

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI

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

par

CARL LEPAGE, ing.

EFFETS DES ÉLÉMENTS ALLIÉS ET DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR  
LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIÉTÉS DE TRACTION DES ALLIAGES  
ALUMINIUM-SILICIUM 413.0

SEPTEMBRE 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

Les alliages aluminium-silicium (Al-Si) de fonderie sont couramment employés dans les applications automobiles en raison de leurs bonnes propriétés mécaniques, d'une bonne coulabilité, des températures de fusion peu élevées, de l'absence de fissuration à chaud et d'une bonne répartition des porosités due au retrait lors de la solidification. Les alliages étudiés dans le cadre de ce travail de recherche sont des alliages de fonderie aluminium-silicium (Al-~11,3%Si) eutectiques de désignation 413.0.

Les caractéristiques microstructurales et les propriétés mécaniques des alliages de fonderie Al-Si eutectiques sont principalement déterminées par leur composition en éléments alliés, par leur structure de coulée et constituants microstructuraux tels que la taille de grain, l'espace inter-dendritique, les dimension, forme et distribution des particules de silicium eutectique et du silicium primaire, aussi bien que par la morphologie et la quantité des phases intermétalliques en présence. Tous ces paramètres se trouvent complètement changés à la suite de l'application de traitements thermiques qui, en retour, influencent les propriétés mécaniques des alliages à l'étude.

Ce travail fut entrepris dans le but d'étudier les changements microstructuraux et les phases intermétalliques dans les alliages Al-Si de base 413.0 de même que les variations dans les propriétés de traction, notamment les contrainte ultime, limite d'élasticité et allongement à la rupture (déformation), résultant de l'addition d'éléments alliés - strontium (Sr), magnésium (Mg), cuivre (Cu), argent (Ag), nickel (Ni), zinc (Zn), cérium (Ce), lanthane (La) et phosphore (P) - à l'alliage de base 413.0, cela dans des conditions d'application de traitements thermiques tels que la mise en solution, la trempe et le vieillissement artificiel. De plus, l'effet de l'ajout de phosphore (P) et des traitements thermiques sur la microstructure et sur les propriétés de traction de l'alliage 413.0 de base modifié au Sr, est étudié du point de vue des interactions phosphore-strontium (P-Sr) lors du processus de modification au Sr.

Les changements microstructuraux, notamment les caractéristiques des particules de silicium et la précipitation des phases intermétalliques, sont identifiés au moyen d'examens microscopiques. Par ailleurs, les alliages sont caractérisés par l'analyse thermique consistant à tracer les courbes de solidification décrivant les étapes de formation des phases en présence. Les propriétés de traction sont illustrées à partir des courbes contrainte-déformation obtenues lors des essais de traction effectués sur les alliages 413.0.

Diverses expériences en laboratoire sont effectuées sur les alliages étudiés, pour lesquels les spécifications relatives à leur composition en éléments alliés et les traitements thermiques à appliquer sont fournies par General Motors Corporation (GMC). Ces expériences permettent de formuler des conclusions concernant les modifications de microstructure et les variations de propriétés de traction des alliages étudiés en fonction de leur composition respective en éléments alliés et des traitements thermiques appliqués.

Les différentes phases des alliages sont examinées en utilisant une microsonde. Les microstructures des surfaces d'échantillons sont examinées au moyen de la microscopie optique et de la microscopie à balayage électronique (MEB), couplées à l'analyse à fluorescence au rayon X par énergie dispersive. La micro-analyse par sonde électronique, et l'analyse de fluorescence par longueur d'onde sont aussi utilisées là où elles sont requises, en utilisant un micro-analyseur.

Les traitements thermiques de mise en solution et de vieillissement artificiel sont effectués sur les alliages étudiés au moyen d'un four « Pyradia », alors que la trempe est effectuée à l'eau chaude. Les éprouvettes de traction sont testées à l'aide de la presse mécanique « Instron ». Les valeurs des courbes contrainte-déformation des éprouvettes de traction de chacun des alliages sont recueillies par un système d'acquisition de données relié à l'extensomètre fixé sur l'échantillon d'alliage sollicité en traction.

Les analyses thermiques sont effectuées sur des lingots d'alliages et consistent à fondre des échantillons qui sont versés dans un moule en graphite. À l'aide de thermocouples de type K installés au centre du lingot de métal en fusion et connectés à un ordinateur utilisant un logiciel, les courbes de solidification sont tracées.

