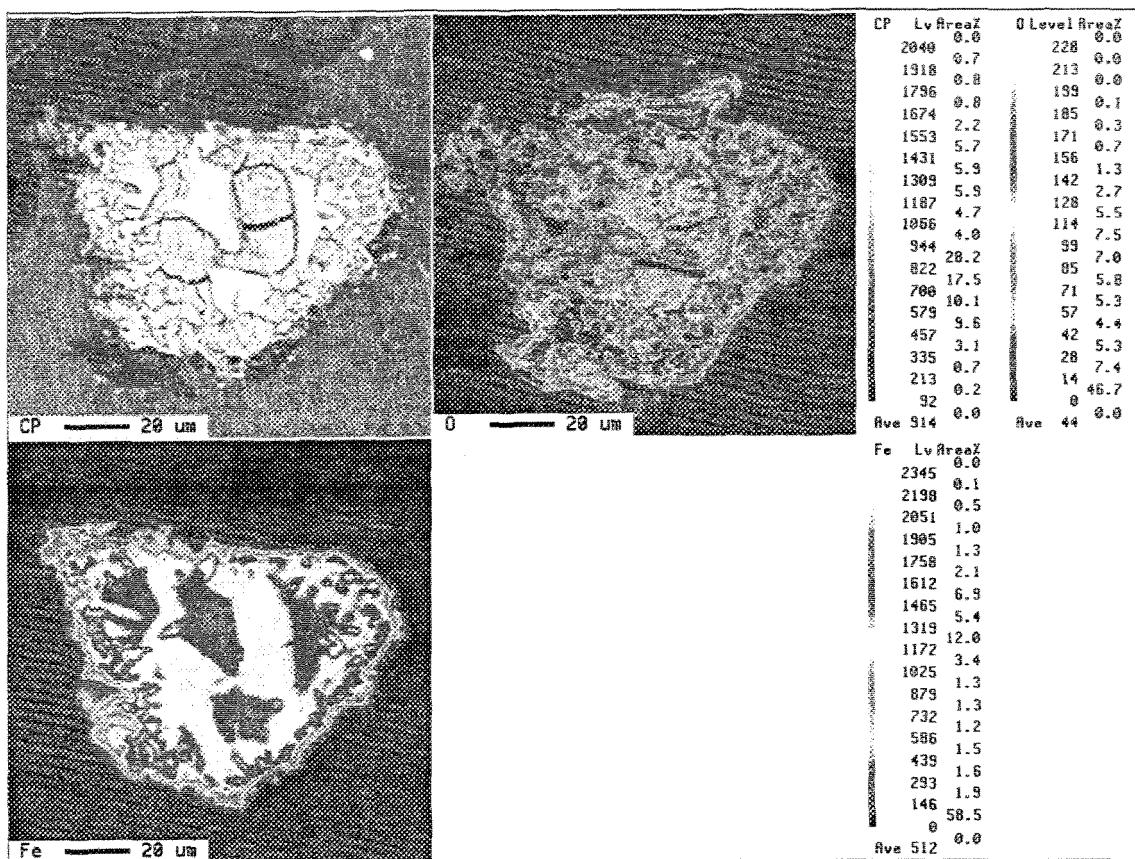


Figure 5.15 Distribution des éléments dans la particule ferreuse de l'échantillon AM01-5.

La figure 5.16 est caractéristique des alliages AM50A : le niveau assez élevé de manganèse permet la formation de la phase. Les particules de cette phase sont représentées en gris pâle sur l'image composite. La composition chimique d'une telle particule varie; généralement, la forme $MnAl_x$ prédomine. La cartographie démontre bien cette composition. En effet, les points clairs de l'image composite correspondent à des zones de hauts niveaux de manganèse et d'aluminium. Les couleurs blanches et roses pour le manganèse, et le rouge vif pour l'aluminium montrent ces zones. Le magnésium, quant à lui, demeure bas aux mêmes endroits.

La spectroscopie par longueur d'ondes des ces particules corrobore les résultats obtenus par la cartographie. Les ratios manganèse-aluminium sont de un pour un et de un pour deux, et les compositions chimiques pour ces particules sont $MnAl$ et $MnAl_2$.

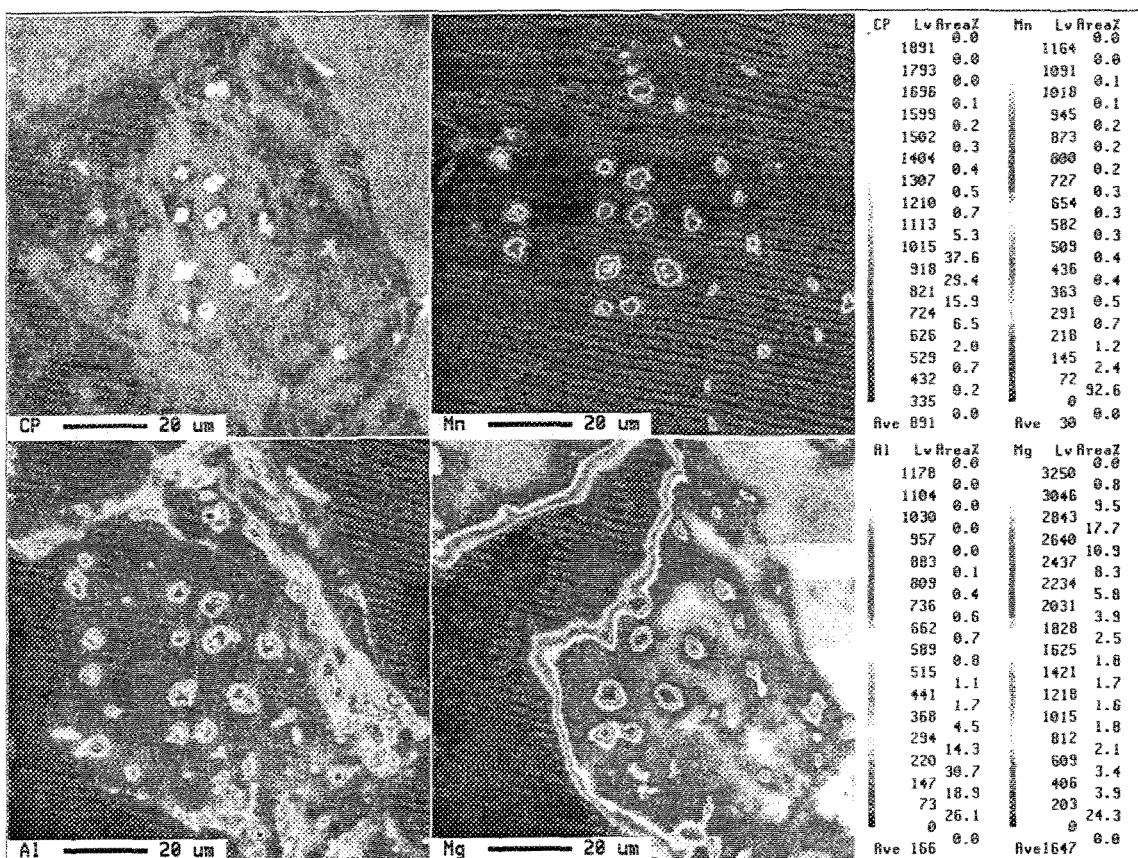


Figure 5.16 Distribution des éléments dans la phase Mn-Al de l'échantillon AM02-2.

Le magnésium a une plus grande affinité avec l'oxygène que l'aluminium, il y a donc beaucoup plus d'oxyde de magnésium que d'oxyde d'aluminium. De plus, la quantité d'atomes de magnésium est largement supérieure à celle de l'aluminium. Toutefois, la possibilité de retrouver de l'oxyde d'aluminium dans nos échantillons ne peut être écartée.

La figure 5.17 est un excellent exemple de cette situation. L'image composite de la figure nous dévoile une énorme particule de couleur gris foncé, une autre plus petite et plus pâle, et une troisième encore plus petite que les deux précédentes. Cette dernière, comme la carte de l'aluminium le montre si bien, est constituée essentiellement d'aluminium. Cette particule est la même que celle montrée à la figure 5.13. Nous sommes plutôt intéressés par les deux premières particules. La carte de l'aluminium montre que le niveau d'aluminium sur la surface est relativement bas, à l'exception de la particule d'aluminium et de la région sous cette particule. Les régions homologues des cartes de l'oxygène et du magnésium montrent également des niveaux atomiques non négligeables. Puisqu'aucun élément n'est présent, à part le magnésium, l'aluminium et l'oxygène, le tout correspond au « spinel » : un groupement d'oxydes de magnésium et d'oxydes d'aluminium. Une spectroscopie par longueur d'ondes viendra confirmer cette conclusion.

La plus grosse des particules : quant à elle, est constituée en majeure partie de magnésium et d'oxygène ce qui laisse supposer un oxyde de magnésium. De plus, la morphologie de la particule est typique d'un regroupement d'oxydes. La spectroscopie par longueur d'ondes vient appuyer nos dires; effectivement, les ratios magnésium-oxygène sont tous de un pour un pour tous les points analysés.

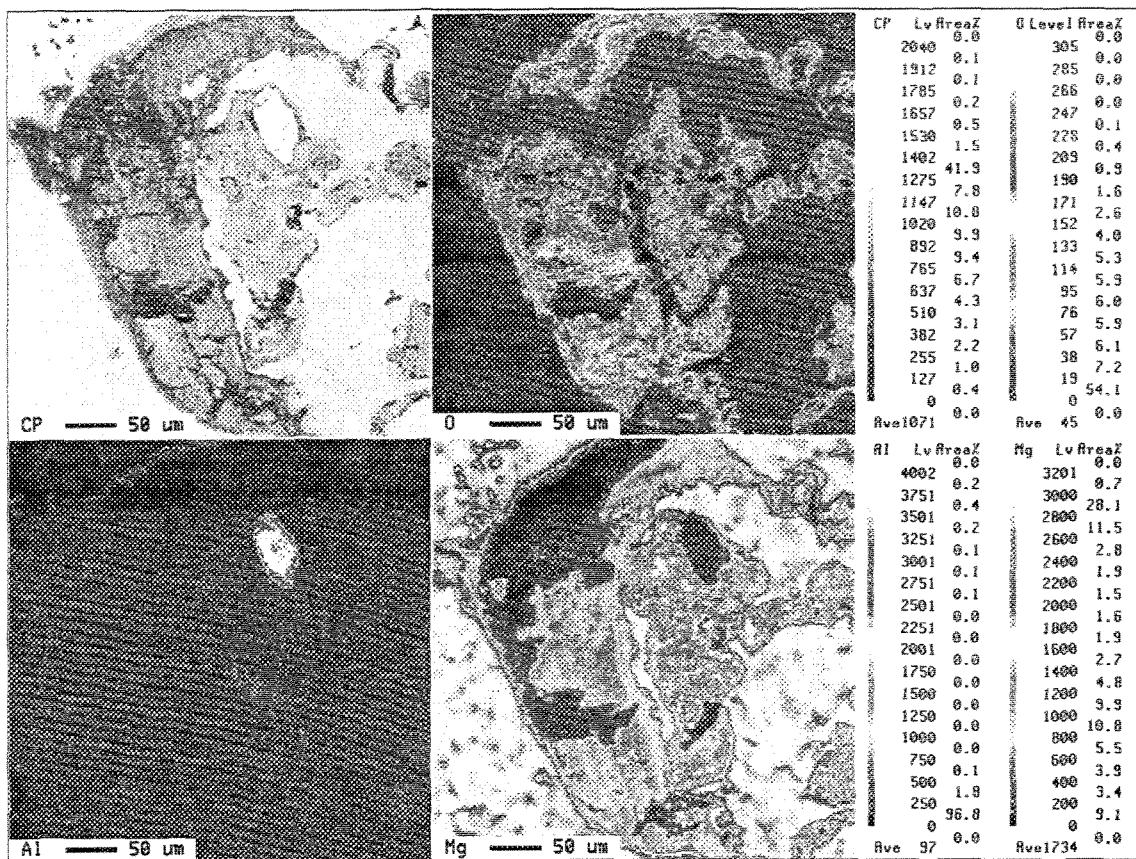


Figure 5.17 Distribution des éléments dans la particule d'aluminium de l'échantillon AM04-1.

La figure 5.18 est très intéressante, elle montre qu'une mauvaise analyse de l'image composite peut avoir des répercussions importantes. Nous remarquons une longue bande grise, plusieurs particules plus ou moins de la même couleur, ainsi qu'une grosse particule noire. Les cartes du magnésium et de l'oxygène, en plus des spectroscopies par longueur d'ondes, montrent clairement que ces particules et cette bande sont des oxydes de magnésium. La carte de magnésium de la particule noire indique peu ou pas de magnésium. Les cartes de l'aluminium et de l'oxygène montrent qu'il n'y a pratiquement pas de ces éléments dans la particule. Il n'y a rien car ce n'est pas une particule mais plutôt un pore.

L'analyse spectroscopique par longueur d'ondes du fond du pore montre qu'il est composé de magnésium et d'aluminium.

Bien que les morphologies des retassures et des pores sont bien connues, les exceptions sont fréquentes. C'est pourquoi l'image composite seule est insuffisante; l'information combinée du microscope électronique à balayage, de la spectroscopie de masse et de la diffraction des rayons X doit être utilisé.

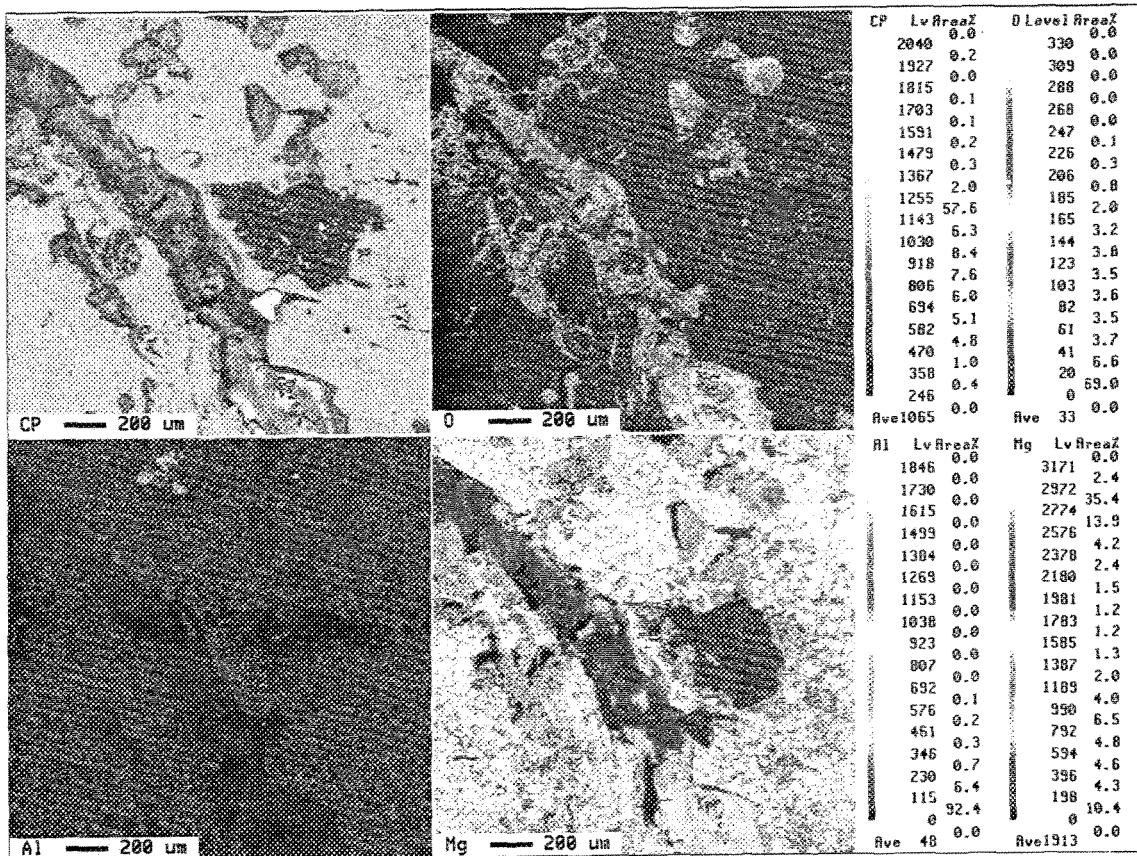


Figure 5.18 Distribution des éléments dans l'oxyde de magnésium de l'échantillon AM04-2.

Le métal liquide, en se solidifiant, diminue de volume. Localement, cette diminution de volume est associée aux retassures. Les parties solides du métal tirent sur le liquide et laissent des trous derrière elles. La microporosité se situe près du centre de l'échantillon, qui était le centre d'une solidification radiale. Comme mentionné au deuxième chapitre, les retassures sont facilement reconnaissables par leur morphologie. L'image composite de la figure 5.19 montre un groupement de retassures provenant de l'un des échantillons.

Les pores sont ceinturés par des oxydes de magnésium, comme le montrent les cartes du magnésium et de l'oxygène. Sur celle du magnésium, la concentration en atomes de magnésium diminue à mesure en se rapprochant du centre des retassures. La concentration des atomes d'oxygène est très faible à l'intérieur de la matrice de magnésium, ensuite elle augmente considérablement sur le pourtour des pores, pour finalement diminuer à l'intérieur.

La carte du silicium montre également une forte concentration des atomes de silicium à l'intérieur des retassures. Le point blanc au centre de la carte le montre bien. Les analyses chimiques des échantillons montrent que le niveau de silicium retrouvé dans cet échantillon est beaucoup trop élevé pour être d'origine interne. L'inclusion d'un grain de sable dans le métal liquide lors de la coulée serait la meilleure explication. Une autre explication consiste à dire que, durant les étapes de sablage et de polissage, certaines particules auraient été emprisonnées à l'intérieur des retassures.

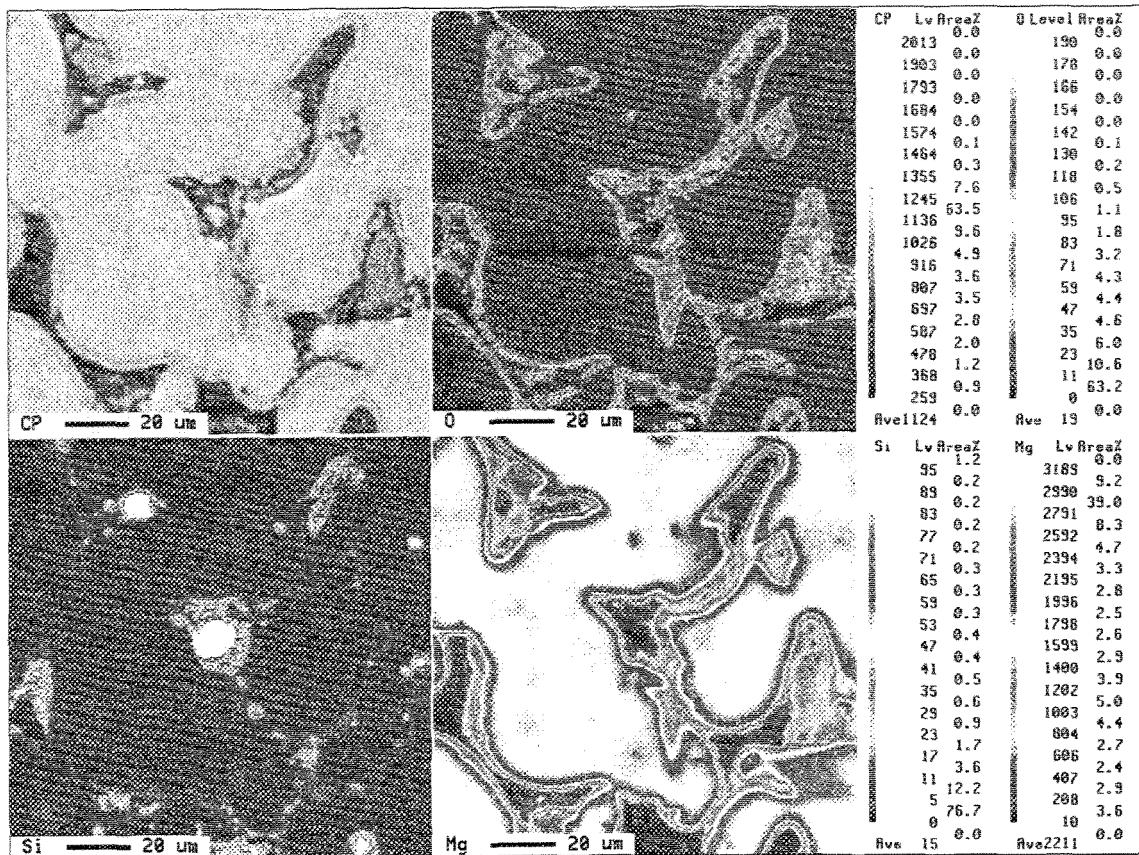


Figure 5.19 Distribution des éléments dans les retassures de l'échantillon AM08.