Les résultats obtenus relativement aux observations microstructurales et aux essais de traction sur les alliages eutectiques Al-11,3%Si de type 413.0 étudiés, révèlent que l'ajout d'éléments alliés, notamment les Mg, Cu, Ag, Ni, Zn, Sr, Ce et La, résulte en une augmentation des valeurs de contrainte ultime et de limite d'élasticité et en une diminution des valeurs de déformation de l'alliage de base 413.0, suite aux traitements thermiques de mise en solution, de trempe et de vieillissement artificiel. Les alliages modifiés au strontium montrent des valeurs élevées de contrainte ultime, de limite d'élasticité et de ductilité en raison du changement de morphologie des particules de silicium eutectiques, à partir d'une forme grossière de flocon jusqu'à une forme fibreuse fine.

De même, les résultats démontrent que les alliages modifiés au Sr auxquels du phosphore (P) a été ajouté, possèdent des valeurs de déformation de l'ordre de 4 à 12%, ce qui est bien supérieur à la valeur de déformation minimale de 2% ciblée pour l'alliage de base 413.0 modifié au Sr dans le cadre de ce travail. Ainsi, des compromis seront faits entre la nécessité d'obtenir des valeurs élevées de contrainte ultime et de limite d'élasticité d'une part et celle d'obtenir une ductilité qui soit suffisante, d'autre part.

## **REMERCIEMENTS**

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

Je souhaite exprimer toute ma gratitude à Madame Agnès Marie Samuel, professeure à l'UQAC, pour son support tout au long de la recherche; à Monsieur Alain Bérubé, technicien en laboratoire de l'UQAC, pour sa précieuse collaboration lors des expériences; et envers tous mes confrères d'études, qui m'ont offert une grande aide.

Le support des partenaires de la Chaire Industrielle des Technologies Avancées des Métaux Légers pour les applications Automobile (TAMLA), notamment le Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada, le Groupe General Motors Powertrain, l'UQAC, la Corporation Nemak, ABB Bomem Inc., le Centre québécois de recherche et de développement de l'aluminium et la Fondation de l'Université du Québec à Chicoutimi, a été grandement apprécié.

Finalement, je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance envers mes parents, amis et collègues de travail, qui m'ont inlassablement encouragé tout au long de ce travail.

# TABLE DES MATIÈRES

<b>RÉSUMÉ .....</b>	<b>II</b>
<b>REMERCIEMENTS .....</b>	<b>IV</b>
<b>TABLE DES MATIÈRES.....</b>	<b>V</b>
<b>LISTE DES FIGURES.....</b>	<b>VII</b>
<b>LISTE DES TABLEAUX .....</b>	<b>XIV</b>
<b>CHAPITRE 1 .....</b>	<b>2</b>
<b>    INTRODUCTION .....</b>	<b>2</b>
1.1 <i>PROBLÉMATIQUE</i> .....	2
1.2 <i>OBJECTIF</i> .....	6
1.3 <i>MÉTHODOLOGIE DE RECHERCHE UTILISÉE</i> .....	7
<b>    CHAPITRE 2 .....</b>	<b>11</b>
<b>    REVUE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>11</b>
2.1 <i>INTRODUCTION</i> .....	11
2.2 <i>EFFET DES ÉLÉMENTS ALLIÉS</i> .....	13
2.2.1    Effet spécifique du cuivre (Cu).....	15
2.2.2    Effet spécifique du magnésium (Mg) .....	18
2.2.3    Effet spécifique du nickel (Ni) .....	19
2.2.4    Effet spécifique du zinc (Zn) .....	21
2.2.5    Effet spécifique de l'argent (Ag) .....	21
2.2.6    Effet relatif des Cu, Mg et Ni .....	22
2.2.7    Effet de la modification par le strontium (Sr) .....	24
2.2.8    Effet de l'affinage du silicium primaire par le phosphore .....	26
2.2.9    Effet des métaux terres rares.....	29
2.2.9.1    Effet du cérium (Ce) .....	30
2.2.9.2    Effet du lanthane (La) .....	31
2.2.9.3    Effet du néodyme (Nd) .....	32
2.3 <i>EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES</i> .....	33
2.3.1    Mise en solution .....	34
2.3.1.1    Mise en solution des alliages Al-Mg-Si.....	35
2.3.1.2    Mise en solution des alliages Al-Si eutectiques.....	41
2.3.2    La trempe.....	42
2.3.2.1    La trempe des alliages Al-Si.....	42
2.3.2.2    La trempe des alliages Al-Si eutectiques.....	44
2.3.2.3    La trempe des alliages de fonderie Al-Si-Mg .....	46
2.3.3    Le vieillissement artificiel .....	48
2.3.3.1    Le vieillissement artificiel des alliages Al-Mg-Si(-Cu) .....	48
2.3.3.2    Vieillissement des alliages Al-Si-Mg .....	58
2.3.3.3    Le vieillissement des alliages Al-Si eutectiques .....	61
2.4 <i>IDENTIFICATION DES PHASES PAR L'ANALYSE THERMIQUE</i> .....	62