Les oxydes occupent une part importante de la microstructure des échantillons dont les indices de « Brightimeter » sont bas (moins de vingt). Les figures 5.20 et 5.21 montrent des exemples de ces imposants oxydes de magnésium. Nous pouvons voir les différentes morphologies prises par les oxydes de magnésium. La figure 5.20 montre plutôt la forme-film avec quelques blocs, tandis que la figure 5.21 montre la forme-bloc. L'échelle de la première figure 5.20 est dix fois plus grande que celle de la deuxième figure 5.21.

Sur la figure 5.20 les cartes de l'aluminium et du zinc sont quasiment identiques. Or, dans l'alliage AZ91D il y a tout près de 9% d'aluminium et un peu moins de 0,5 de zinc. La

similitude de ces cartes provient des échelles différent de l'aluminium et du zinc : celle de l'aluminium varie de zéro à mille quatre cent quarante-cinq, tandis que celle du zinc varie de zéro à deux cent quarante.

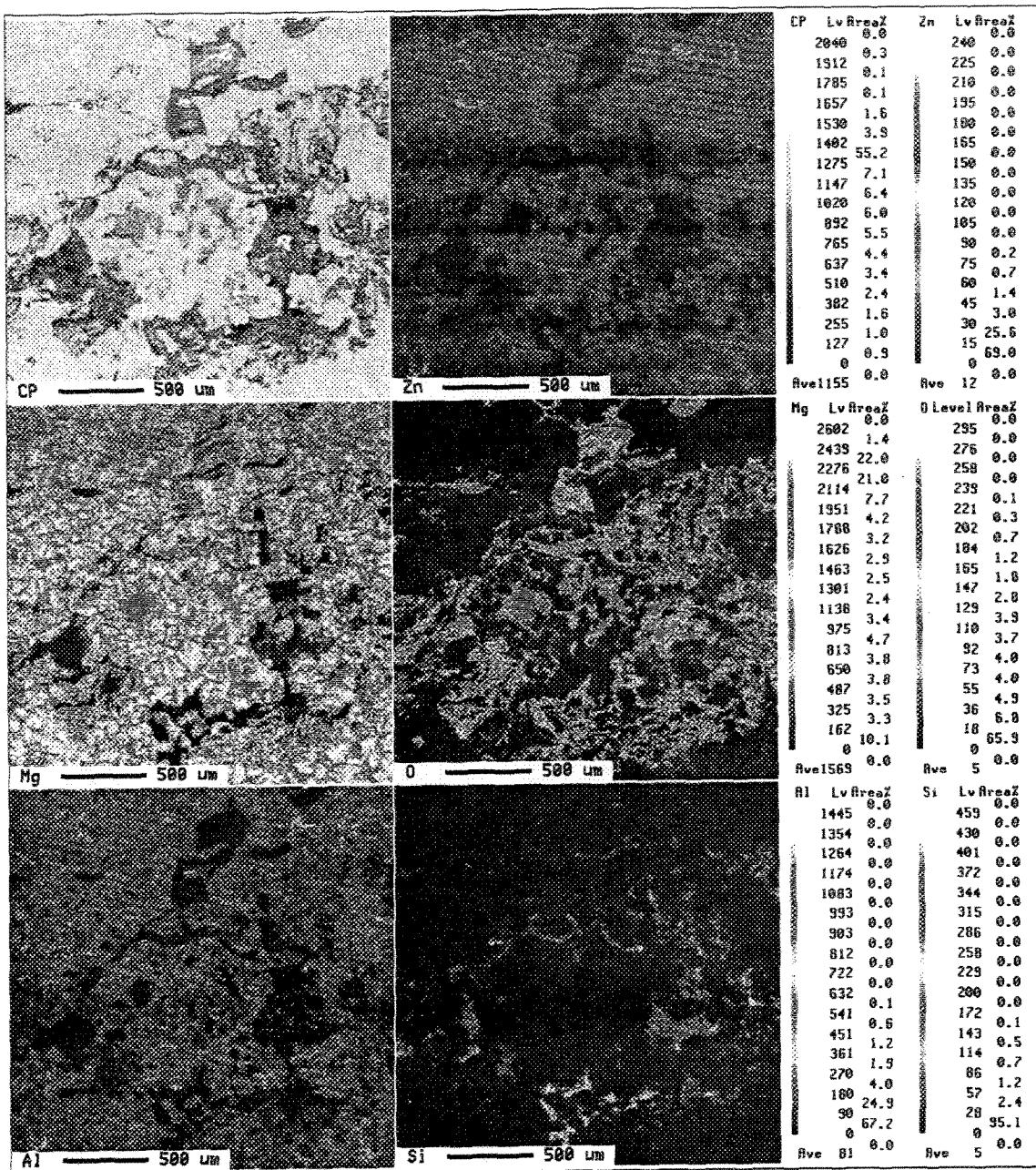


Figure 5.20 Distribution des éléments dans les oxydes de l'échantillon AZ03-1.

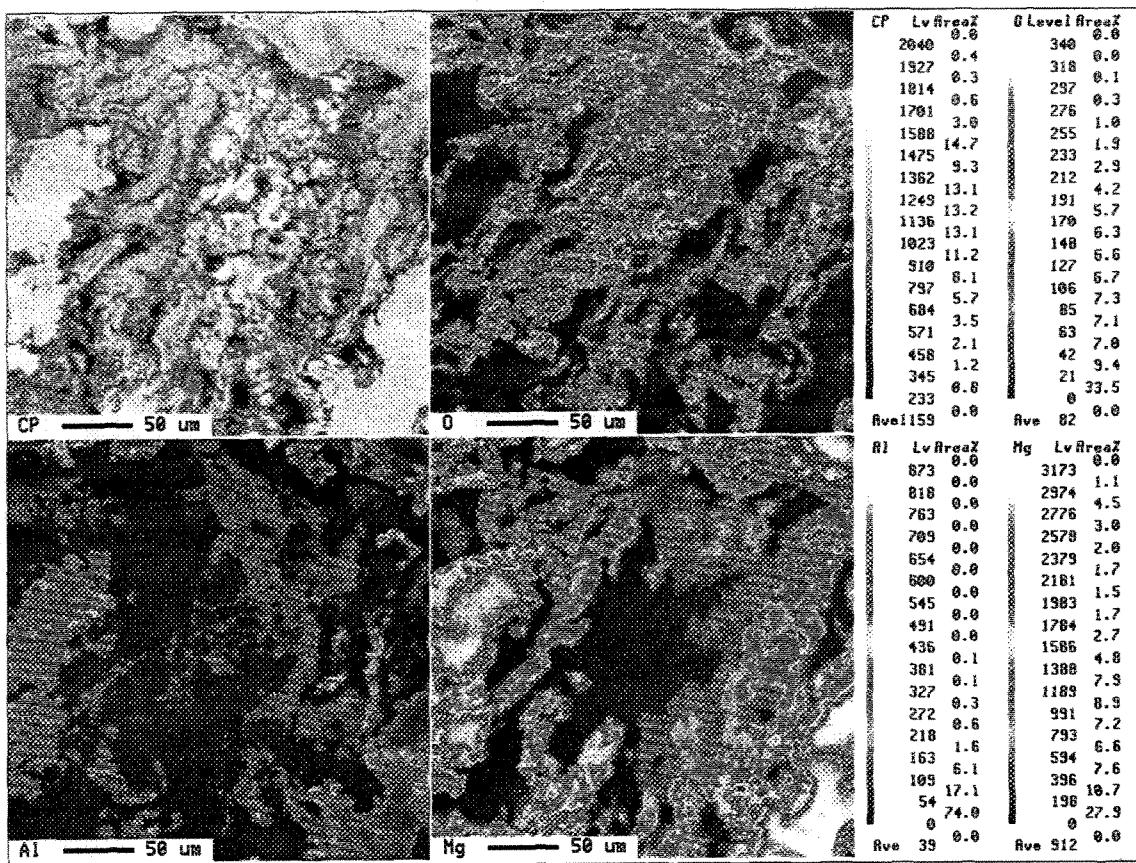


Figure 5.21 Distribution des éléments dans les oxydes de l'échantillon AZ03-2.

La figure 5.22 montre une énorme particule. En effet, la particule fait plus d'un millimètre de long sur environ deux dixièmes de large. Elle est un autre exemple d'oxyde de magnésium. Toutefois, la spectroscopie par longueur d'ondes de quelques points de la particule révèle une concentration relativement élevée d'oxygène. Il ne s'agit donc pas de MgO mais plutôt d'une forme plus complexe d'oxydes de magnésium, ou encore un groupement de plusieurs formes d'oxydes. Or, le niveau d'aluminium dans la particule est trop bas pour qu'une partie de ces oxydes soient d'aluminium.

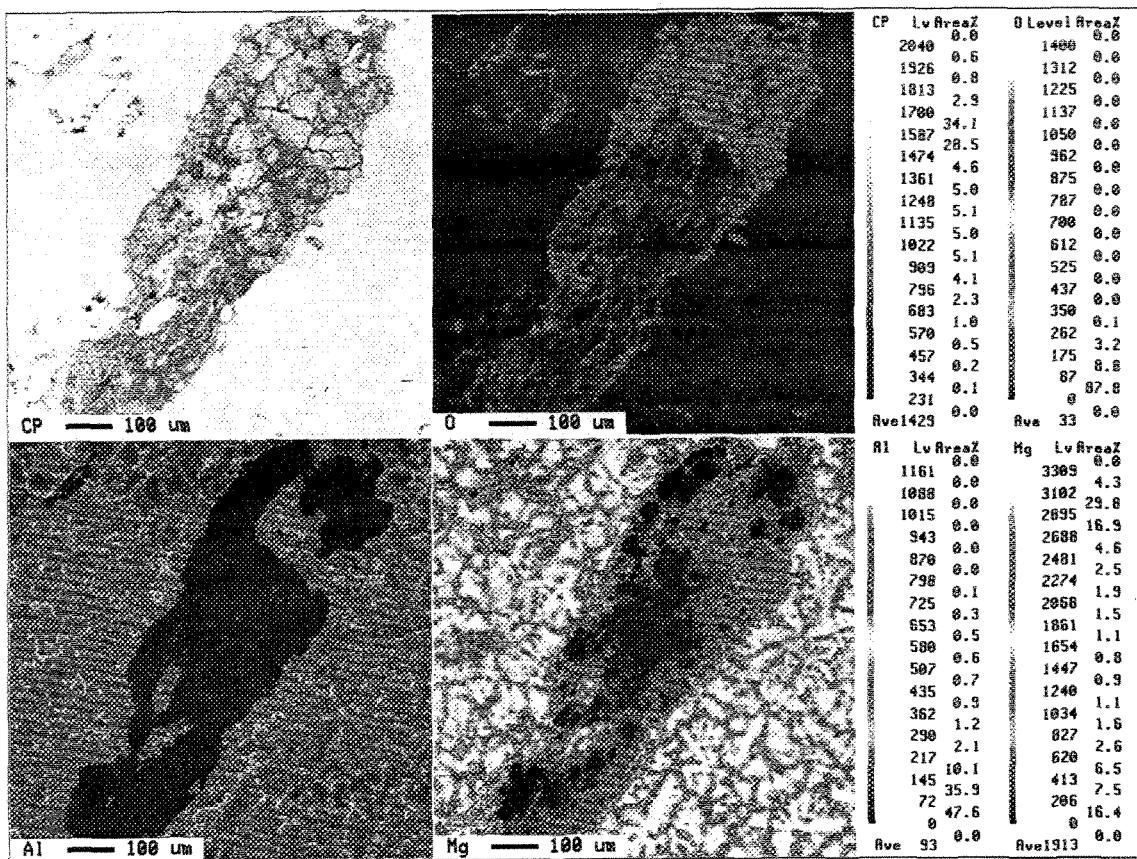


Figure 5.22 Distribution des éléments dans les oxydes de l'échantillon AZ03-3.

Les « spinels », groupements d'oxydes de magnésium et d'oxydes d'aluminium, sont observés occasionnellement dans les échantillons²⁸. Bien que les oxydes de magnésium soient largement dominants dans les groupements, de beaux « spinels » sont toutefois présents, comme à la figure 5.23. Sur l'image composite de la figure, nous remarquons que les oxydes d'aluminium s'enchevêtrent avec les oxydes de magnésium pour former un bloc compact. Les cartes du magnésium et de l'oxygène montrent très bien les niveaux de ces éléments. La carte de l'aluminium vient se superposer, et montre ainsi clairement les régions contenant de l'aluminium qui correspondent aux oxydes d'aluminium.

Il y a également quelques endroits riches en magnésium; ces secteurs ne font pas partie de la particule, ils forment plutôt la matrice.

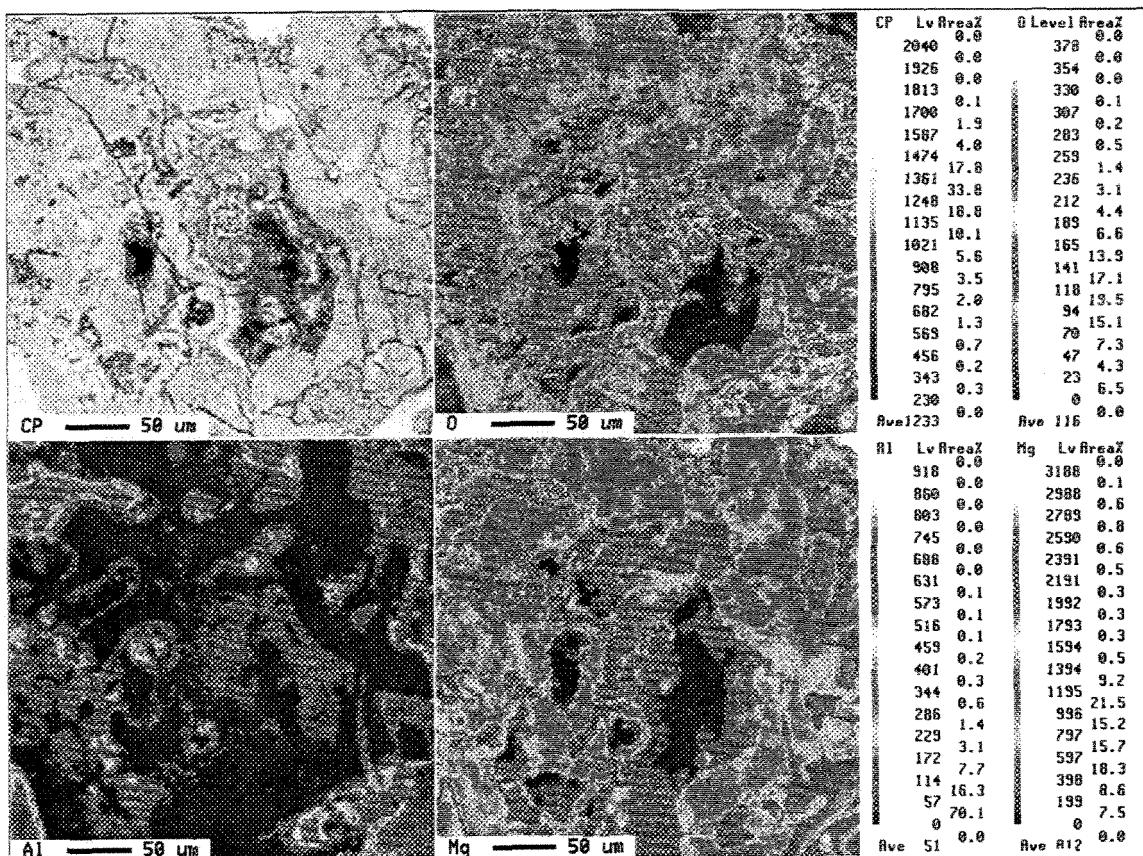


Figure 5.23 Distribution des éléments dans les « spinels » de l'échantillon AZ03-4.

Les échantillons sélectionnés pour faire ces cartographies font partie de ceux qui ont les plus hauts niveaux d'oxydes. Il n'est pas surprenant de voir d'énormes blocs d'oxydes, puisque certains échantillons ont des niveaux d'oxydes de près de vingt pour cent. Les figures 5.24 à 5.26 montrent des blocs d'oxydes. Le silicium y est présent. Comme mentionné précédemment, le silicium provient de l'extérieur du métal. C'est une

contamination probablement causée par le sable présent partout sur le site de la coulée. Sur la figure 5.24, les cartes du magnésium, de l'aluminium et de l'oxygène montrent clairement la présence de « spinels ». La concentration en atomes de silicium est relativement faible; cependant, toutes les zones où la concentration augmente (zones vertes), la concentration en atomes d'oxygène augmente. La silice est un oxyde de silicium (SiO_2); il est fort possible qu'il y en ait dans ces zones.

La caractéristique importante de la microstructure de la figure 5.25, est la petite particule au centre de l'image composite. La composition de la large bande grise représente la même chose que celle de la figure précédente, soit des « spinels ». Quant à la petite particule déjà mentionnée, les cartes du magnésium, de l'aluminium, du calcium et de l'oxygène montrent des concentrations très basses dans cette région. Seule la concentration de silicium est élevée. Puisqu'aucune spectroscopie par longueur d'ondes n'a été faite pour cette particule, sa composition chimique exacte est indéterminée. Par contre, les figures 5.24 et 5.25, proviennent du même échantillon et la composition de cette particule devrait être similaire à celle de ces figures. Cette particule serait de la silice.