<b>CHAPITRE 3 .....</b>	<b>69</b>
<b>ANALYSE THERMIQUE ET MÉTALLOGRAPHIQUE .....</b>	
3.1 <i>INTRODUCTION .....</i>	69
3.1.1 Éléments alliés.....	69
3.1.2 Métaux terres rares .....	73
3.1.3 Interactions phosphore-strontium (P-Sr).....	74
3.2 <i>EXPÉRIMENTATION.....</i>	75
3.2.1 Éléments alliés.....	76
3.2.2 Interactions phosphore-strontium (P-Sr).....	78
3.2.3 Analyse thermique.....	79
3.2.4 Mesures des particules de silicium .....	82
3.2.5 Identification des phases.....	83
3.3 <i>RÉSULTATS ET DISCUSSIONS .....</i>	84
3.3.1 Caractéristiques des particules de silicium .....	84
3.3.2 Phases intermétalliques.....	89
3.3.3 Phases intermétalliques riches en fer .....	99
3.3.4 Phases intermétalliques contenant du cuivre .....	100
3.3.5 Phases intermétalliques contenant du magnésium .....	103
3.3.6 Phases intermétalliques contenant du zinc.....	107
3.3.7 Phases intermétalliques contenant des métaux terres rares La et Ce.....	113
3.3.8 Interactions phosphore-strontium (P-Sr).....	123
3.3.8.1 Caractéristiques du silicium primaire .....	123
3.3.8.2 Caractéristiques du silicium eutectique.....	129
3.3.9 Analyse des particules de silicium eutectique.....	133
<b>CHAPITRE 4 .....</b>	<b>142</b>
<b>PROPRIÉTÉS DE TRACTION.....</b>	
4.1 <i>INTRODUCTION .....</i>	142
4.2 <i>EFFET DES ÉLÉMENTS ALLIÉS ET DES MODIFICATEURS.....</i>	144
4.2.1 Effet des éléments alliés .....	144
4.2.2 Effet du strontium (Sr).....	146
4.2.3 Interactions phosphore-strontium (P-Sr).....	147
4.2.4 Effet des métaux terres rares.....	147
4.3 <i>EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES .....</i>	148
4.4 <i>EXPÉRIMENTATION.....</i>	149
4.5 <i>RÉSULTATS ET DISCUSSIONS .....</i>	154
4.5.1 Essais de traction des alliages après coulée .....	154
4.5.2 Essais de traction après mise en solution.....	156
4.5.3 Essais de traction après traitements thermiques (série A à H) .....	158
4.5.4 Essais de traction après traitements thermiques (série phosphore) .....	169
<b>CHAPITRE 5 .....</b>	<b>181</b>
<b>CONCLUSIONS.....</b>	
5.1 <i>MICROSTRUCTURE .....</i>	181
5.2 <i>PROPRIÉTÉS DE TRACTION .....</i>	182
<b>RECOMMANDATIONS .....</b>	
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	
	<b>187</b>