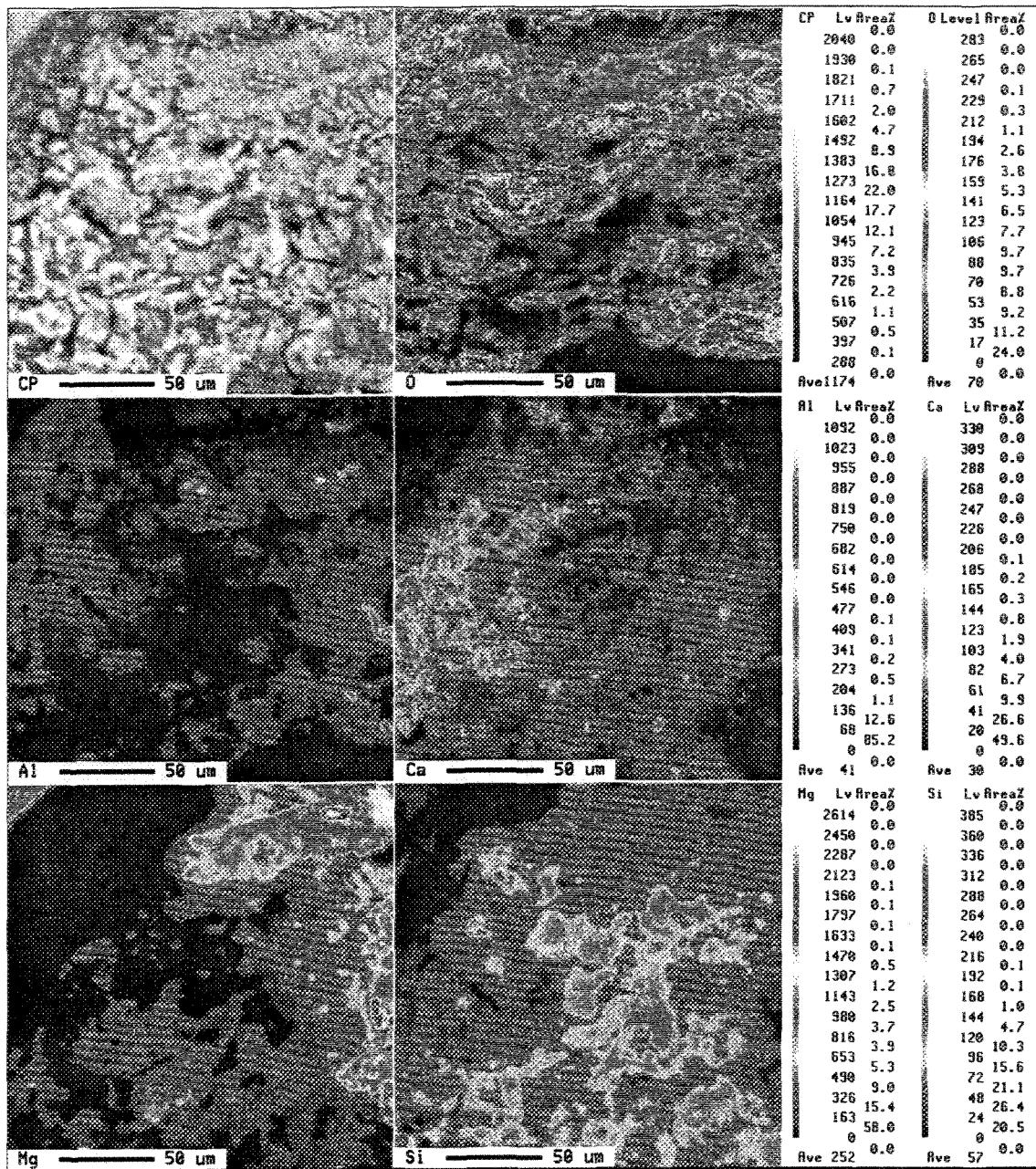


Figure 5.24 Distribution des éléments dans les « spinels » de l'échantillon AZ04-1.

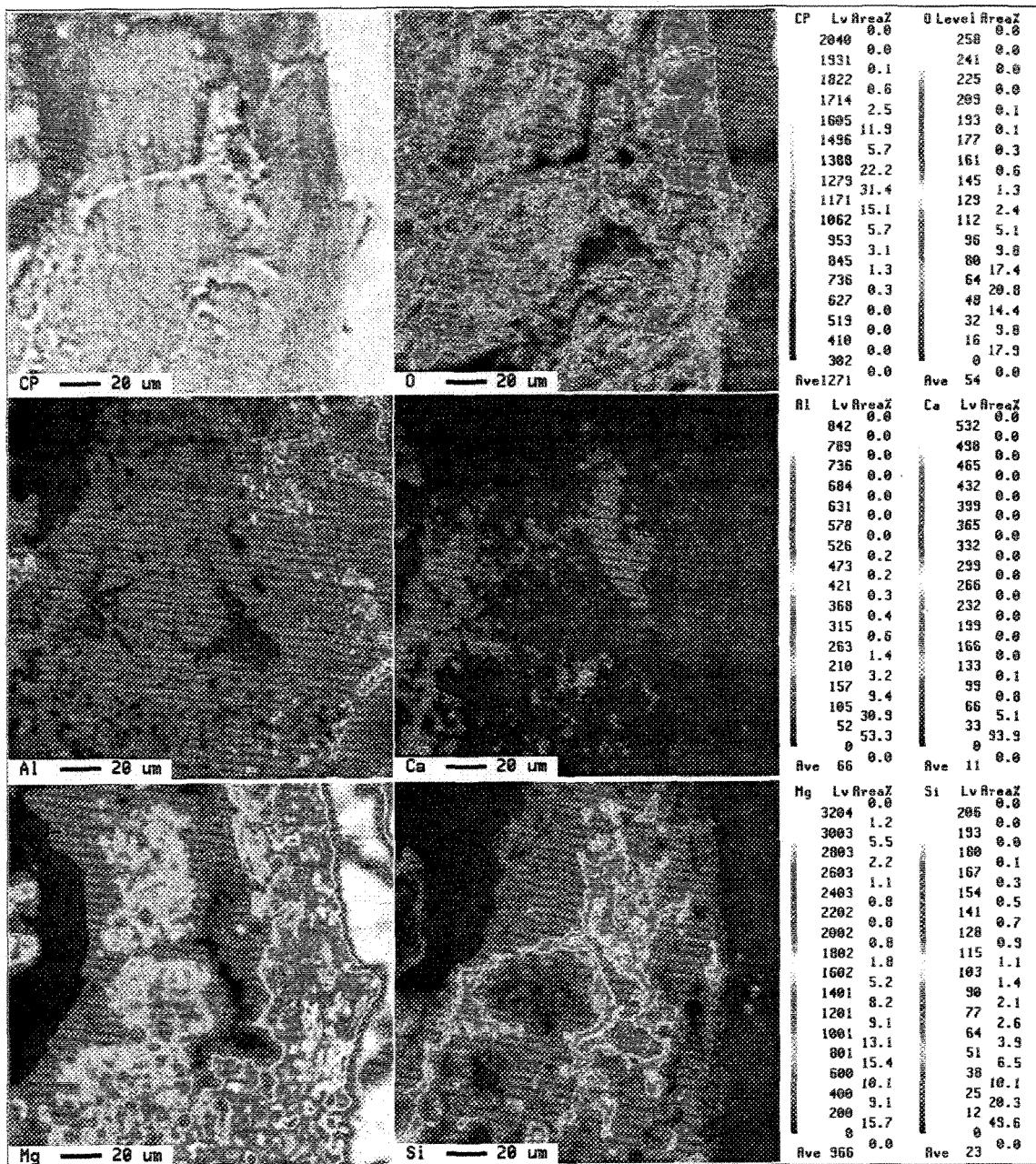


Figure 5.25 Distribution des éléments dans la particule de silice de l'échantillon AZ04-2.

La figure 5.26 est un autre exemple. La majeure partie de la particule est un mélange d'oxydes de magnésium et d'oxydes d'aluminium dans des proportions diverses. Il y a également des zones riches en silicium. Encore une fois, ce silicium est associé à la silice. La présence de silicium dans les échantillons n'est visible que dans ceux ayant un indice de « Brightimeter » bas. La figure 5.26 montre également une carte du calcium. La présence de calcium dans nos échantillons est inexpliquée, car en aucun cas il n'y a eu contamination par des substances contenant du calcium. De plus, les producteurs des alliages utilisés assurent que les alliages sont de hautes qualités et que les niveaux d'impuretés sont au plus bas niveau permis. La seule source possible de calcium dans certains de nos échantillons vient des alliages recyclés. En effet, pour faire varier le niveau d'inclusions dans le métal, nous avons utilisé un mélange d'alliages frais et d'alliages recyclés. Lors du recyclage de ces alliages, plusieurs inclusions ont pu entrer dans le métal. Ce qui expliquerait la présence du calcium, qui provient essentiellement du sel utilisé comme agent de protection dans certaines industries.

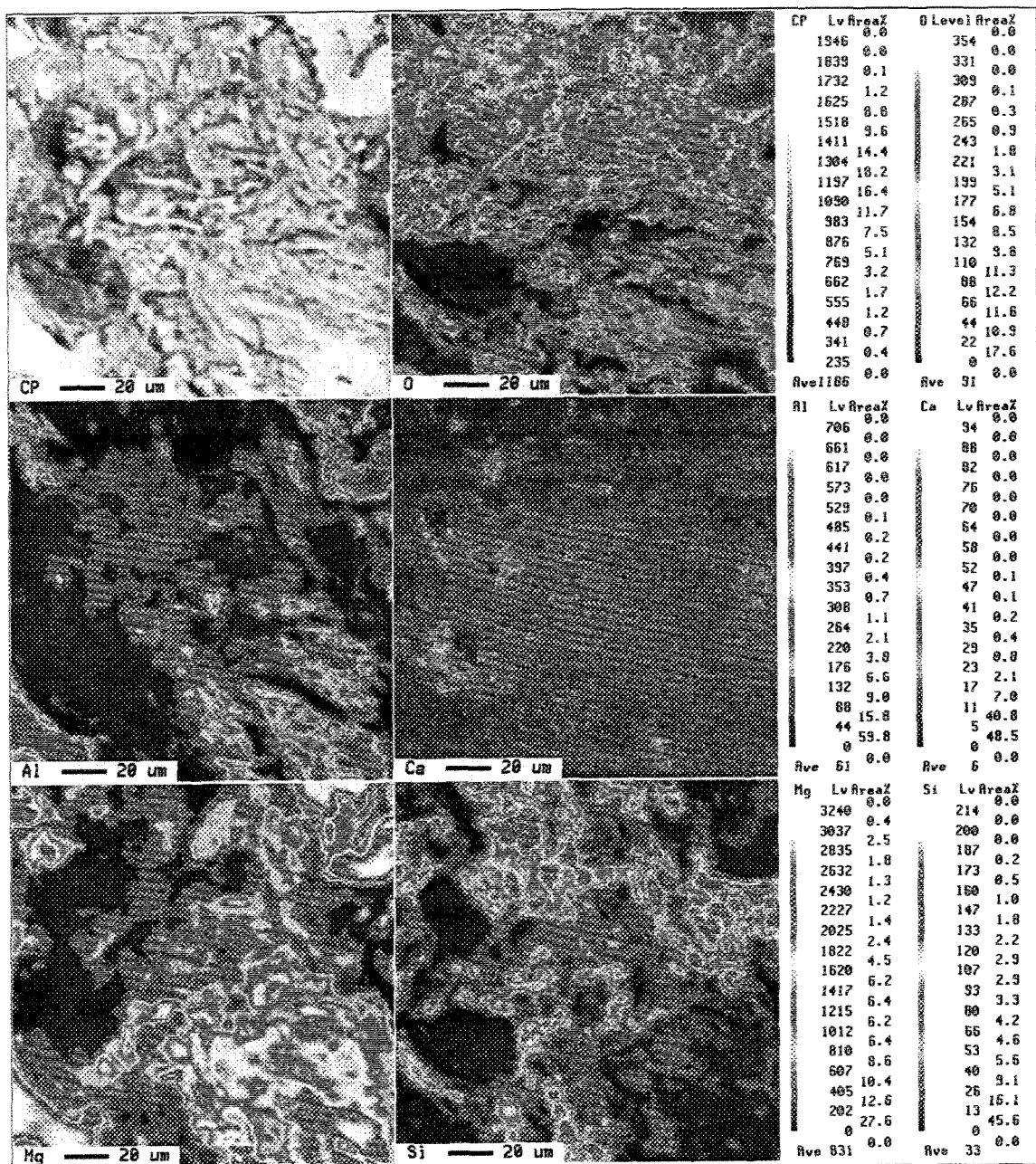


Figure 5.26 Distribution des éléments dans les particules de silice et de flux de l'échantillon AZ05-1.

CHAPITRE 6

ESSAIS DE TRACTION ET FRACTOGRAPHIE

CHAPITRE 6

ESSAIS DE TRACTION ET FRACTOGRAPHIE

6.1 Introduction

Le chapitre précédent traite de la composition chimique sur l'indice de « Brightimeter ». Deux hypothèses sont retenues pour expliquer ces variations. Premièrement, la modification de la composition chimique entraînerait une modification de la microstructure, ce qui aurait un lien direct avec l'indice de « Brightimeter »; deuxièmement, la modification de la composition chimique occasionnerait des changements dans les propriétés mécaniques, qui auraient à leur tour un impact sur le faciès de rupture et par le fait même sur l'indice de « Brightimeter ».

Des essais de traction ont été effectués sur un bon nombre d'éprouvettes de traction dans le but de déterminer les propriétés mécaniques de l'alliage Mg-Al-Zn de composition différente. Le tableau 6.1 montre les différentes compositions chimiques utilisées pour faire les barreaux de traction. Les compositions chimiques sont les mêmes que celles utilisées à la section 4.5.

Tableau 6.1 Compositions chimiques des alliages Mg-Al-Zn.

Alliage	Mg %	Al %	Zn %
4%	95,56	4,00	0,44
7%	92,22	7,00	0,78
9%	90,00	9,00	1,00
11%	87,78	11,00	1,22
14%	84,44	14,00	1,56

La mesure de l'indice de « Brightimeter » est faite sur une surface de rupture semblable à celle occasionnée par un essai de traction. Une fracture peut être nette, dans ce cas la fracture est dite fragile. À l'autre extrême, la fracture peut être plutôt ductile. La morphologie de la surface, dans les deux cas, est bien différente. Cette différence peut se répercuter sur les propriétés de réflexion de la lumière par la surface.

La morphologie de la phase Mg-Al-Zn varie en fonction des niveaux d'aluminium et de zinc. La micrographie permet de voir les changements morphologiques et de comprendre comment ils se font. De plus, les changements de la morphologie des particules de la phase Mg-Al-Zn modifient la surface de réflexion.

6.2 Essais de traction

Un essai de traction consiste à appliquer une force de traction sur un échantillon d'une section donnée, échantillon qui s'allonge de façon linéaire en fonction de la force appliquée. La déformation est élastique jusqu'à ce que l'échantillon atteigne la limite élastique. Au-delà de cette limite, la déformation est plastique ou permanente. Si l'on continue d'appliquer une force, l'éprouvette atteint un point limite de la contrainte (limite ultime); puis une réduction de la section (striction) apparaît, accompagnée par une

diminution de la contrainte. La rupture peut arriver à n'importe quel moment. Si elle survient dans la partie élastique, la rupture est dite fragile et l'allongement avant et après est le même. Par contre, si elle se présente dans la partie plastique, la rupture est dite ductile et l'allongement avant et après n'est pas le même. En effet, l'allongement à la rupture est donné par l'allongement à la rupture, moins celui à la limite élastique.

6.2.1 Résultats et discussion

Pour chaque composition chimique, une dizaine d'éprouvettes ont été produites et testées, telles que coulées et sans qu'aucun traitement thermique n'ait été réalisé. La procédure appliquée est celle expliquée à la section 3.8.2.3. La figure 6.1 montre des exemples de courbes de traction. La courbe 4% montre les résultats de l'essai de traction de l'éprouvette AZ38-T. La composition chimique de cet échantillon est de 4% d'aluminium. Cette courbe est caractéristique d'un matériau ductile. Comme, le taux d'éléments d'alliage est très bas pour cette composition, le métal se comporte quasiment comme du magnésium pur. La limite d'élasticité est relativement basse, mais l'allongement à la rupture est très élevé. La courbe 14%, quant à elle, montre plutôt les caractéristiques d'un matériau fragile. La rupture s'est produite tout juste après que l'échantillon ait atteint la limite d'élasticité. Nous remarquons également que cette limite est plus élevée que sur la courbe précédente. Ces deux courbes sont les extrêmes des compositions chimiques. La courbe 9% montre le cas de l'alliage commercial, soit le AZ91D. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux retrouvés dans la littérature, quoique les propriétés mécaniques dépendent fortement de la technique utilisée pour couler les éprouvettes de traction³⁰. Les courbes 7%, 9% et 11%

montrent des cas intermédiaires qui semblent suivre la tendance des autres courbes; ce ne sont cependant que quelques barreaux parmi tant d'autres.

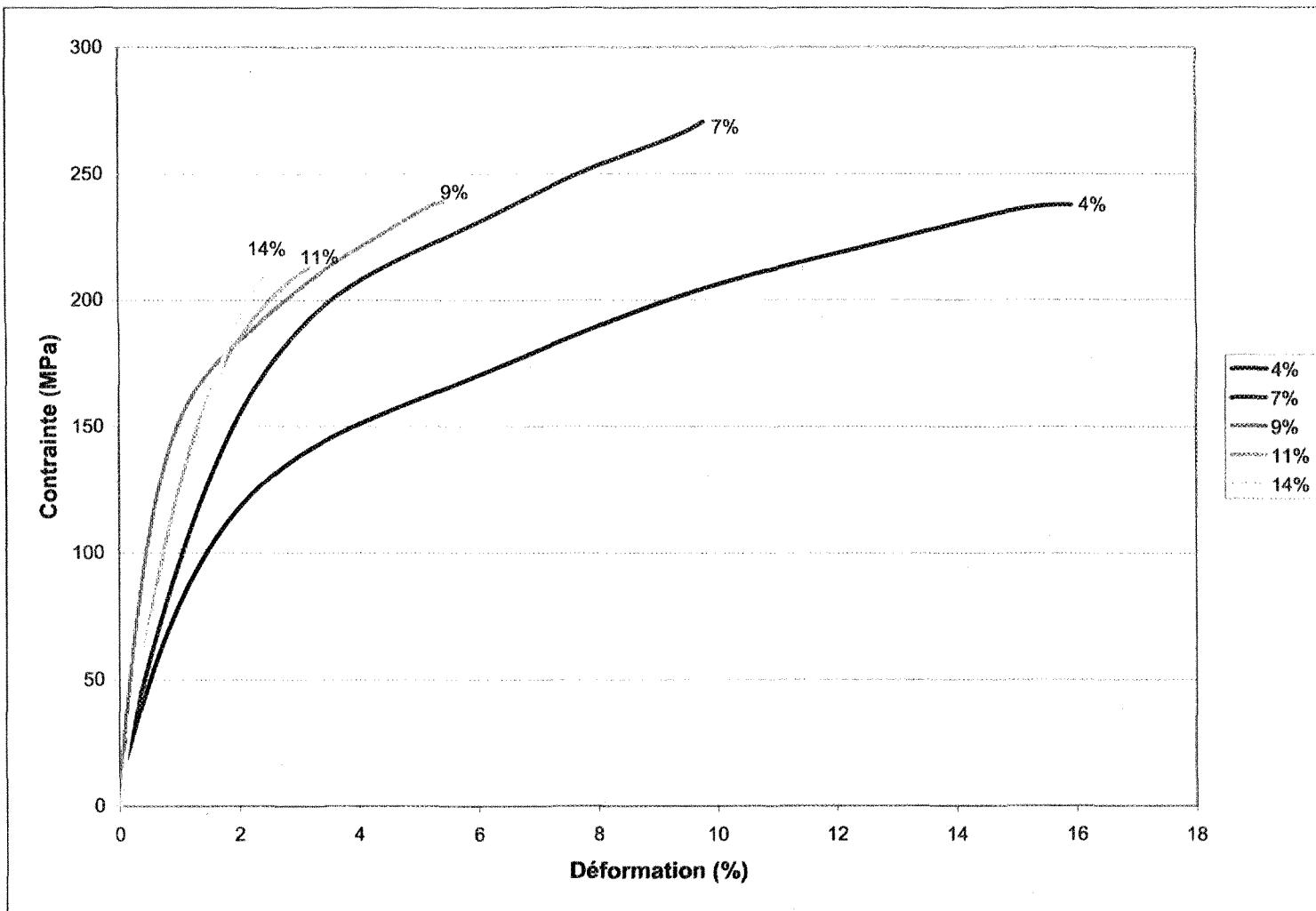


Figure 6.1 Courbes de traction des différents alliages.