## **LISTE DES FIGURES**

Figure 2.1	Diagramme d'équilibre des phases Al-Si <sup>7</sup> .....	13
Figure 2.2	Diagramme d'équilibre des phases Al-Cu <sup>1</sup> .....	15
Figure 2.3	Effet des éléments alliés Mg, Cu et Ni sur la dureté d'un alliage Al-Si <sup>3</sup> .....	16
Figure 2.4	Effet des éléments alliés Mg, Cu et Ni sur la contrainte ultime d'un alliage Al-Si <sup>3</sup> .....	18
Figure 2.5	Diagramme d'équilibre des phases Al-Mg <sup>7</sup> .....	19
Figure 2.6	Contrainte ultime et déformation d'alliages Al-Si selon leur contenu en Ni <sup>3</sup> ..	20
Figure 2.7	Contrainte ultime en fonction de la température selon le contenu en Mg, Cu, Ni <sup>3</sup> .....	22
Figure 2.8	Effet cumulatif des Mg, Cu et Ni sur la contrainte ultime d'un alliage Al Si en fonction de la température d'essai <sup>3</sup> .....	23
Figure 2.9	Effet de la modification au strontium d'un alliage Al-Si <sup>2</sup> .....	24
Figure 2.10	Interactions strontium-phosphore dans un alliage A356 pour un temps de solidification de 60 sec <sup>7</sup> .....	26
Figure 2.11	Affinage du silicium primaire par le phosphore <sup>20</sup> .....	27
Figure 2.12	Variations de la résistance en traction en fonction de la composition en silicium pour des alliages affinés et non affinés au phosphore <sup>20</sup> .....	28
Figure 2.13	Effet du cérium sur les propriétés mécaniques d'alliages Al-Si <sup>32</sup> .....	30
Figure 2.14	Effet du lanthane sur les propriétés mécaniques d'alliages Al-Si <sup>32</sup> .....	31
Figure 2.15	Effet du néodyme sur les propriétés mécaniques d'alliages Al-Si <sup>32</sup> .....	32
Figure 2.16	Diagramme d'équilibre des phases d'un alliage A-B typique <sup>2</sup> .....	33

Figure 2.17 Contrainte ultime en traction en fonction du temps de mise en solution des alliages Al-Si-Mg non modifiés <sup>50</sup> .....	36
Figure 2.18 Contrainte ultime en traction en fonction du temps de mise en solution des alliages Al-Si-Mg modifiés au strontium (Sr) .....	37
Figure 2.19 Déformation à la rupture en fonction du temps de mise en solution des alliages Al-Si-Mg non modifiés <sup>50</sup> .....	38
Figure 2.20 Déformation à la rupture en fonction du temps de mise en solution des alliages Al-Si-Mg modifiés au Sr <sup>50</sup> .....	39
Figure 2.21 Variation de la dureté et de la contrainte ultime en fonction du taux de refroidissement <sup>3</sup> .....	44
Figure 2.22 Contrainte ultime d'alliages Al-Si-Mg modifiés au Sr en fonction du médium de refroidissement <sup>50</sup> .....	46
Figure 2.23 Déformation à la rupture d'alliage Al-Si-Mg modifiés au Sr en fonction du médium de refroidissement <sup>50</sup> .....	47
Figure 2.24 Courbes DCS (balayage différentiel calorifique) de deux alliages A et B <sup>55</sup> ..	50
Figure 2.25 Diagramme d'équilibre de phase pseudo-binaire d'un alliage Al-Mg-Si-Cu <sup>55</sup> ..	52
Figure 2.26 Variation de la fraction molaire des précipités d'équilibre de l'alliage A en fonction de la température <sup>55</sup> .....	53
Figure 2.27 Variation de la fraction molaire des précipités d'équilibre de l'alliage B en fonction de la température <sup>55</sup> .....	54
Figure 2.28 Variation de la dureté des alliages A et B en fonction du temps de vieillissement à 175 °C <sup>55</sup> .....	55
Figure 2.29 Variation de la dureté en fonction du temps de vieillissement à 175 °C des alliages A et B pré-vieillis naturellement 30 jours <sup>55</sup> .....	56
Figure 2.30 Variation de la dureté en fonction du temps de vieillissement à 175°C des alliages A et B pré-vieillis à 100 °C et vieillis 30 jours naturellement <sup>55</sup> .....	57
Figure 2.31 Variation de la contrainte ultime et de la limite d'élasticité en fonction du temps de vieillissement d'un alliage Al-Si-Mg <sup>58</sup> .....	59