La figure 6.2 montre le résumé des essais de traction pour chaque alliage. Les colonnes bleues représentent la limite élastique, les colonnes raisin représentent la limite ultime, tandis que les colonnes jaunes représentent le pourcentage de déformation.

Ce ne sont pas tous les échantillons testés qui sont utilisés pour les graphiques : certains d'entre eux comportaient des inclusions majeures sur la surface de rupture et, par le fait même, les rendaient non-représentatifs. Un minimum de six échantillons sera utilisé pour calculer la moyenne et l'écart type de la limite d'élasticité, la limite ultime et le pourcentage de déformation. Le tableau 6.2 montre ces valeurs calculées.

Sur tous les graphiques, les valeurs semblent relativement constantes. En effet, les écarts type représentés au tableau 6.2 sont relativement bas, à l'exception de quelque cas. La limite d'élasticité de l'alliage 4% est la plus basse, soit de 119,7 MPa; par contre, son écart type est relativement élevé en comparaison avec les autres alliages. Les limites élastiques des alliages 7%, 9% et 11% sont similaires, respectivement 135,4, 132,7 et 138,6. Les écarts types des mesures de ces alliages sont très basses : 3,8, 3,3 et 1,8 MPa respectivement. La limite d'élasticité de l'alliage 14% est, quant à elle, la plus élevée; en effet, sa valeur s'élève à 153,7 avec un écart type de 1,6 MPa, soit un pourcentage d'erreur d'environ un pour cent.

La limite ultime en traction varie selon le type de l'alliage. Cette variation n'est toutefois pas proportionnelle au pourcentage d'aluminium : la plus haute contrainte de rupture correspond à l'alliage 7% et la plus basse à l'alliage 11%. Cependant, l'écart type pour la limite ultime de l'alliage 7% est de 19,35 MPa, ce qui très élevé. Malgré cela, la limite ultime a tendance à décroître avec l'ajout d'aluminium et de zinc dans le métal. Les

raisons de ce comportement peuvent s'expliquer par l'étude de la microstructure des barreaux de traction.

À la figure 6.2, une diminution marquée du pourcentage de déformation accompagne l'augmentation d'aluminium et de zinc dans le métal. En effet, le pourcentage de déformation pour l'alliage 4% se situe tout près de seize pour cent, tandis que celui de l'alliage 14% est de moins de trois pour cent. La décroissance de l'allongement à la rupture semble être exponentielle dans le domaine des mesures prises. En deçà de 4% et au-delà de 14%, le comportement des éprouvettes est inconnu. Le comportement des écarts type est pratiquement le même que celui du pourcentage de déformation : pour l'alliage 14%, l'écart type est bas (un pour cent), tandis que pour l'alliage 7% il est très élevé (vingt-trois pour cent).

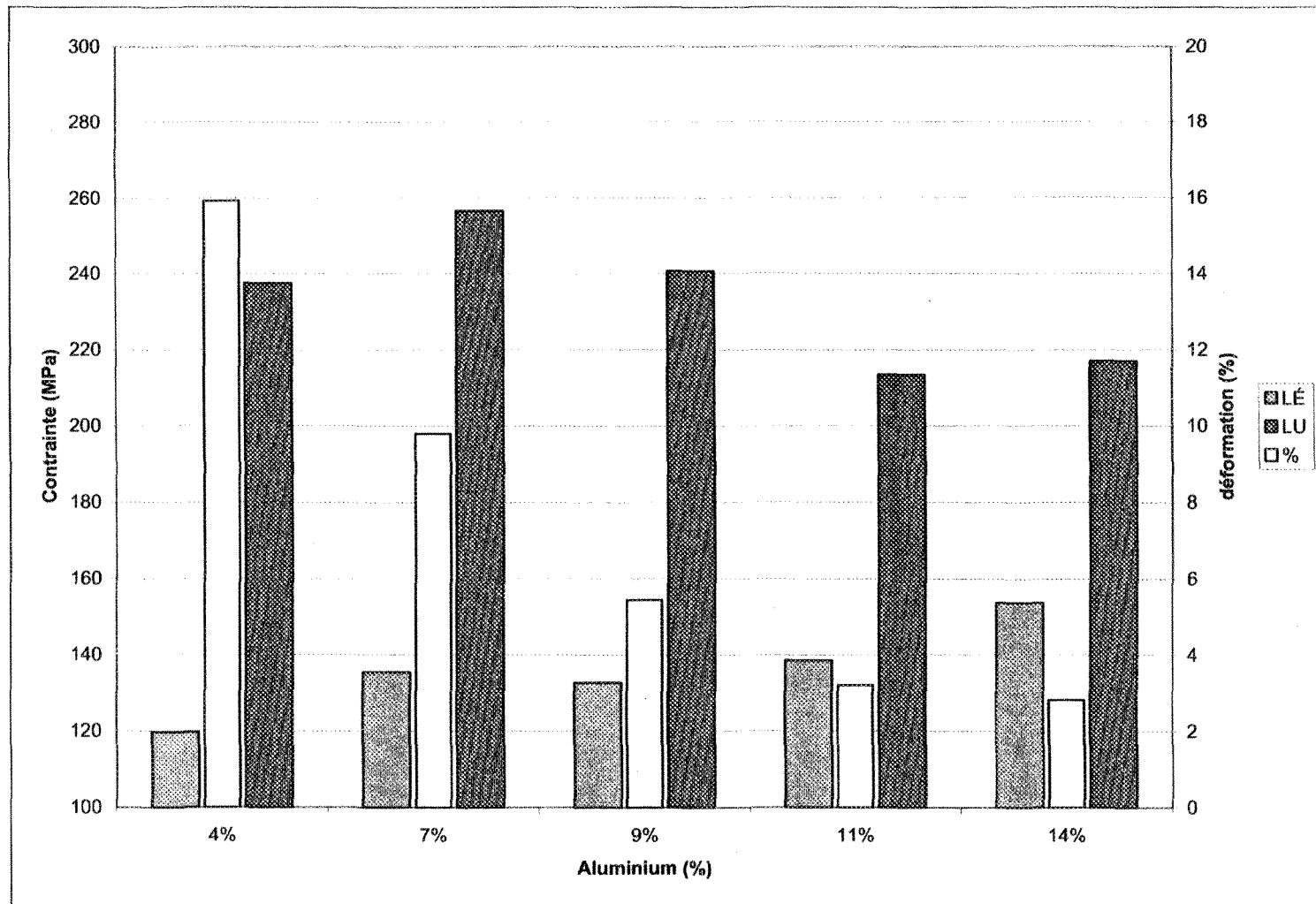


Figure 6.2 Limite d'élasticité, limite ultime et pourcentage de déformation pour tous les alliages.

Tableau 6.2 Synthèse des résultats de la traction.

Alliage	LÉ (MPa)		LU (MPa)		Déformation (%)	
	moyenne	Écart type	moyenne	Écart type	moyenne	Écart type
4%	119,7	20,6	237,5	7,3	15,9	1,9
7%	135,4	3,8	256,7	19,4	9,8	2,3
9%	132,7	3,3	240,7	6,2	5,4	0,8
11%	138,6	1,8	213,5	0,2	3,2	0,1
14%	153,7	1,6	217,0	10,3	2,8	0,1

6.3 Microstructure

Dans le but de voir et de comprendre ce qui gère les comportements mécaniques constatés par les essais de traction, nous avons analysé la microstructure de certains échantillons de chaque alliage. Étant donné la couleur presque identique à celle de la matrice de magnésium, un microscope optique ne peut être utilisé pour prendre les mesures et les photographies. C'est pourquoi le microscope à microsondes électroniques a été utilisé.

6.3.1 Phases Mn-Al et Mg-Al-Zn

Les barreaux de traction ayant été faits à partir de métal propre, il est très peu probable que des inclusions se soient glissées à l'intérieur de la microstructure et aient altérés les propriétés mécaniques. Pour cette raison, les seuls éléments microstructuraux sont la matrice de magnésium et les phases Mg-Al-Zn et Mn-Al. L'alliage AZ91D contient une certaine quantité de manganèse. Cette quantité varie de 0,17 à 0,50 selon le producteur. Le manganèse présent est suffisamment abondant pour former la phase Mn-Al. Nous savons également que seuls l'aluminium et le zinc ont été ajoutés pour former les alliages 11% et 14%, ainsi le pourcentage de manganèse présent dans ces alliages est pratiquement

toujours le même. En revanche, le pourcentage de manganèse des alliages 4% et 7% devrait être inférieur puisque les alliages ont été produits à partir d'une dilution de l'alliage de base AZ91D avec du magnésium pur. En effet, l'analyse de la microstructure des alliages montre que la surface occupée par les particules de la phase Mn-Al est sensiblement la même : environ 0,2 à 0,3⁸ pour cent pour les alliages 9% et plus, et moins est de 0,1 à 0,3 pour les alliages 7%. De plus, l'analyse chimique (tableau 6.3) confirme les résultats obtenus.

Tableau 6.3 Niveaux de manganèse dans les alliages.

4%	7%	9%	11%	14%
0,13%	0,20%	0,26%	0,27%	0,27%

Puisque la morphologie des particules de la phase Mn-Al et leur nombre ne varient pas⁶⁴, le seul élément microstructural qui peut modifier les propriétés mécaniques des alliages est la phase Mg-Al-Zn. Puisque le niveau de zinc varie dans nos alliages, il serait en effet logique que ce soit lui qui cause ces modifications.

La quantité d'aluminium et de zinc présente dans les alliages AZ modifie la microstructure du métal, principalement, en changeant la taille et la morphologie des particules de la phase de Mg-Al-Zn. Cependant, le lien entre la quantité d'aluminium et la phase Mg-Al-Zn n'est pas direct, dans la mesure où les particules de la phase ne sont pas les plus petites lorsque le niveau d'aluminium atteint zéro pour cent. D'autres facteurs sont à considérer : par exemple, la limite de solubilité. Le magnésium liquide ne peut dissoudre qu'une petite partie de l'aluminium ajouté. Si la quantité d'aluminium additionnée est

inférieure à la limite de solubilité du magnésium à la température eutectique, alors l'aluminium sera en solution solide dans le magnésium. Lors du refroidissement, la limite de solubilité diminue; il est donc possible, si la quantité d'aluminium est suffisante, que l'aluminium se précipite et forme une phase intermétallique. Toutefois, le taux de refroidissement peut être trop élevé pour permettre aux précipités de se former adéquatement; alors l'aluminium devient prisonnier du magnésium et forme avec lui la matrice du métal. Le zinc, quant à lui, est dissout dans l'aluminium car sa solubilité dans le magnésium est très faible, par rapport à celle dans l'aluminium.

L'alliage 4% est l'un de ceux dans lesquels la phase Mg-Al-Zn sont absentes, seules la phase Mn-Al s'est formée. La figure 6.3 montre la microstructure d'un échantillon provenant de l'alliage 4%. La phase Mg-Al-Zn y sont absentes; en revanche, la phase Mn-Al⁴⁴ sont présentes. Cette figure ressemble à s'y méprendre à une microstructure de l'alliage AM50A. À l'aide d'une cartographie des éléments aux rayons X, la distribution des éléments sur la surface de balayage est obtenue. La figure 6.9 montre la distribution du zinc. La distribution sur la surface est assez homogène, i.e. il n'y a aucune agglomération de l'élément suggérant la présence d'une phase comme c'est le cas pour le manganèse, ramassé en petites grappes (figure 6.10).

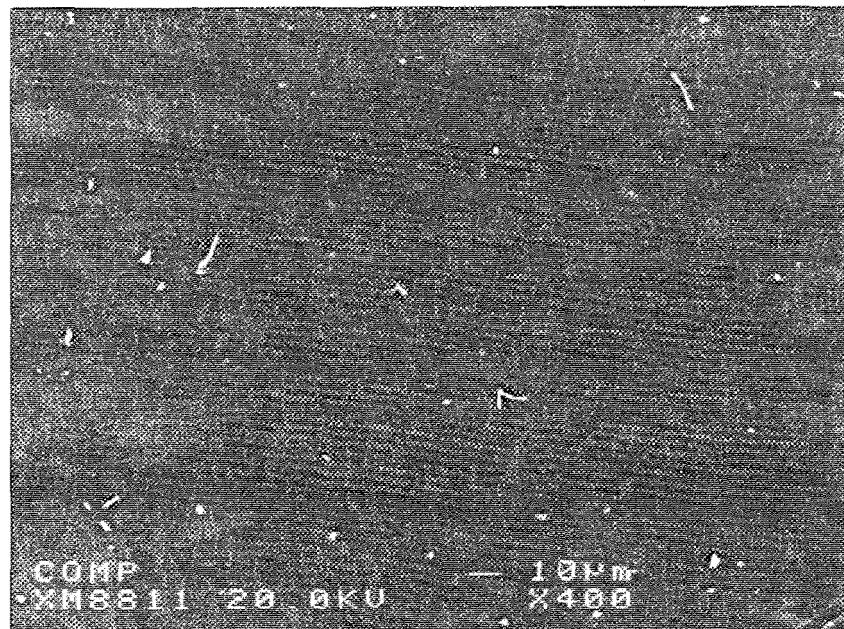


Figure 6.3 Microstructure de l'alliage 4%.

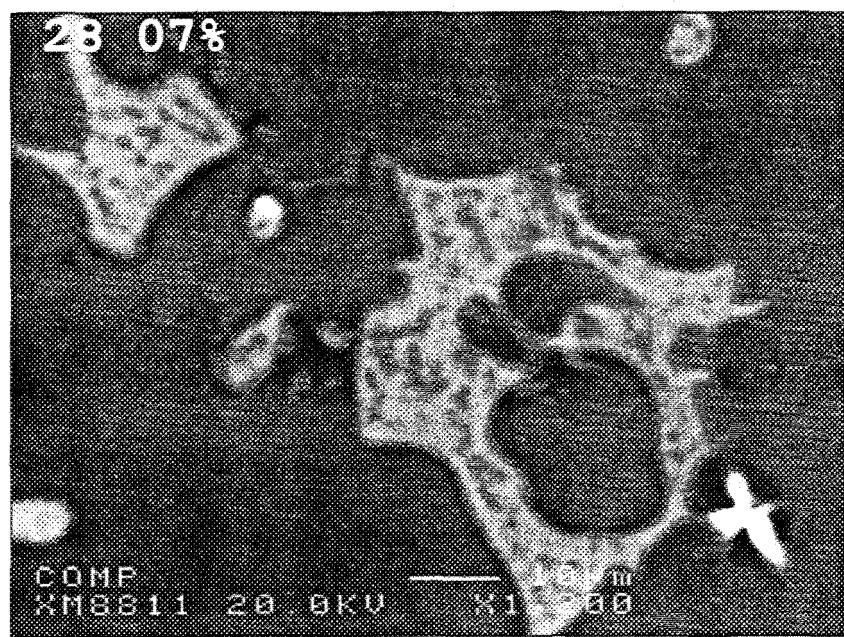


Figure 6.4 Particule de la phase Mg-Al-Zn dans l'alliage 7%.

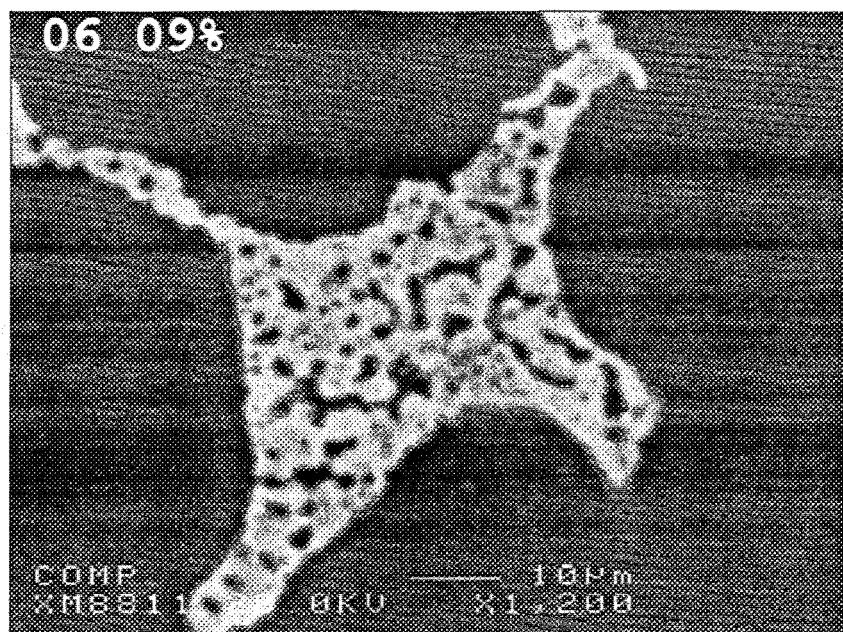


Figure 6.5 Particule de la phase Mg-Al-Zn dans l'alliage 9%.

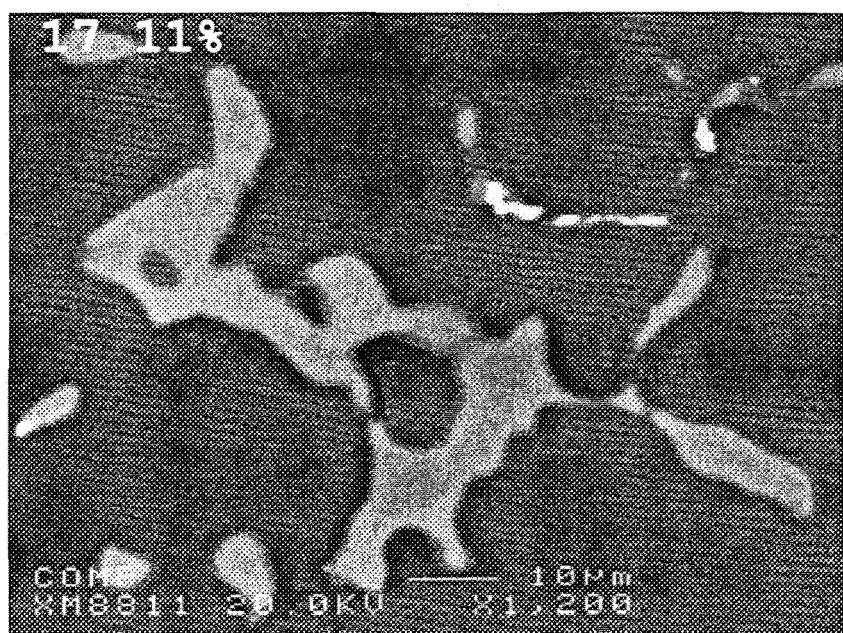


Figure 6.6 Particule de la phase Mg-Al-Zn dans l'alliage 11%.

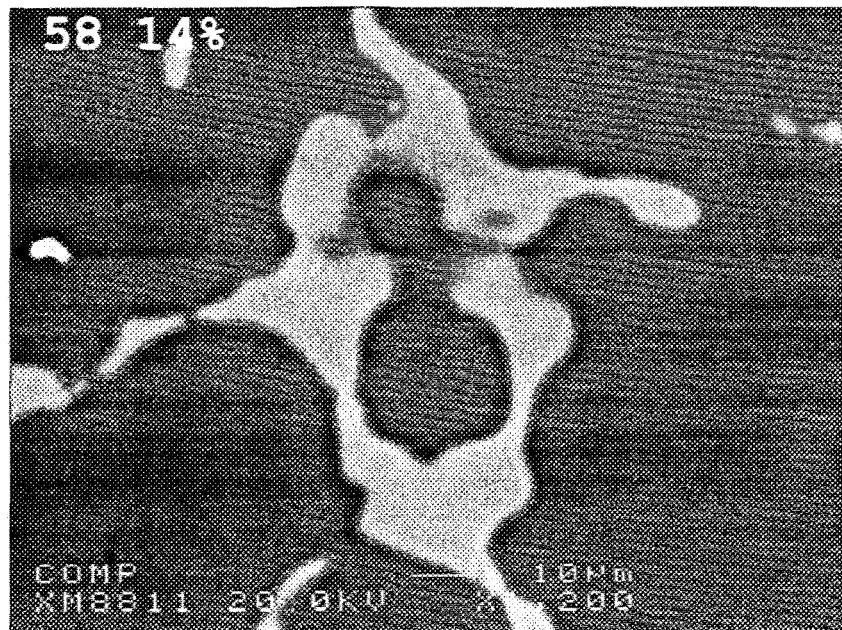


Figure 6.7 Particule de la phase Mg-Al-Zn dans l'alliage 14%.

Les particules de la phase Mg-Al-Zn sont particulièrement intéressantes dans la morphologie, c'est pourquoi l'alliage 4% n'est pas inclus dans les analyses subséquentes, vu l'absence de cette phase dans cet alliage.

L'analyse d'images donne l'information sur la fraction surfacique; cependant aucune information quant à la morphologie, la taille et la distribution des particules de la phase Mg-Al-Zn n'est obtenue. Une série de photographies prises par un microscope électronique à balayage montre très bien ces éléments.

Sur les figures 6.4, 6.6 et 6.7, nous remarquons de petites taches claires : ce sont les particules de la phase Mn-Al. La phase Mg-Al-Zn est en gris. La figure 6.4 représente les particules de la phase Mg-Al-Zn de l'alliage 7%. Il y a plusieurs particules de taille et de forme diverses. L'alliage 7% est celui dont l'écart type est le plus grand, ce qui correspond à la variation de la taille des particules de la phase le montre bien. De plus, la particule ne

forme pas un bloc compact; à l'intérieur même de cette particule, il y a une ségrégation de l'intermétallique. La particule est entrecoupée par la matrice de magnésium. C'est sa forme eutectique.

Ce phénomène est plus clair sur la figure 6.5. Dans ce cas, les particules sont regroupées et forment des blocs, ce qui explique l'homogénéité des particules de la phase dans l'échantillon. Leur concentration sur toute la surface est également plus élevée.

Les figures 6.6 et 6.7 ne montrent plus cette caractéristique, car la morphologie des particules de la phase Mg-Al-Zn a changé avec l'ajout d'aluminium. Les particules forment alors des blocs massifs. La distribution des particules sur la surface de l'échantillon n'a toutefois guère changé, de même que la taille : elles ne diffèrent que par une infime valeur. Seule leur densité a changé.

La figure 6.8 montre la fraction surfacique occupée par la phase Mg-Al-Zn pour chaque alliage. En tout, quinze champs par échantillon ont été mesurés par un analyseur d'images, à un grossissement de trois cent cinquante. La moyenne est représentée par la colonne bleue et l'écart type, par la colonne raisin. La fraction qu'occupe la phase Mg-Al-Zn sur la surface augmente proportionnellement à la concentration d'aluminium. L'alliage 7% comporte le moins de particules de la phase Mg-Al-Zn, tandis que l'alliage 14% en compte le plus. L'écart type représente l'homogénéité de la surface analysée. En effet, la distribution des particules sur la surface n'est pas homogène, pour l'alliage 7% : certains secteurs de l'échantillon sont plus riches en particules de la phase Mg-Al-Zn que d'autres. Par contre, pour l'alliage 9%, l'homogénéité est à son plus haut niveau car l'écart type pour cet alliage n'est que de 0,4. C'est une des raisons pour lesquelles l'alliage

commercial aluminium-zinc le plus utilisé contient 9% d'aluminium. Les écarts type des alliages 11% et 14% sont respectivement 0,9 et 1,1. Ils sont légèrement plus élevés que celui de l'alliage 9% mais beaucoup moins que celui de l'alliage 7%, qui est de 1,4 avec une moyenne de 3,3.

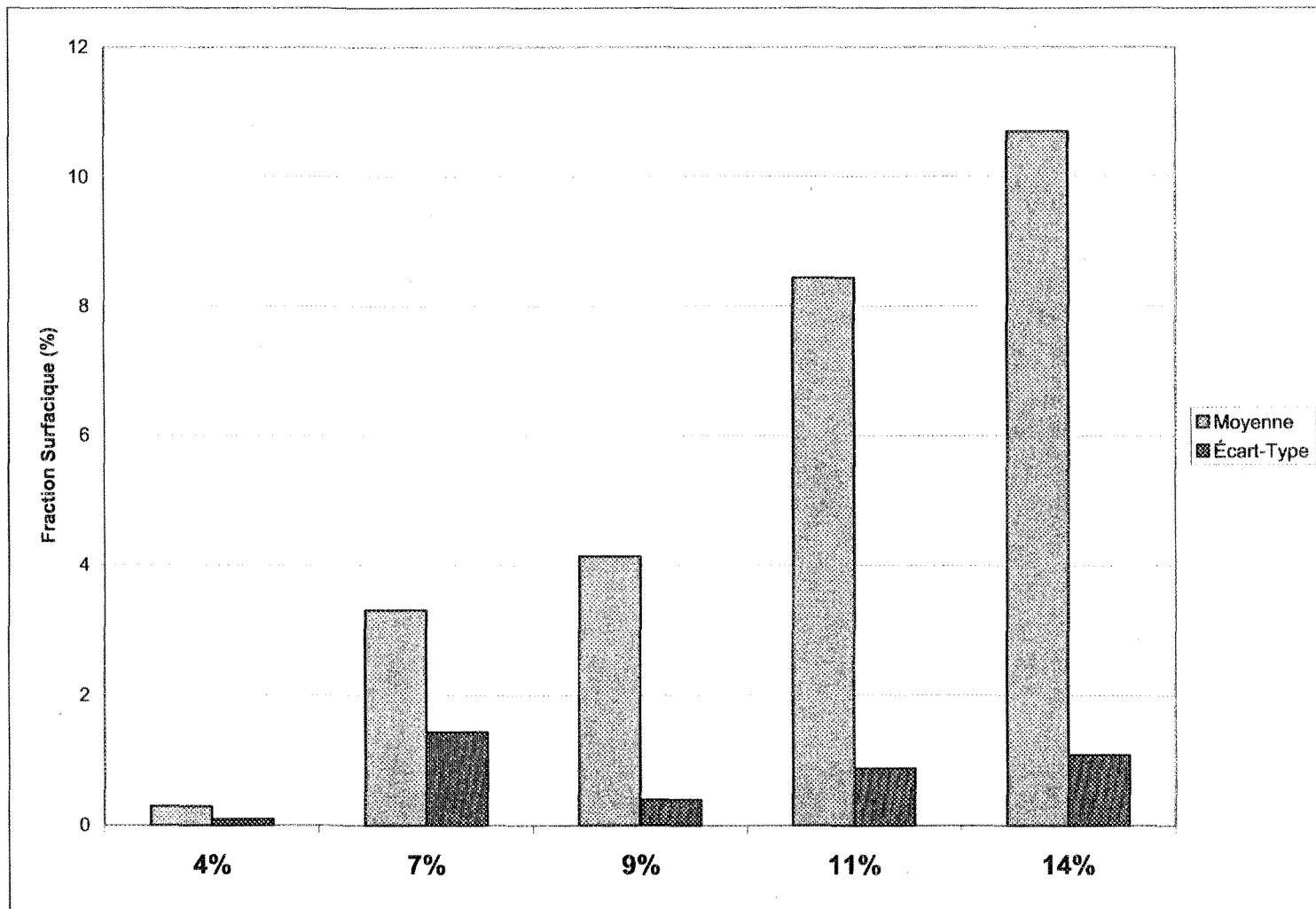


Figure 6.8 Distribution de la taille des particules de la phase Mg-Al-Zn pour chaque alliage.

6.3.1.1 Distribution des éléments

Contrairement à l'alliage 4%, dans lequel l'aluminium et le zinc étaient en solution solide dans la matrice, dans les autres alliages ces éléments ont formé la phase Mg-Al-Zn. La cartographie peut aisément montrer la composition de la phase Mg-Al-Zn. Elle présente la distribution des éléments sur une surface. Ainsi les cartes de l'aluminium, du zinc et du manganèse présentent l'arrangement de ces éléments dans l'alliage.

Les figures 6.11 à 6.14 ont toutes une caractéristique commune : les éléments sont en solution solide dans la matrice. Effectivement, la même quantité d'aluminium et de zinc soluble dans le magnésium que pour l'alliage 4% se retrouve dans les autres alliages. Sur les cartes de l'aluminium et du zinc, la grande partie bleue représente les atomes en solution solide dans la matrice de magnésium.

Un autre point commun est la présence de particules de la phase Mn-Al. Les cartes du manganèse montrent pour chaque alliage la présence d'atomes agglomérés en petits blocs. Des atomes de manganèse existent aussi en solution solide dans la matrice de magnésium; mais la concentration est cependant très faible.

La figure 6.11 représente la distribution des atomes dans l'alliage 7%. C'est dans cet alliage que les particules de la phase Mg-Al-Zn sont les plus petites. Les cartes de l'aluminium et du zinc montrent clairement l'emplacement des particules de cette phase. Elles sont désignées par les taches vertes visibles sur les deux cartes. Les quelques points jaunes et rouges de la carte du zinc et de l'aluminium représentent des régions un peu plus riches de ces atomes. Ces zones riches ont tendance à se retrouver dans le centre des

particules, comme s'il y avait un gradient croissant de la concentration des atomes d'aluminium et de zinc.

La figure 6.12 représente l'alliage commercial, le 9%. La présence des particules de la phase Mg-Al-Zn y est accentuée. Leur taille est sensiblement la même. Les endroits où sont visibles des trous dans les particules correspondent à des zones moins riches en aluminium et en zinc, les cartes de ces éléments le démontrent facilement.

La concentration des éléments à l'intérieur des particules de l'alliage 7% suit un gradient; les démarcations ne sont toutefois pas très définies. Or, ce gradient de concentration est plus clair pour les alliages 11% et 14%, aux figures 6.13 et 6.14. La phase Mg-Al-Zn est formée par le rejet des atomes devenus non-solubles dans la matrice de magnésium. À mesure que la matrice se solidifie, de plus en plus d'atomes d'aluminium et de zinc sont rejetés. Les atomes confinés se solidifient à leur tour et forment la phase Mg-Al-Zn.

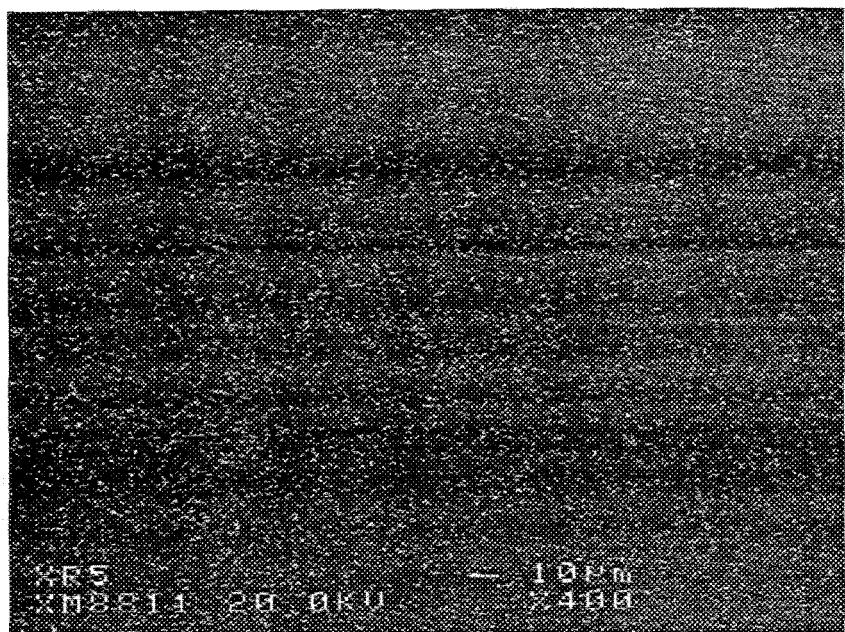


Figure 6.9 Distribution du zinc dans l'alliage 4%.

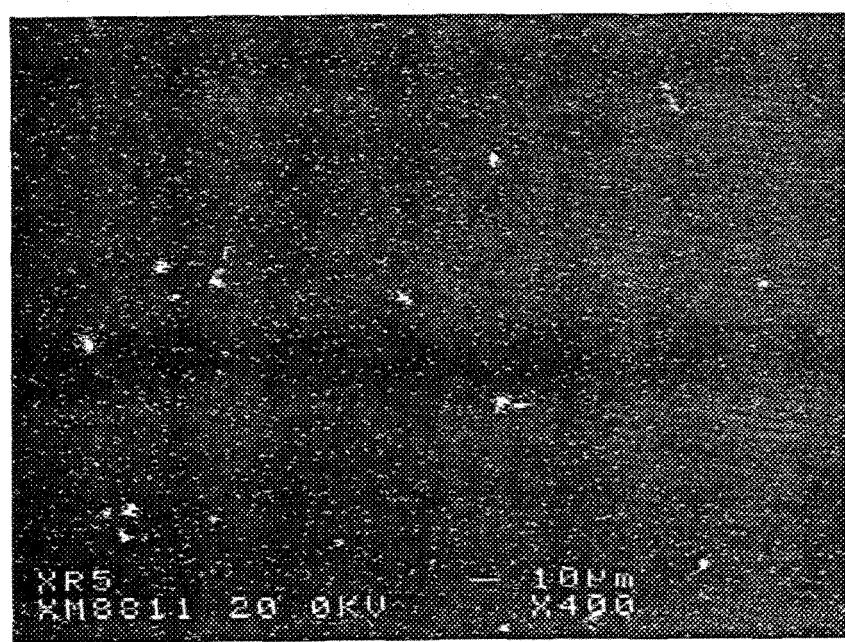


Figure 6.10 Distribution du manganèse dans l'alliage 4%.

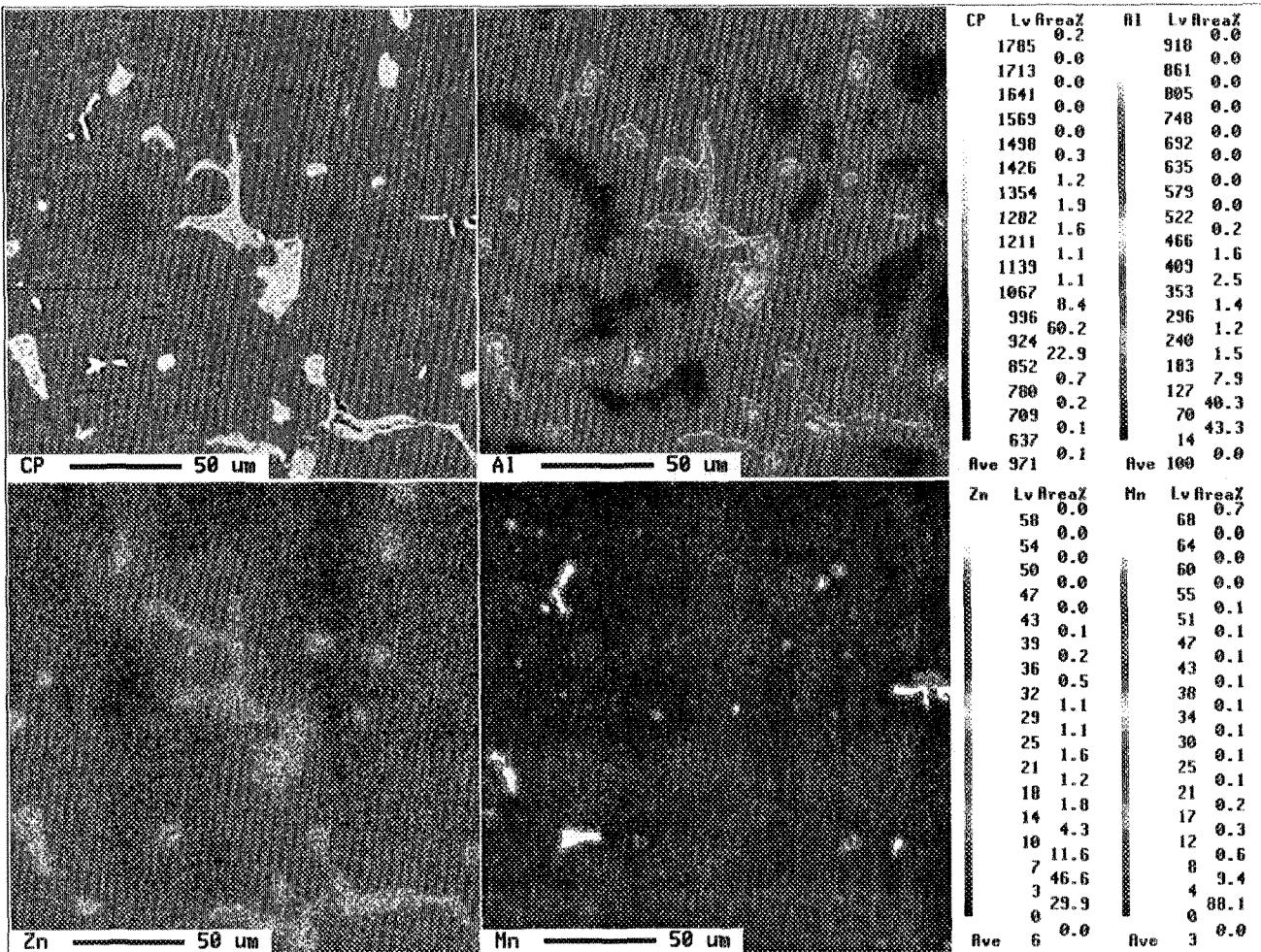


Figure 6.11 Distribution des éléments dans les particules de la phase Mg-Al-Zn de l'alliage 7%.