Figure 2.32 Variation de la déformation à la rupture en fonction du temps de vieillissement d'un alliage Al-Si-Mg <sup>58</sup> .....	60
Figure 2.33 Courbes typiques de variation de la dureté en fonction du temps de vieillissement d'un alliage Al-Si eutectique <sup>3</sup> .....	61
Figure 2.34 Courbe de refroidissement d'un alliage d'aluminium 356 <sup>63</sup> .....	63
Figure 2.35 Courbe de première dérivée correspondant à la courbe de refroidissement (figure 2.34) <sup>63</sup> .....	64
Figure 2.36 Courbe de solidification de l'alliage A413.1 au centre du creuset <sup>64</sup> .....	66
Figure 2.37 Effet de la modification au strontium sur le diagramme d'équilibre des phases d'un alliage Al-Si <sup>65</sup> .....	66
Figure 2.38 Comparaison des courbes de refroidissement (gauche) et des courbes de réchauffement (droite) pour un alliage Al-Si eutectique (Al-12,6 % en poids de Si) <sup>65</sup> .....	67
Figure 3.1 Courbe de solidification d'un alliage typique.....	80
Figure 3.2 Microstructures optiques de a) l'alliage de base 413, et b) l'alliage de base 413 modifié avec 171 ppm Sr (alliage A).1-plaquettes de $\beta$ -Al <sub>5</sub> FeSi; 2-particules de script chinois $\alpha$ -Fe ; 3- particules de Si.....	85
Figure 3.3 Microstructures optiques de l'alliage de base 413 contenant ~0,389% Mg: a) non modifié, et b) modifié au Sr (alliage B). 1- Région eutectique partiellement modifiée; 2- Région eutectique modifiée; 3- Longues plaquettes $\beta$ -Al <sub>5</sub> FeSi. ....	87
Figure 3.4 Courbe de solidification de l'alliage 413 de base.....	92
Figure 3.5 Courbe de solidification de l'alliage A.....	92
Figure 3.6 Courbe de solidification de l'alliage B. ....	93
Figure 3.7 Courbe de solidification de l'alliage C. ....	93
Figure 3.8 Courbe de solidification de l'alliage D. ....	94
Figure 3.9 Courbe de solidification de l'alliage E. ....	94
Figure 3.10 Courbe de solidification de l'alliage F.....	95
Figure 3.11 Courbe de solidification de l'alliage G. ....	95

Figure 3.12 Courbe de solidification de l'alliage H .....	96
Figure 3.13 Micrographie par microsonde électronique de l'alliage H modifié par un excès de strontium (les phases $Al_2-Si_2-Sr$ sont encerclées). .....	96
Figure 3.14 Concentrations des principaux composés de l'alliage H par sonde électronique (EPMA).....	97
Figure 3.15 Micrographies optiques montrant la précipitation de a) la phase $Al-Al_2Cu$ eutectique dans l'alliage de base 413, et b) la phase de type bloc $Al_2Cu$ dans l'alliage C modifié au Sr. À noter que la phase de cuivre apparaît ségrégée dans les régions en retrait des régions eutectiques $Al-Si$ .....	102
Figure 3.16 Images par électron rétro-diffusé de l'alliage H. Les phases marquées 1 à 6 furent analysées et sont listées dans le Tableau 3.6. 1- $Al_5(MnFe)Si$ ; 2 & 3- $Al_{12}(CrMnFeNiCu)_3Si_2$ ; 4- $Al_{11}(MnFeNiCu)_4Si$ ; 5- $Al_3NiCu$ ; 6- $Al_5Mg_8Cu_2Si_6$ . ....	104
Figure 3.17 Micrographies optiques des intermétalliques contenant du Mg dans a) l'alliage B, et b) l'alliage D.1-Transformation des plaquettes $\beta-Al_5FeSi$ en $Al_8Mg_3FeSi_6$ ; 2- Précipitation du script noir $Mg_2Si$ sur la partie non transformée des plaquettes $\beta-Al_5FeSi$ ; 3- Phase $Al_5Mg_8Cu_2Si_6$ entremêlée dans les régions eutectiques $Al-Al_2Cu$ .....	105
Figure 3.18 Courbes montrant la distribution des % en poids de Zn au travers des cellules des dendrites $\alpha-Al$ dans les échantillons d'alliage G par a) le moule de graphite, et b) le moule métallique. .....	108
Figure 3.19 Images par électron rétro-diffusé de l'alliage G coulé dans le moule a) en graphite, et b) métallique. Les lignes blanches dans a) et b) correspondent aux chemins au travers desquels la distribution de Zn est analysée. ....	109
Figure 3.20 Images au rayon X des éléments alliés Al, Cu et Zn obtenues des échantillons d'alliage G coulés dans le moule de graphite.....	111
Figure 3.21 Images au rayon X des éléments alliés Al et Zn obtenues des échantillons d'alliage G coulés dans le moule métallique. ....	112
Figure 3.22 Image par électron rétro-diffusé de la phase $\alpha-Al$ de l'alliage F contenant les métaux terres rares Ce et La et Sr. 1- phase $\pi-1_8Mg_3FeSi_6$ ; 2 et 3- Phases intermétalliques Sr-Ce-La.....	113
Figure 3.23 Image par électron rétro-diffusé d'une plaque comportant un noyau (1) et un rebord (2) dans l'alliage F contenant Ce et La.....	114