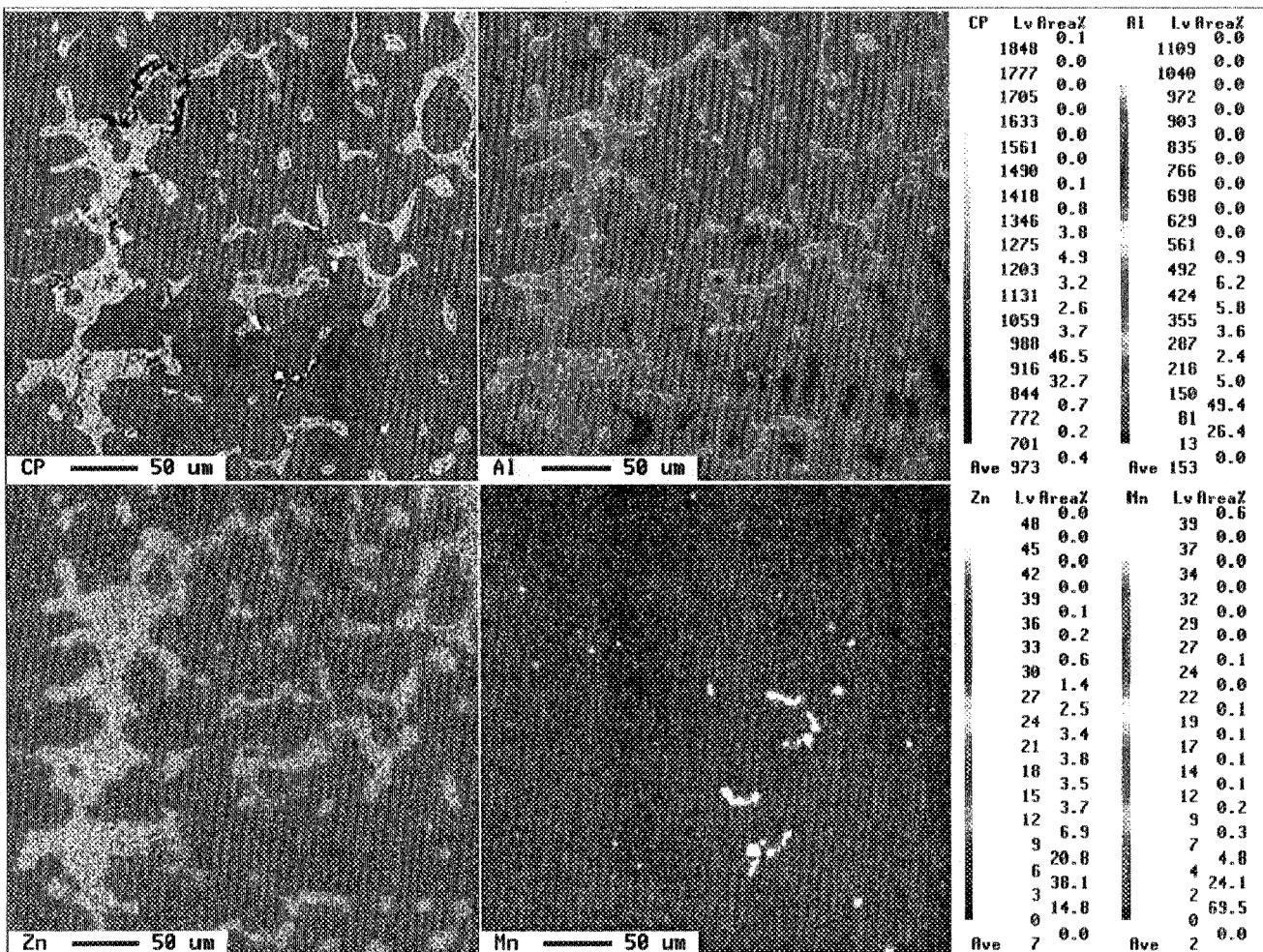


Figure 6.12 Distribution des éléments dans les particules de la phase Mg-Al-Zn de l'alliage 9%.

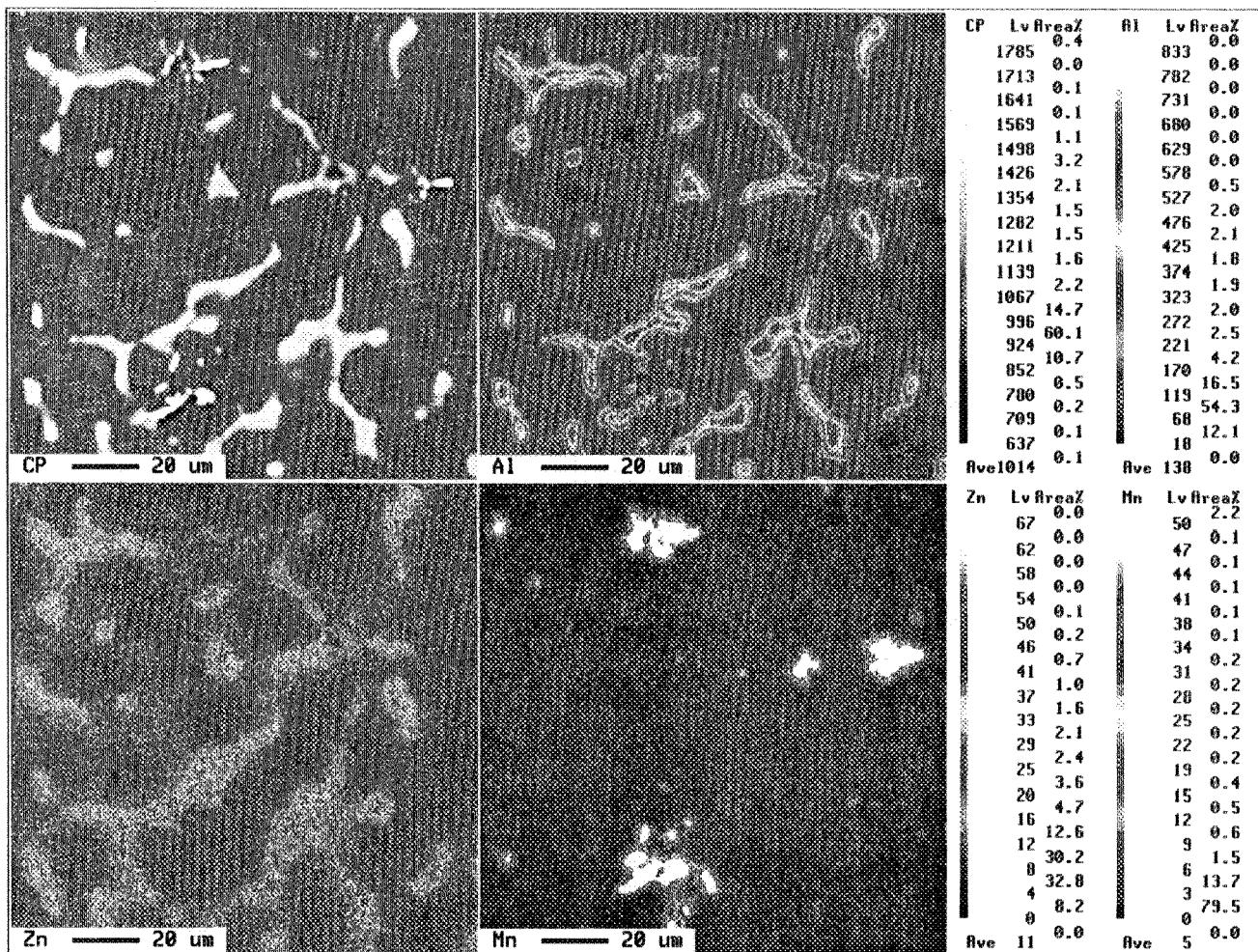


Figure 6.13 Distribution des éléments dans les particules de la phase Mg-Al-Zn de l'alliage 11%.

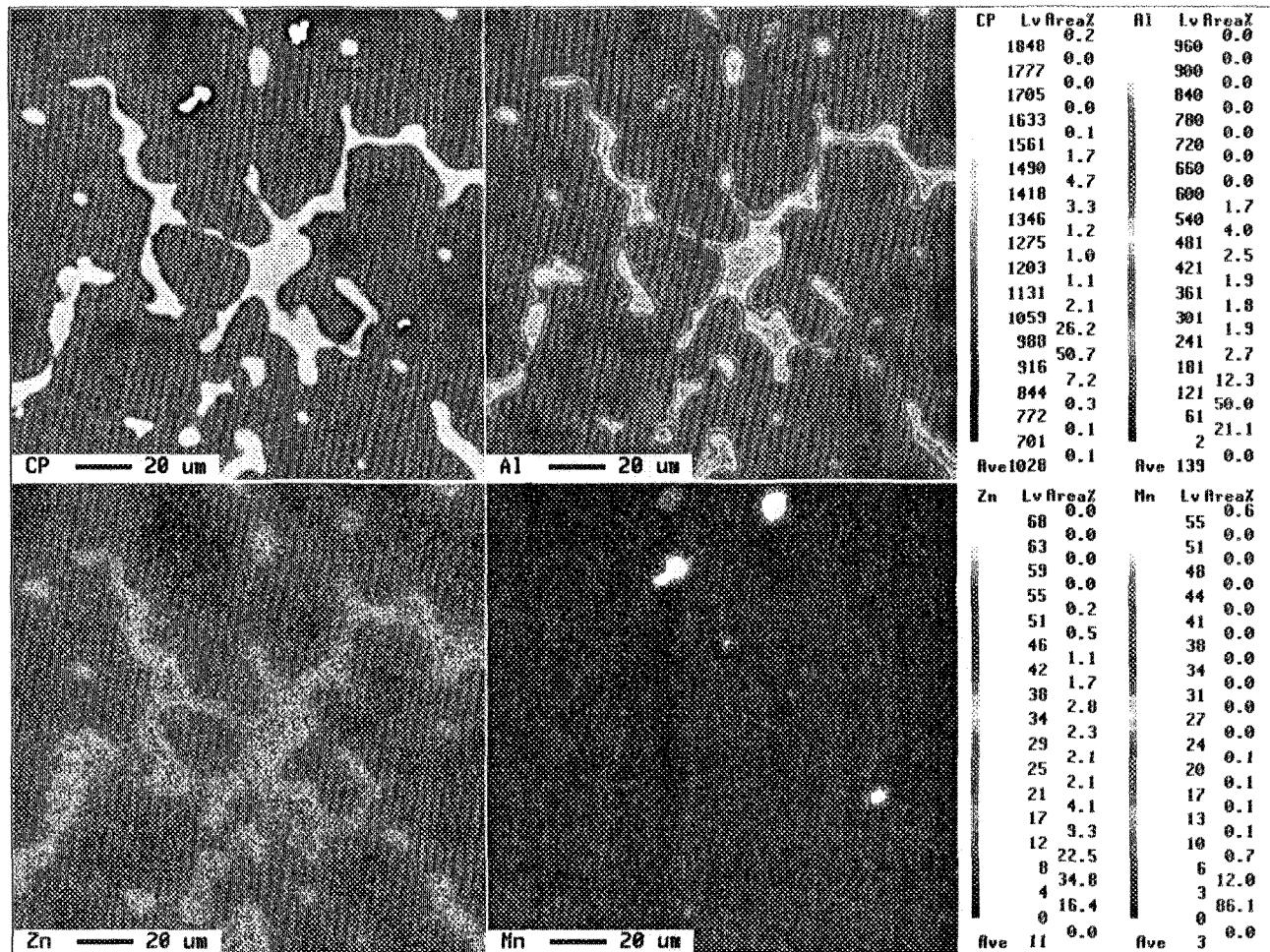


Figure 6.14 Distribution des éléments dans les particules de la phase Mg-Al-Zn de l'alliage 14%.

6.3.2 Relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques

L'addition d'éléments d'alliage rend difficile, voire même impossible, le mouvement des dislocations dans le réseau cristallin. La déformation plastique débute quand la limite d'élasticité est atteinte, c'est-à-dire quand les dislocations commencent à se mettre en mouvement sous l'action de la contrainte appliquée. Ainsi, si le mouvement des dislocations se fait plus difficilement dans un cristal (i.e. s'il faut appliquer pour cela une contrainte plus grande), sa limite d'élasticité et sa résistance à la traction augmentent. La présence de défauts dans le cristal (atomes étrangers, précipité, seconde phase, joints de grains ou dislocations) entraîne toujours, localement, la formation de champs de contrainte et de déformation, c'est-à-dire des zones dont l'énergie est élevée. Pour se déplacer, les dislocations doivent éviter ou traverser ces zones, ce qui requiert l'application d'une force supérieure. Parfois même, les dislocations sont piégées par les défauts; leur mouvement (et par conséquent la déformation plastique) devient alors très difficile, voire impossible. Ainsi une augmentation de la limite d'élasticité et de la limite ultime entraîne en général une diminution de la ductilité et de la ténacité de l'alliage.

L'ajout d'aluminium explique clairement les raisons de la perte de ductilité de nos alliages. Il justifie également l'augmentation légère de la limite élastique. Cependant, la limite ultime aurait dû augmenter en même temps que la limite élastique, mais il n'en est rien. Les barreaux utilisés pour faire les essais de traction sont de type « tel que coulé », i.e. ils n'ont subi aucune mise en solution ou aucun traitement de durcissement qui aurait pu modifier la microstructure des échantillons. Dans ce cas, l'ajout d'aluminium dans le métal n'a d'effet que sur la ductilité. Le taux de durcissement est trop faible pour avoir des effets

visibles. Il est à noter que la courbe de traction de l'alliage 7% contient toutes les autres courbes des autres alliages. Par exemple, la courbe de l'alliage 9% est semblable à une partie de celle de l'alliage 7%.

6.4 Fractographie

Maintenant, voyons comment l'ajout d'aluminium se répercute sur la morphologie de la fracture des échantillons.

La figure 6.15 montre la fracture d'un échantillon de l'alliage 4%. Nous voyons la topographie de la surface de rupture. La figure 6.16 montre les différents constituants de la surface de rupture. L'alliage 4% ne comportait aucune particule de la phase Mg-Al-Zn; le seul élément microstructural présent était de petites particules de la phase Mn-Al correspondant aux points clairs de la figure 6.16. L'alliage se comporte comme le magnésium pur : il est très ductile, sa fracture le montre bien. Sur la figure 6.15 la forme caractéristique de la fracture ductile apparaît, en anglais « cup and cone ». La topographie ressemble à de petites coupes et à de petits cônes, comme si le métal avait été étiré et déformé. Des dépressions dans la microstructure, appelées « fossettes », sont produites par l'émergence de microporosité aux endroits de haute déformation plastique. Sous une contrainte grandissante, les micropores croissent, coalescent, jusqu'à ce que la rupture se produise. Nous remarquons également l'absence de plan de clivage.

La marche entre la fracture ductile et la fracture fragile est très grande, i.e. qu'il y a une zone de transition entre les deux types de fractures. Dans un échantillon sous contrainte, plusieurs mécanismes de fractures peuvent se produire, qui dépendent des

propriétés locales du spécimen. La figure 6.17 (alliage 7%) montre cet état intermédiaire. Certaines zones ont la forme de fossettes, tandis que d'autres ont la forme de clivages. La figure 6.18 montre que les zones de fractures ductiles correspondent à la matrice de magnésium et les zones de fractures fragiles correspondent à la phase Mg-Al-Zn. La matrice est essentiellement constituée de magnésium pur et, comme pour le magnésium pur, cette matrice a les mêmes propriétés mécaniques, par exemple une grande ductilité. La phase Mg-Al-Zn, quant à elle, est constituée d'un mélange de magnésium, d'aluminium et de zinc, ce qui lui confère des propriétés mécaniques différentes, notamment une grande résistance à la traction. Donc, selon la composition chimique locale, le type de fracture peut être différent.

Lorsque la ductilité du métal est fortement réduite, les fractures résultant de la traction sont fragiles. Essentiellement, une fracture fragile est une propagation très rapide des fissures à travers un échantillon sous contrainte. Normalement, les fissures se propagent tellement vite que le moment où l'éprouvette se brise ne peut être prévu. Il y a une légère déformation plastique avant que la rupture se produise. Dans une fracture fragile, les fissures se propagent perpendiculairement à la contrainte appliquée, ce qui laisse une surface relativement plate à la rupture. La figure 6.19 montre ces surfaces lisses, appelées clivages. Les clivages sont typiques des fractures fragiles.

Une fracture fragile peut être trans-granulaire ou intergranulaire. Dans la fracture trans-granulaire, la fracture se déplace au travers des grains de l'échantillon. La fracture change de direction d'un grain à l'autre en raison des différentes orientations du treillis d'atomes de chaque grain. Lorsque la fissure rejoint un nouveau grain, elle doit trouver un

nouveau chemin ou plan d'atomes pour se déplacer. Une fissure prend toujours le chemin de moindre résistance : un changement de direction demande moins d'énergie que de passer au travers d'un plan d'atomes.

Dans la fracture intergranulaire, la fissure se déplace le long des joints de grains. Ce type de fracture se produit normalement quand la phase dans le joint de grains est faible et fragile. Pour mieux visualiser la différence entre les deux, nous pouvons imaginer que l'échantillon est un casse-tête en trois dimensions dont chaque pièce représente un grain. La fracture trans-granulaire passe à travers les pièces du casse-tête, tandis que la fracture intergranulaire voyage le long des pièces. Les figures 6.19, 6.21 et 6.23 montrent des exemples de fracture fragile trans-granulaire.

L'alliage 4% donne une fracture ductile. À mesure que la concentration d'aluminium augmente, les fractures passent de ductiles à fragiles comme pour les alliages 9%, 11% et 14%. L'alliage 7% est dans une zone de transition, où les deux types de fracture peuvent se produire.

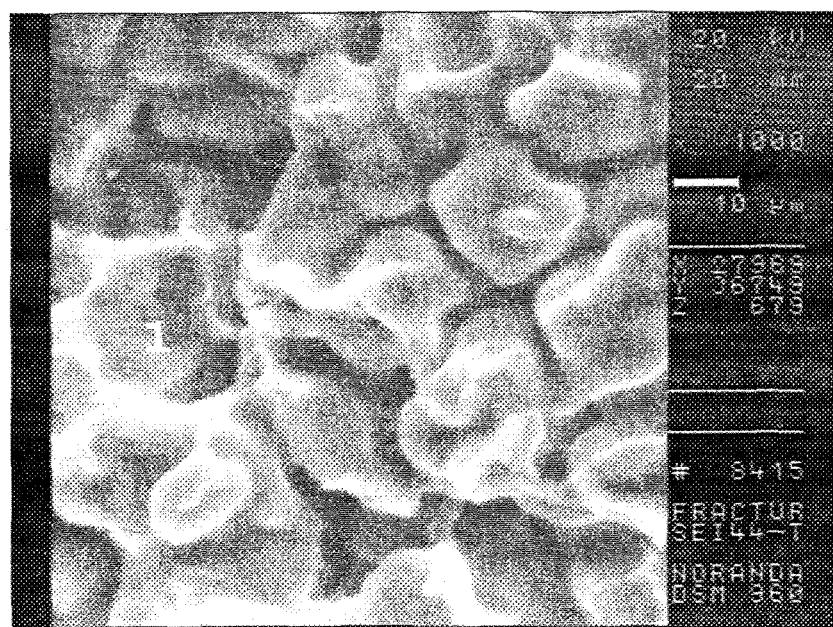


Figure 6.15 Fractographie de l'échantillon AZ38-T (alliage 4%) en faisceau secondaire, présence 1) d'une fossette.

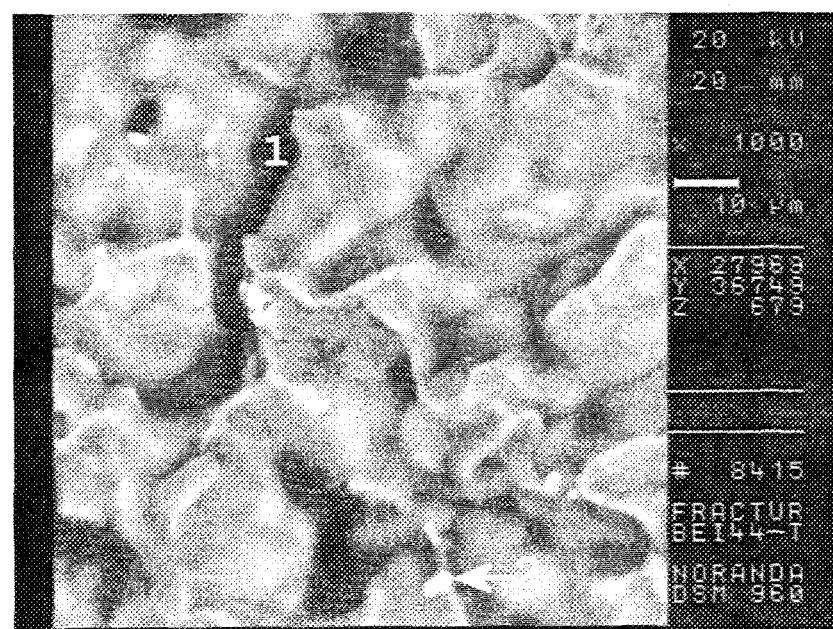


Figure 6.16 Fractographie de l'échantillon AZ38-T (alliage 4%) en électron rétrodiffusé, présence 1) d'une fissure secondaire et 2) d'une particule de la phase Mn-Al.

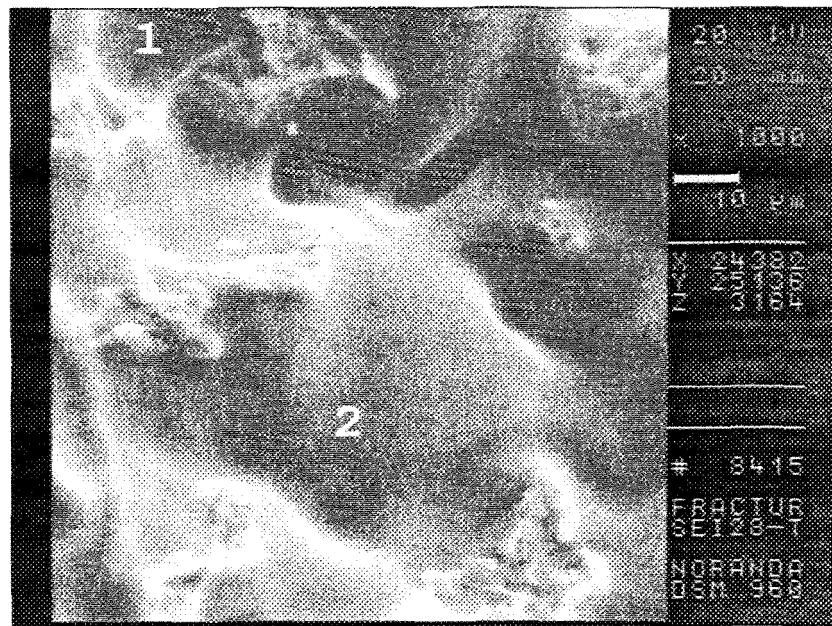


Figure 6.17 Fractographie de l'échantillon AZ28-T (alliage 7%) en faisceau secondaire, présence 1) d'une fossette et 2) d'une large fossette.

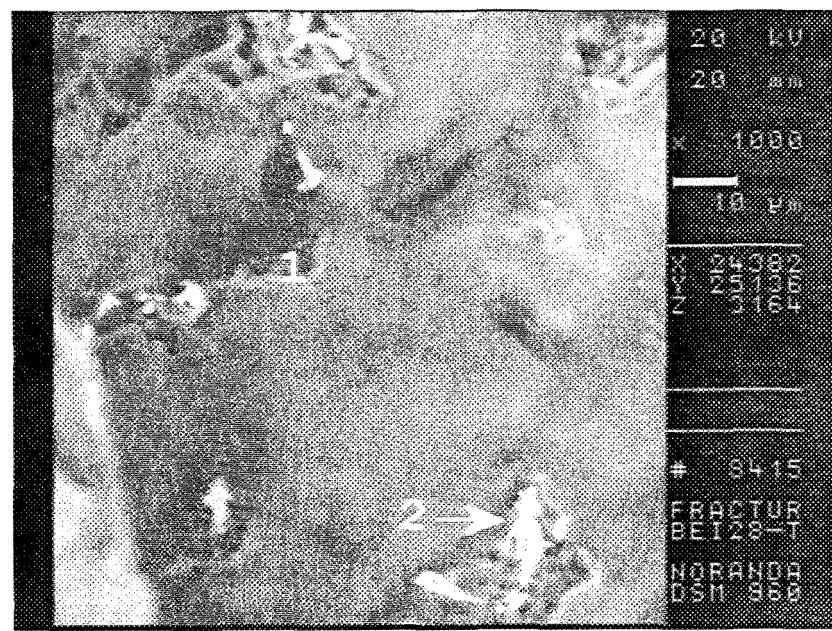


Figure 6.18 Fractographie de l'échantillon AZ28-T (alliage 7%) en électron rétrodiffusé, présence 1) d'une particule de la phase Mg-Al-Zn et 2) d'une particule de la phase Mn-Al.

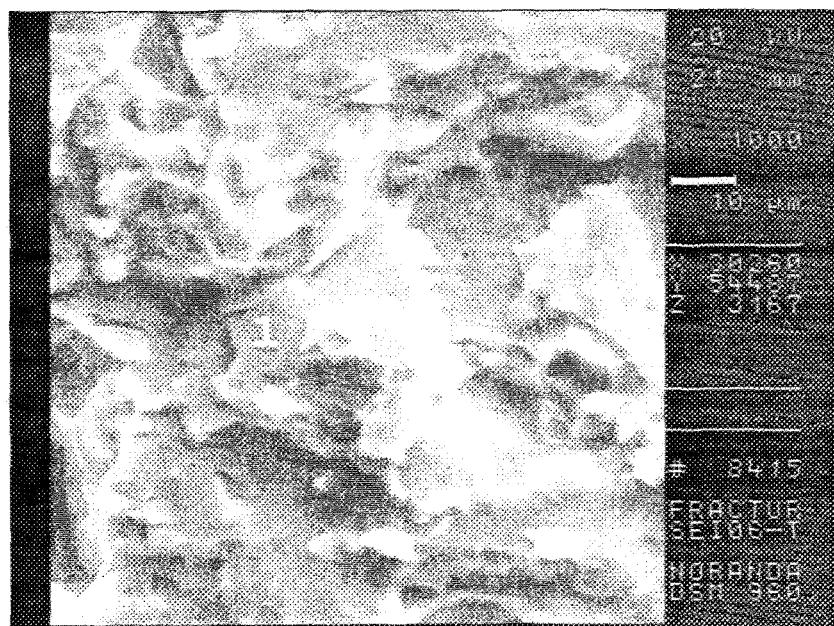


Figure 6.19 Fractographie de l'échantillon AZ06-T (alliage 9%) en faisceau secondaire, présence 1) d'une plan de clivage.

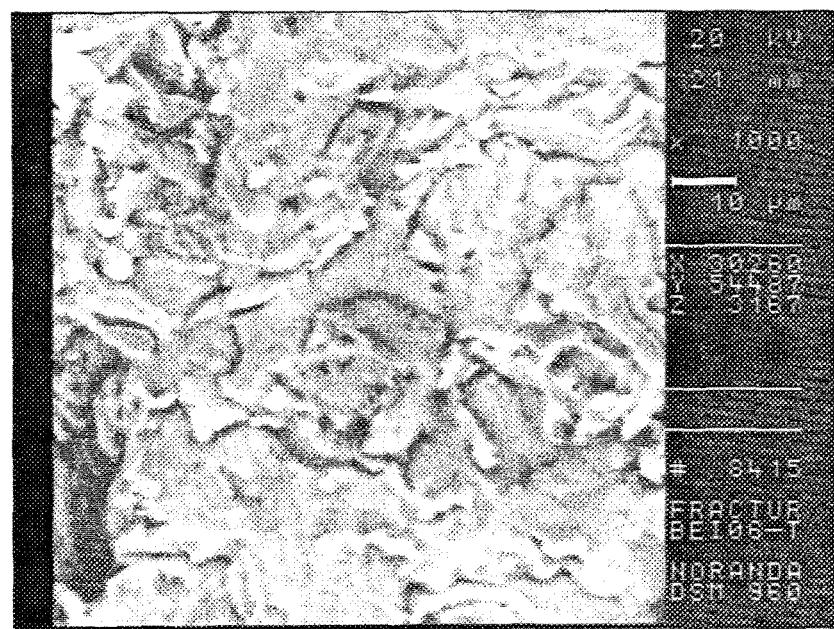


Figure 6.20 Fractographie de l'échantillon AZ06-T (alliage 9%) en électron rétrodiffusé.

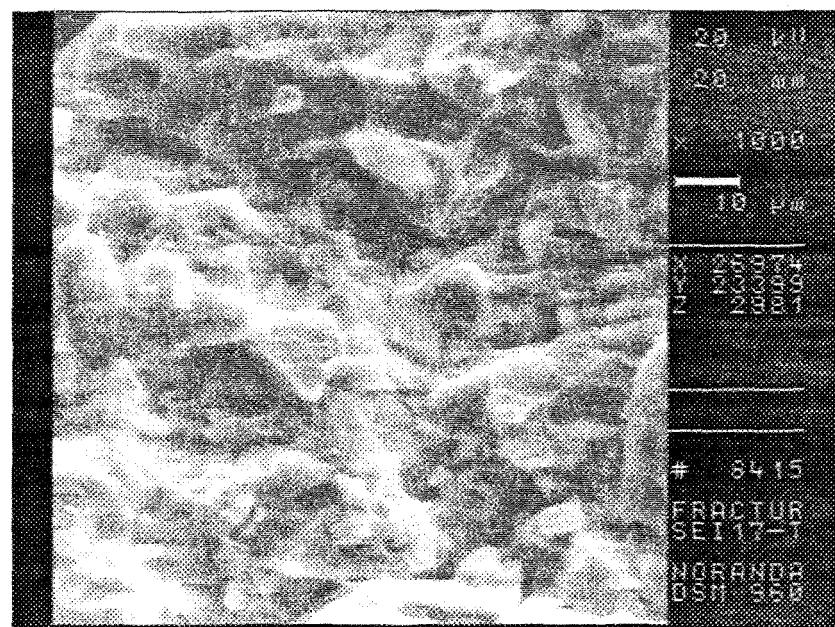


Figure 6.21 Fractographie de l'échantillon AZ17-T (alliage 11%) en faisceau secondaire.

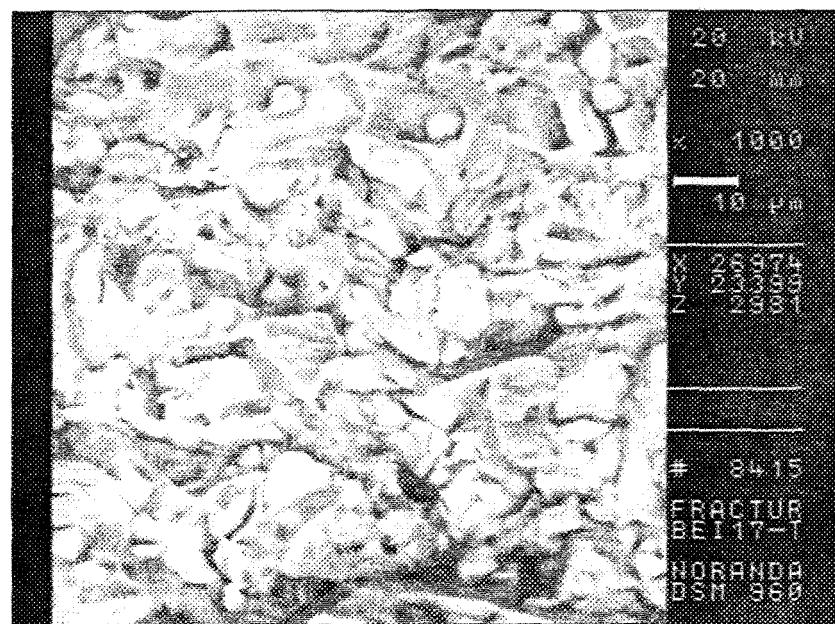


Figure 6.22 Fractographie de l'échantillon AZ17-T (alliage 11%) en électron rétrodiffusé.

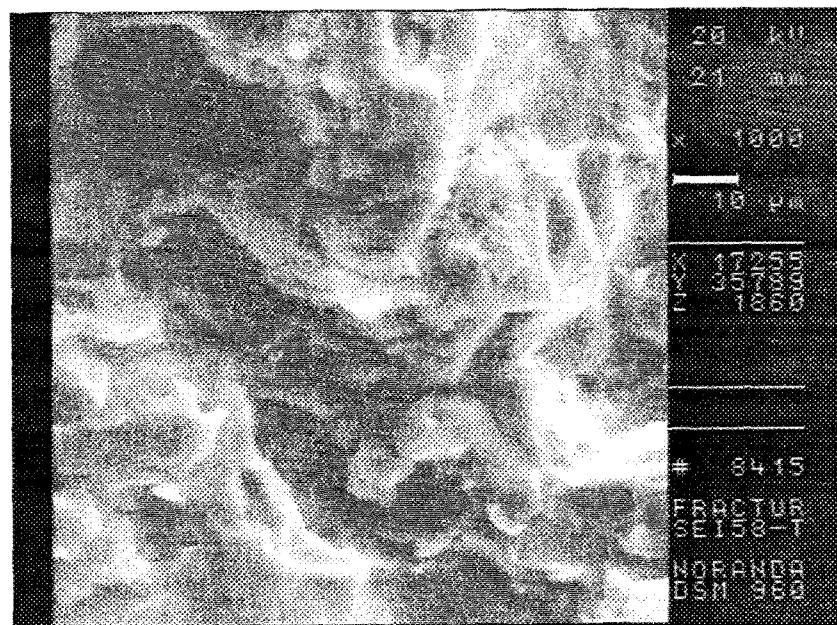


Figure 6.23 Fractographie de l'échantillon AZ58-T (alliage 14%) en faisceau secondaire.

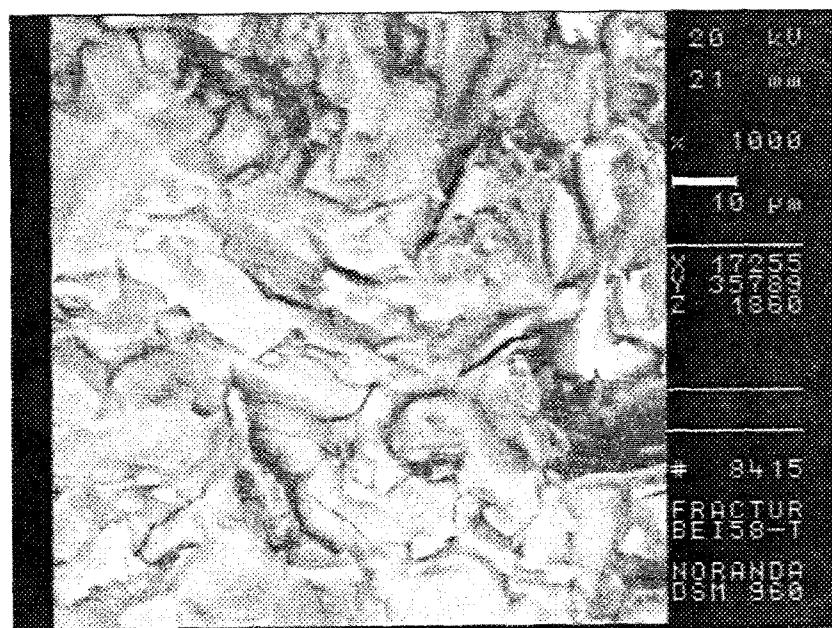


Figure 6.24 Fractographie de l'échantillon AZ58-T (alliage 14%) en électron rétrodiffusé.

CHAPITRE 7

CONCLUSIONS

CHAPITRE 7

CONCLUSIONS

Une recherche étendue a été faite pour évaluer les inclusions dans le magnésium ainsi que ses alliages en utilisant la technique du « Brightimeter ». Une plage d'inclusions a été obtenues par le mélange de matériaux frais et recyclés dans différentes proportions. Les conclusions suivantes ont été tirées des résultats obtenus dans le présent travail de recherche sur les alliages de magnésium AZ91D et AM50A.

1. Les indices de « Brightimeter » les plus bas correspondent aux contenus en oxydes les plus hauts, quel que soit le type d'alliage utilisé. Les indices de « Brightimeter » varient de façon linéaire avec les niveaux d'oxydes; c'est ce que nous avons nommé, la « zone sale ». Pour ce qui est de l'autre extrémité de la plage d'indices de « Brightimeter », ils correspondent aux contenus en oxydes les plus bas; c'est ce que nous appelons, la « zone propre ».
2. Les courbes obtenues pour les différents alliages sont toutes similaires. Peu importe l'alliage, le profil de la courbe demeure le même : une « zone sale » dont la caractéristique principale est d'avoir un taux assez élevé d'oxydes, et une « zone

propre » où les points sont distribués dans une bande plutôt homogène. Les courbes de différents alliages sont décalées les unes par rapport aux autres.

3. La microstructure est un facteur déterminant de l'indice de « Brightimeter » de la « zone propre ». Les phases intermétalliques, comme la phase Mg-Al-Zn, peuvent prendre toutes sortes de morphologies et leur distribution dans la matrice de magnésium peut varier considérablement. Toutes ces différences morphologiques engendrent des changements d'indices de « Brightimeter ». Ce paramètre est lié aux conditions de solidification, car il n'y a aucun lien immédiat entre les intermétalliques et les oxydes.
4. Les principales inclusions présentes dans les alliages de magnésium sont les oxydes de magnésium (MgO), les hydroxydes de magnésium ($Mg(OH)_x$), les oxydes d'aluminium (Al_2O_3), les groupements d'oxydes « spinels » ($MgO + Al_2O_3$), des métaux purs comme le fer et l'aluminium, des oxydes de fer (FeO et Fe_2O_3), des particules de sels (K, Na, Ca) et des particules de sable (SiO_2). Toutes ces inclusions proviennent de sources extérieures (sable et sels) ou de sources intérieures (réactions chimiques, comme l'oxydation). La provenance des alliages de base joue un grand rôle quant aux inclusions présentes dans les alliages. Le métal recyclé, bien évidemment, contient beaucoup plus d'inclusions que le métal frais.

5. Le « Brightimeter » est presque insensible à la porosité. De par la forme des pores, la lumière peut être réfléchie sous un angle et ne pas l'être sous un autre. En moyenne, il y a autant de lumière réfléchie que de lumière absorbée.
6. La taille des grains est un paramètre lié essentiellement aux conditions de solidification. Toutefois, elle n'a pas d'influence directe sur la réflexibilité de la surface, par conséquent sur l'indice de « Brightimeter » car le joint de grain est plutôt invisible sans attaque chimique. Par contre, la taille des grains a une influence sur la morphologie de la rupture, qui elle peut changer l'indice de « Brightimeter ».
7. Compte tenu de toutes les précautions prises lors de la coulée, le métal devrait être relativement propre et exempt de toute trace d'inclusions indésirables. Cependant, l'analyse métallographique avec le microscope optique et le microscope électronique à balayage, indique que les échantillons sont remplis d'inclusions diverses. La nature de ces inclusions dépend de la provenance des alliages. Leur présence peut avoir des répercussions sur la réflectivité de la surface et ainsi fausser les résultats du « Brightimeter ».
8. Les résultats des essais de traction montrent toutes les caractéristiques d'un métal tel que coulé. L'ajout d'aluminium et de zinc dans l'alliage diminue de beaucoup la ductilité de ce dernier. Les limites ultime et d'élasticité, quant à elles, demeurent presque inchangées. Il y a une légère détérioration de la limite ultime lorsque le

niveau d'aluminium et de zinc dans le métal augmente. L'alliage commercial est celui qui contient 9% d'aluminium, en partie parce que il montre le meilleur compromis entre la ductilité et la limite ultime.

9. L'alliage 4% ne montre pratiquement aucune phase Mg-Al-Zn (moins de 0,3%).

Tout l'aluminium et le zinc sont en solution solide dans la matrice. Cependant, la solubilité de l'aluminium dans le magnésium à la température ambiante est de moins de un pour cent. Le refroidissement extrêmement rapide explique cette augmentation de la solubilité. L'alliage 7% montre beaucoup de particules de la phase Mg-Al-Zn sous leur forme eutectique. La distribution de ces particules est hétérogène, ce qui explique le grand écart type des mesures prises. L'alliage 9% exhibe les mêmes particules sous la même forme, cependant leur distribution est très homogène ce qui explique le choix de cet alliage comme alliage commercial. Les alliages 11% et 14% révèlent des particules de forme massive. La grande compacité des particules explique la perte de ductilité de ces alliages.