Figure 3.24 Concentrations des principaux composés dans la section du noyau de l'alliage F (fig.3.23) obtenues par rayon X à énergie dispersive.....	115
Figure 3.25 Concentrations des principaux composés dans la section du rebord (2) de l'alliage F (fig. 3.23) par rayon X à énergie dispersive.....	115
Figure 3.26 Image au rayon X des éléments alliés Si, P, La et Sr obtenues des échantillons d'alliage F coulés dans le moule de graphite.....	116
Figure 3.27 Images au rayon X des éléments alliés Al, Cu et Ce obtenues des échantillons d'alliage F coulés dans le moule de graphite.....	117
Figure 3.28 Image par électron rétro-diffusé de phases comportant une plaque (1) et des aiguilles (2) dans l'alliage F contenant Ce et La et modifié au Sr.....	119
Figure 3.29 Cartographie au rayon X des éléments alliés Al, Ce et Cu obtenue des échantillons d'alliage F coulés dans le moule de graphite.....	120
Figure 3.30 Cartographie au rayon X des éléments alliés Si, P, La et Sr obtenue des échantillons d'alliage F coulés dans le moule de graphite.....	121
Figure 3.31 Micrographie optique montrant la ségrégation des particules de silicium primaire (flèches) dans l'alliage II.....	124
Figure 3.32 Micrographie optique montrant des plaquettes ségrégées contenant la phase $Al_3P$ (2) fixée au silicium primaire (1) (alliage V). .....	124
Figure 3.33 Image par électron rétro-diffusé des phases comprises dans le silicium primaire (1) de l'alliage V.....	125
Figure 3.34 Concentrations des principaux composés dans une particule de silicium primaire de l'alliage V obtenues par rayon X à énergie dispersive.....	125
Figure 3.35 Cartographie au rayon X par énergie dispersive des éléments alliés P, O et Sr obtenue des échantillons d'alliage V coulés dans le moule de graphite. ....	126
Figure 3.36 Cartographie au rayon X par énergie dispersive des éléments alliés Al et Si obtenue des échantillons d'alliage V coulés dans le moule de graphite.....	127
Figure 3.37 Micrographie optique montrant la modification au Sr des particules de silicium eutectique (flèches) dans l'alliage A (~15 ppm P).....	130
Figure 3.38 Micrographie optique illustrant une modification hétérogène au Sr des particules de silicium eutectique dans l'alliage I. ....	130

Figure 3.39 Micrographie optique montrant l'absence de modification des particules de silicium eutectique dans l'alliage III.....	131
Figure 3.40 Micrographie optique montrant une modification au Sr dans une section (encadré 2) située près des aiguilles $\beta$ (1) dans l'alliage II.....	132
Figure 4.1 Éprouvettes de traction (2) formées par le moule «Stahl».....	150
Figure 4.2 Courbe contrainte-déformation typique.....	151
Figure 4.3 Propriétés de traction de l'alliage de base 413 en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	164
Figure 4.4 Propriétés de traction de l'alliage A en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	164
Figure 4.5 Propriétés de traction de l'alliage B en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	165
Figure 4.6 Propriétés de traction de l'alliage C en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	165
Figure 4.7 Propriétés de traction de l'alliage D en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	166
Figure 4.8 Propriétés de traction de l'alliage E en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	166
Figure 4.9 Propriétés de traction de l'alliage F en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	167
Figure 4.10 Propriétés de traction de l'alliage G en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	167
Figure 4.11 Propriétés de traction de l'alliage H en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	168
Figure 4.12 Propriétés de traction de l'alliage 413P en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	176
Figure 4.13 Propriétés de traction de l'alliage I en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	176
Figure 4.14 Propriétés de traction de l'alliage II en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	177

Figure 4.15 Propriétés de traction de l'alliage III en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	177
Figure 4.16 Propriétés de traction de l'alliage IV en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	178
Figure 4.17 Propriétés de traction de l'alliage V en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	178
Figure 4.18 Propriétés de traction de l'alliage DP en fonction de la température de vieillissement artificiel.....	179

## **LISTE DES TABLEAUX**

Tableau 2.1	Composition des éléments alliés constituant les alliages A413.1 et 413.0...65
Tableau 2.2	Réactions chimiques ayant lieu durant la solidification des alliages 413.0..65
Tableau 3.1	Compositions chimiques des alliages de base 413 et des alliages A à H. ....77
Tableau 3.2	Compositions chimiques des alliages de la série phosphore. ....78
Tableau 3.3	Analyse de silicium (Alliages 413.0, A à H). ....84
Tableau 3.4	Analyse thermique et réactions chimiques (alliages 413, alliages A à E). ...90
Tableau 3.4	(Suite) Analyse thermique et réactions chimiques (Alliages F-H). ....91
Tableau 3.5	Température eutectique et dépression eutectique correspondant aux différents alliages. ....98
Tableau 3.6	Compositions des phases intermétalliques dans l'alliage H. ....106
Tableau 3.7	Compositions des phases intermétalliques observées pour le noyau et le rebord de l'échantillon d'alliage F (figure 3.23) par analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde (WDS).....118
Tableau 3.8	Compositions des phases intermétalliques observées pour la plaque et les aiguilles de l'échantillon d'alliage F, illustré à la figure 3.28, au moyen de l'analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde (WDS).....122
Tableau 3.9	Compositions des phases intermétalliques observées pour la plaque et les aiguilles de l'échantillon d'alliage V (analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde). ....128
Tableau 3.10	Analyse de silicium (Alliages série phosphore). ....134
Tableau 3.11	Surface moyenne ( $\mu$ ) des particules de Si ( $\mu\text{m}^2$ ) et écart-type ( $\sigma$ ). ....137
Tableau 3.12	Longueur moyenne ( $\mu$ ) des particules de Si ( $\mu\text{m}$ )et écart-type ( $\sigma$ ). ....138
Tableau 3.13	Rondeur moyenne ( $\mu$ ) des particules de Si (ratio) et écart-type ( $\sigma$ ). ....139

Tableau 3.14 Densité moyenne ( $\mu \times 10^3$ ) du Si (no particules de Si/ surface) .....	140
Tableau 4.1 Propriétés de traction des alliages après coulée.....	155
Tableau 4.2 Effet de l'ajout d'éléments alliés à l'alliage 413.0 de base sur les propriétés de traction des alliages après coulée. ....	155
Tableau 4.3 Propriétés de traction des alliages après mise en solution.....	157
Tableau 4.4 Effet de l'ajout d'éléments alliés à l'alliage 413.0 de base sur les propriétés de traction des alliages après mise en solution. ....	157
Tableau 4.5 Propriétés de traction des alliages A à H après traitements thermiques. ....	159
Tableau 4.5 (Suite) Propriétés de traction des alliages A à H après traitements thermiques.....	160
Tableau 4.6 Effet de l'ajout d'éléments alliés à l'alliage 413.0 sur les propriétés de traction après traitements thermiques. ....	162
Tableau 4.6 (Suite) Effet de l'ajout d'éléments alliés à l'alliage 413.0 sur les propriétés de traction après traitements thermiques.....	163
Tableau 4.7 Propriétés de traction des alliages I à IX, DP après traitements thermiques. ....	171
Tableau 4.7 (Suite) Propriétés de traction des alliages I à IX et DP après traitements thermiques.....	172
Tableau 4.8 Comparaison entre les propriétés de traction des alliages I à IX, DP et l'alliage de base 413P après traitements thermiques. ....	174
Tableau 4.8 (Suite) Comparaison entre les propriétés de traction des alliages I à IX, DP et l'alliage de base 413P après traitements thermiques. ....	175

# **CHAPITRE 1**

## **INTRODUCTION**

# **CHAPITRE 1**

## **INTRODUCTION**

### **1.1 PROBLÉMATIQUE**

Il existe de nombreux alliages d'aluminium et ceux-ci sont regroupés en deux grandes classes, notamment les alliages corroyés et les alliages de fonderie. Dans le cas des alliages corroyés, on procède à la mise en forme des produits finis par déformation à chaud des lingots ou des billettes selon un mode de coulée continue. Pour les alliages de fonderie, les pièces coulées ont leur forme définitive après démoulage et ne subissent pas de déformation plastique ultérieure.