10. La composition chimique des alliages a une influence sur la morphologie de la surface de rupture. Les différents changements du faciès de fracture ont une certaine influence, à leur tour, sur l'indice de « Brightimeter ». Les différentes compositions chimiques utilisées modifient les propriétés mécaniques des alliages en changeant la morphologie de la microstructure. C'est en grande partie la microstructure qui décide du type de fracture occasionné par la traction. Une microstructure qui ne

contient peu ou pas de constituants comme celle de l'alliage 4% favorise la déformation du métal et cause, dans la majeure partie des cas, une fracture ductile.

11. L'alliage 7%, quant à lui, donne une rupture fragile ou ductile. Les autres alliages donnent des fractures fragiles, qui sont facilement reconnaissables par les clivages sur toute la surface de rupture.

12. L'appareil tel qu'utilisé ici donne de bons résultats si le niveau d'oxydes dans les échantillons est relativement élevé. Cependant, nous devons nous questionner sur l'utilité de l'appareil à de tels niveaux. Effectivement, lorsque la quantité d'oxydes dans le métal est suffisamment élevée pour être détectée efficacement par le « Brightimeter », l'œil humain peut arriver au même résultat, bien entendu, de façon qualitative.

13. Or dans l'industrie, de tels niveaux ne sont jamais atteints compte tenu des précautions prises. L'appareil doit donc opérer dans une zone plus propre. La multitude de facteurs impliqués à ce niveau quant à la réflectivité de la surface joue un rôle prépondérant. Toute modification de ces facteurs engendre un changement d'indice de « Brightimeter ». Pour obtenir des résultats fiables ces facteurs doivent être contrôlés. Cela implique une surveillance accrue de tous les paramètres de coulée et de solidification. Pour toutes ces raisons, le « Brightimeter » opéré dans la

zone de propreté, celle qui nous intéresse, ne donne pas des résultats fiables que nous pourrions utiliser par la suite.

RECOMMANDATIONS

RECOMMANDATIONS

Bien sûr, il ne s'agit pas d'éliminer cette technique, mais elle doit être améliorée pour être utilisée. La lumière utilisée par l'appareil est blanche. Une lumière monochromatique serait peut-être plus efficace. De plus, certains éléments de la microstructure polarisent la lumière incidente; l'utilisation de filtres adéquats pourrait aussi améliorer la technique. Finalement, le « Brightimeter » étant conçu initialement pour l'industrie de l'imprimerie, son utilisation dans l'industrie de la métallurgie ne peut avoir lieu sans modification.

Un des plus importants problèmes de la technique du « Brightimeter » est la qualité des manipulations exigées de la part du technicien, que ce soit pendant la coulée de l'échantillon ou lors de la mesure de l'indice de « Brightimeter ». Toute autre technique devra satisfaire les mêmes exigences : la rapidité, le coût peu élevé et la simplicité d'exécution. Une hypothèse valable veut que le niveau d'oxydes de magnésium soit lié à la densité d'un échantillon. La technique pourrait être validée par des analyses d'activation des neutrons rapides et des analyses d'images des échantillons.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

-
1. News & Update: Light Metals Processing, « Magnesium Rises as Automotive Use Increases », *JOM*, juillet 1998, p. 8.
 2. News & Update: Light Metals Processing, « IMA Recognizes Awards Of Excellence Winners », *JOM*, octobre 1997, p. 5.
 3. News & Update: Light Metals Processing, *JOM*, juillet 1997, p. 8.
 4. « Developments in the Light Metals Industry in Queensland », *BroadCast, The Quarterly Newsletter of the CRC for Alloy & Solidification Technology*, Vol. 5, No. 2, juin 1997, p. 2.
 5. F. Hedmann, « Diversity and Innovation : Keys to the Structural Mg Market », *JOM*, novembre 1993, pp. 27-29.
 6. R.E. Brown, « Magnesium in Automobiles and Airplanes », *Light Metals Processing and Applications*, C. Bickert, M. Bouchard, G. Davies, E. Ghali et E. Jiran (Eds), The Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, Montreal, 1993, pp. 691-700.
 7. L. Riopelle, « The Recycling of Magnesium Makes Cents », *JOM*, octobre 1996, pp. 44-46.
 8. J.C. Grebetz, Day et A.G. Haerle, « Qualification of Recycled Magnesium Type 1 Die Casting », *55th IMA Annual World Magnesium Conference*, Coronado, CA, mai 1998, pp. 8-15.
 9. News & Update : Light Metals Processing, *JOM*, octobre 1997, p. 5.
 10. www.uk-racing-castings.co.uk
 11. www.canon.com

-
- 12. www.cartech.doe.gov
 - 13. www.tenpackbmx.com
 - 14. A.G. Haerle, B.A. Murry, W.E. Mercer II et B.A. Mikucki, « A New Technique for Quantifying Non-Metallic Inclusion Content in Magnesium », *Light Metal Age*, août 1996, pp. 1-10.
 - 15. A.G. Haerle, B.A. Murry, W.E. Mercer II, B.A. Mikucki et M.H. Miller, « The Effect of Non-Metallic Inclusions on the Properties of Die Cast Magnesium », *Characteristics and Applications of Magnesium in Automotive Design (SP-1250)*, SAE Technical Paper No. 970331, 1997, pp. 75-84.
 - 16. J.E. Hillis, « The Effect of Heavy Metal Contamination on Magnesium Corrosion Performance », *SAE Technical Paper Series*, Paper No. 830523, SAE, Warrendale, PA, 1983.
 - 17. F. Kawamoto, « Magnesium Supply and Demand in the Worlds », *Proceedings of the IMA*, Japon, juin 1996, International Magnesium Association, pp. 44-51.
 - 18. H. Ednie, « Magnolia Plant – Noranda Sets New Standards for the World Magnesium Market », *CIM Bulletin*, Vol. 93, No. 1041, juin 2000, pp. 12-18 & pp. 20-23 (version française).
 - 19. D. Oymo, D.O. Karlsen, P.M.D. Pinfold, T. Mellerud et O. Lie, « Particle Removal in Pure Magnesium », *Light Metals 1994*, U. Mannwieler (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1994, pp. 1017-1024.
 - 20. H. Hu et A. Luo, « Inclusions in Molten Magnesium and Potential Assessment Techniques », *JOM*, octobre 1996, pp. 47-51.
 - 21. D.E. Groteke, T.M. Groteke et R.G. Mabry, « Foundry Methods for Assessing Melt Cleanliness », *Proc. 4th Int. Conf. on Molten Aluminium Processing*, American Foundrymen's Society, Inc., Orlando, Florida, 12-14 novembre, 1995, pp. 55-69.
 - 22. R.I.L. Guthrie et D. Doutre, « On-line Measurements of Inclusions in Liquid Melts », *Intl. Seminar on Refining and Alloying of Liquid Aluminium and Ferro-Alloys*, T.A. Engh, S. Lyng et H.A. Oye (Eds), NTH, Trondheim, Norvège, août 26-28, 1985, Aluminium Verlag Dusseldorf, Allemange, 1985, pp. 145-163.
 - 23. D. Doutre, B. Gariépy, J.P. Martin et G. Dubé, « Aluminium Cleanliness Methods and Applications in Process Development and Quality Control », *Light Metals 1985*, The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1985, pp. 1179-1195.

-
24. J. Roberge et M. Richard, « Qualiflash Apparatus for Testing the Inclusion Quality of Aluminum Alloy Baths », *Proc. 4th Int. Conf. on Molten Aluminum Processing*, American Foundrymen's Society, Inc., Orlando, Florida, 12-14 novembre, 1995, pp. 29-42.
 25. P.G. Enright et I.R. Hughes, « A Shop Floor Technique for Quantitative Measurement of Molten Metal Cleanliness », *Proc. 4th Int. Conf. on Molten Aluminum Processing*, American Foundrymen's Society, Inc., Orlando, Florida, 12-14 novembre, 1995, pp. 519-540.
 26. D. Sampath, P.G.J. Flick, J. Pool, W. Boender et W. van Rijswijk, « Sampling of Aluminium Melts and Detection of Non-Metallic Inclusions Using LAIS », *Light Metals 1996*, W. Hale (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1996, pp. 817-821.
 27. J.P. Martin, Hachey et F. Painchaud, « On-Line Metal Cleanliness Determination in Molten Aluminium Alloys Using the LiMCA II Analyser », *Light Metals 1994*, U. Mannweiler (Ed.), TMS, Warrendale, PA, 1994, pp. 915-920.
 28. P. Bakke et D.O. Karlsen, « Inclusion Assessment in Magnesium and Magnesium Base Alloys », *Characteristics and Applications of Magnesium in Automotive Design (SP-1250)*, SAE Technical Paper No. 970330, 1997, pp. 61-73.
 29. Hydro Magnesium, « Die Cast Magnesium Alloys », Data Sheet, mai 1997, 6 pp.
 30. Hydro Magnesium, « Die Cast AZ and AM Alloys », Data Sheet, mai 1994, 2 pp.
 31. Hydro Magnesium, « High Purity Alloys for Magnesium Castings », Brochure, 1998, 6 pp.
 32. S. Housh, B. Mikucki et A. Stevenson, « Selection and Application of Magnesium and Magnesium Alloys », in *ASM Handbook, Vol. 2 – Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, ASM International, Material Park, OH, 1990, pp. 445-479.
 33. « Standard Specification for Magnesium Alloys in Ingot Form for Sand Castings, Permanent Mold Castings and Die Castings », ASTM B93/B93M-94B, *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 02.02, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1995.
 34. D. Ghosh, R. Fan et C. van Schilt, « Thixotropic Properties of Semi-Solid Magnesium Alloys AZ91D and AM50 », *Proc. Int. Sympos. on Recent Developments in Light Metals*, The Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, Montréal, 1996, pp. 377-386.

-
35. E.M. Gutman, Ya. Unigovski, M. Levkovich, Z. Koren, E. Aghion et M. Dangur, « Influence of Technological Parameters of Permanent Mold Casting and Die Casting on Creep and Strength of Mg Alloy AZ91D », *Materials Science and Engineering*, Vol. A234-236, 1997, pp. 880-883.
 36. G. Betz, H. Fuchs et N. Zeumer, « New Technologies in the Casting of Magnesium », *Metall.*, Vol. 42, No. 7, juillet 1988, pp. 677-681.
 37. B. Kittilsen et P.M.D. Pinfold, « Developments in Large Format Magnesium Casting », *Light Metals 1996*, W. Hale (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, 1996, pp. 987-991.
 38. W. Hirth, « Magnesium Pressure Die Casting Application for Seat Parts », *Magnesium Alloys and Their Applications*, B.L. Mordike et F. Hehmann (Eds.), 1992, pp. 375-379.
 39. A. Martineau, « ITM Advances Magnesium Die Casting Technologies », *Die Casting Engineer*, novembre/décembre 1991, pp. 16, 18, 20, 22.
 40. B.B. Clow, « The Magnesium Outlook », *Light Metals 1987*, R.D. Zabreznik (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1987, pp. 847-850.
 41. A. Stevenson, « Melting the Aerospace Challenge with Magnesium Casting Alloys », *Light Metals 1987*, R.D. Zabreznik (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1987, pp. 861-870.
 42. G.S. Cole, R. Agarwal-Finstad et J.C. Grebetz, « The Potential for Magnesium in the Automotive Industry », *Proc. 52th Annual World Magnesium Conference*, International Magnesium Association, McLean, VA, USA, 1995, pp. 1-5.
 43. O. Holta, H. Westengen et D. Albright, « High Purity Magnesium Die Casting Alloys : Form Ingot to Cast Product », SAE Technical Paper 940413, *SAE Transactions*, 1994, pp. 47-51.
 44. J.M. Tartaglia et J.C. Grebetz, « Observations of Intermetallic Particle and Inclusion Distributions in Magnesium Alloys », *Magnesium Technology 2000*, H.I. Kaplan, J. Hryni et B. Clow (Eds.), The Minerals, Metals & Materials Society, 2000, pp. 113-121.
 45. C.D. Fuerst et W.D. James, « Fast Neutron Activation Analysis of Oxide Inclusions in Magnesium Alloy Ingots », *Applications of Accelerators in Research and Industry*, J.L. Duggan et I.L. Morgan (Eds.), The American Institute of Physics, 1999, pp. 731-734.

-
46. C.R. Brundle, C.A. Evans et S. Wilson, *Encyclopedia of Materials Characterization*, Butterworth-Heinemann, Boston, 1992, Chap. 10, pp. 609-623.
 47. R. Guthrie, « An On-Line System for the Detection of Inclusions in Molten Metal Magnesium Based on the Electric Sensing Zone Principle », *1st Israeli Int. Conf. on Magnesium Science and Technology*, Dead Sea, Israël, 10-12 novembre, 1997 (Présentation).
 48. S.A. Levy, « Applications of the Union Carbide Particulate Tester », *Light Metals 1981*, The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1981, pp. 723-733.
 49. P. Bakke, T.A. Engh, E. Bathan, D. Oymo et A. Nordmark, « Magnesium Filtration with Ceramic Foam Filters and Subsequent Quantitative Microscopy of the Filters », *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 9, No. 1, 1994, pp. 111-138.
 50. P. Bakke, J-A. Laurin, A. Provost et D.O. Karlsen, « Consistency of Inclusions in Pure Magnesium », *Light Metals 1997*, R. Huglen (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, 1997, pp. 1019-1026.
 51. M.W. Gilbert, D.M. Terla et D.E. McCoy, « Magnesium Alloy AZ91E for Aircraft Wheel Applications », *Light Metals Processing and Applications*, C. Bickert, M. Bouchard, G. Davies, E. Ghali et E. Jiran (Eds), The Canadian of Mining, Metallurgy and Petroleum, Montréal, 1993, pp. 701-712.
 52. E. Aghion et B. Bronfin, « Solidification Features of AS21HP Magnesium Alloy in Ingot », *Light Metals 1996*, M. Avedesian, R. Guilbaut et D. Ksinsik (Eds), The Metallurgical Society of the Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, Montréal, 1996, pp. 389-396.
 53. R.P. Jacques, R. DasGupta et J.D. Shearouse, III, « Hot Chamber Diecasting of Magnesium Alloy AM50A for Automotive Interior Structural Components », SAE Technical Paper No. 960416, *Magnesium in Automotive Components*, Détroit, MI, USA, 26-29 février 1996, pp. 15-22.
 54. W.T. Donlon, C. Paige, C.J. Morris et J.E. Allison, « The Effects of Casting Defects and Microstructure of Die Cast AM50 Magnesium and 356 Aluminum », *Aluminum and Magnesium for Automotive Applications*, J.D. Bryant (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, 1996, pp. 17-27.
 55. R.P. Jacques, R. DasGupta et A.G. Haerle, « Evaluation of Recycled AZ91D Magnesium Alloy for Steering Column Components », SAE Technical Paper No. 970332, *SAE Transactions*, Vol. 106, No. 5, 1997, pp. 327-334.

-
56. H. Westengen, L-Y. Wei, T. Aune et D. Albright, « Effect of Intermediate Temperature Aging on Mechanical Properties and Microstructure of Die Cast AM-Alloys », *Magnesium Alloys and Their Applications*, avril 1998, pp. 209-214.
 57. R. Sheng, Centre des Technologies Noranda, Communiqué, mars 2000.
 58. E. Schaberger, D. Kahn et M. Lang, « Development of a Metallographic Microstructure Characterization for the High-Purity Magnesium Alloy AZ 91 », *Praktische Metallographie*, Vol. 35, No. 6, juin 1998, pp. 306-315.
 59. R. Bouchard, Centre des Technologies Noranda, Communiqué 23 mars 2000 : Metallographic Polishing Procedure : Mg Alloys, Microscopic Analytical Service, NTC (mai 99).
 60. A.M. Samuel et F.H. Samuel, « A Metallographic Study of Porosity and Fracture Behaviour in Relation to the Tensile Properties in 319.2 End Chill Castings », *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 26A, 1995, pp. 2359-2372.
 61. *Metals Handbook*, Ninth Edition, Vol. 9 : Metallography and Microstructures, American Society for Metals, Metals Park, OH, 1985, pp. 425-434.
 62. P. Bakke, J.L. Lauritzen, T.A. Engh et D. Oymo, « Hydrogen in Magnesium : Absorption, Removal and Measurement », *Light Metals 1991*, E.L. Rooy (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, 1990, pp. 1015-1023.
 63. E. Ovreliid, T.A. Engh et D. Oymo, « Hydrogen Measurement in Pure and Alloyed Magnesium », *Light Metals 1994*, U. Mannweiler (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, 1994, pp. 771-778.
 64. J.C. Grebetz et A.G. Haerle, « Measuring the Cleanliness of Recycled Magnesium for Automotive Applications : A Detailed Examination of the Fracture Brightness Technique », *Light Metal Age*, août, 1997, 8 pp.
 65. R. Sharma, « An Electrolytic Process for Magnesium and Its Alloys », *Light Metals 1996*, W. Hale (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, 1996, pp. 1113-1122.
 66. C.B. Wilson, « Modern Production Process for Magnesium », *Light Metals 1996*, W. Hale (Ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, 1996, pp. 1075-1079.
 67. C.J. Simensen et B. Oberländer, « A Survey of Inclusions in Magnesium », *Praktische Metallographie*, Vol. 17, No. 3, 1980, pp. 125-136.

-
- 68. C.J. Simensen et A.I. Spjelkavik, « Analysis of Oxides and Iron-Rich Particles in Magnesium », *Fresenius Z. Anal. Chem.*, Vol. 300, pp. 177-182.
 - 69. C.J. Simensen, « Sedimentation Analysis of Inclusions in Aluminium and Magnesium », *Metallurgical Transactions B*, Vol. 12B, décembre 1981, pp. 733-743.
 - 70. D. Oymo, O. Wallevik, D.O. Karlsen et C. Brassard, « Particles Removal in Recycled AZ91D Mg Alloy », *Proc. 2nd Int. Conf. on the Recycling of Metals*, Amsterdam, Hollande, 19-21 octobre, 1994, pp. 251-258.
 - 71. J.L. Mansfield, « Ultrasonic Technology for Measuring Molten Aluminum Quality », *Light Metals 1982*, TMS-AIME, Warrendale, PA, 1982, pp. 969-982.
 - 72. M.J. Lessiter et W.M. Rasmussen, « To Pour or Not to Pour; the Dilemma of Assessing Your Aluminum Melt's Cleanliness », *Modern Casting*, février 1996, pp. 45-48.
 - 73. F.H. Samuel, P. Ouellet et A. Simard, « Assessment of Melt Cleanliness and Analysis of Inclusions in Al-Si Alloys Using the Prefil Pressure Filtration Technique », *International Journal of Cast Metals Research*, Vol. 12, 1999, pp. 17-33.
 - 74. F.H. Samuel, P. Ouellet et A. Simard, « Measurement of Oxide Films in Al-(6-7) wt% Si Foundry Alloys Using the Qualiflash Filtration Technique », *International Journal of Cast Metals Research*, Vol. 12, 1999, pp. 49-65.
 - 75. L. Liu et F.H. Samuel, « Assessment of Melt Cleanliness in A356.2 Aluminium Casting Alloy Using the Porus Disc Filtration Apparatus Technique, Pt I : Inclusion Measurements », *Journal of Materials Science*, Vol. 32, 1997, pp. 5901-5925.
 - 76. L. Liu et F.H. Samuel, « Assessment of Melt Cleanliness in A356.2 Aluminium Casting Alloy Using the Porus Disc Filtration Apparatus Technique, Pt II : Inclusion Analysis », *Journal of Materials Science*, Vol. 32, 1997, pp. 5927-5944.