L'utilisation d'alliages aluminium de fonderie dans les composantes des automobiles a considérablement augmenté au cours des dix dernières années, en raison de leur poids léger et de leurs avantages liés à la réduction de la consommation en énergie de carburant. Un autre avantage, important du point de vue environnemental, est le fait que l'aluminium des composantes automobiles peut être recyclé indéfiniment et à des coûts en énergie relativement bas.

Cependant, pour produire des alliages d'aluminium recyclé, on doit avoir recours à des procédés permettant de contrôler la proportion d'éléments alliés. Ces traitements chimiques sont très coûteux et pour la plupart très polluants pour l'environnement. Une méthode permettant d'éliminer les traitements chimiques appliqués aux alliages d'aluminium recyclés et d'améliorer leurs propriétés mécaniques est la modification de la microstructure des alliages.

Parmi les alliages d'aluminium, les alliages de fonderie aluminium-silicium (Al-Si) sont reconnus pour leur bonne coulabilité et leurs bonnes propriétés mécaniques. Les alliages étudiés dans le cadre de ce travail de recherche sont des alliages de fonderie Aluminium Silicium (Al~11.3%Si) eutectiques de désignation 413.0, selon les normes de l'Aluminium Association. L'ajout de Mg, Cu et Zn permet de rendre les alliages de type 413.0 traitables thermiquement, fournissant ainsi les moyens d'améliorer leurs propriétés mécaniques grâce à l'utilisation de traitements thermiques appropriés.

Les propriétés mécaniques d'un alliage de fonderie Al-Si eutectique sont principalement déterminées par sa composition en éléments alliés, par sa structure de coulée et par ses constituants microstructuraux tels que la taille de grain, l'espace interdendritique (DAS), les dimension, forme et distribution des particules de silicium eutectique et du silicium primaire, aussi bien que par la morphologie et la quantité des phases intermétalliques en présence. Tous les paramètres susmentionnés se trouvent complètement changés à la suite de l'application de traitements thermiques qui, en retour, influencent les propriétés mécaniques des alliages.

Le présent travail de recherche s'inscrit dans le cadre des projets menés par la Chaire CRSNG-GMC-UQAC des Technologies Avancées des Métaux Légers pour les Applications Automobile (TAMLA). Il fut entrepris dans le but d'étudier les changements microstructuraux et les variations dans les propriétés de traction résultant de l'ajout d'éléments alliés - magnésium (Mg), cuivre (Cu), argent (Ag), nickel (Ni), zinc (Zn), strontium (Sr), cérium (Ce), lanthane (La) et phosphore (P) - à l'alliage de base 413.0, suite à l'application de traitements thermiques tels que la mise en solution, la trempe et le vieillissement artificiel. L'élément chimique phosphore (P), pour l'affinage du silicium primaire, est étudié du point de vue de ses interactions avec le strontium (Sr) lors du processus de modification de la microstructure de l'alliage de base 413.0, cela dans diverses conditions de traitements thermiques.

Les propriétés de traction étudiées sont la contrainte ultime, la limite d'élasticité et l'allongement à la rupture (déformation). Les éléments alliés susmentionnés, suivant leur composition dans les divers alliages, contribuent à effectuer un renforcement de la contrainte ultime et de la limite d'élasticité, auxquelles correspond généralement une diminution de l'allongement à la rupture (déformation). Ainsi, des compromis sont faits entre la nécessité d'obtenir des valeurs élevées de contrainte ultime et de limite d'élasticité d'une part, et celle d'obtenir une déformation ou une ductilité qui soit suffisante d'autre part. Une valeur de l'allongement à la rupture (déformation) de l'ordre d'environ 2% (minimum) est ciblée dans le cas de l'alliage 413.0 de base modifié au Sr.

Diverses expériences en laboratoire, jumelées à des analyses, sont effectuées en relation avec des données générales puisées dans la littérature concernant différents alliages d'aluminium de fonderie. Les spécifications relatives aux diverses compositions en éléments alliés et les traitements thermiques à appliquer aux alliages de type 413.0 étudiés, sont fournies par General Motors Corporation (GMC). Ces expériences en laboratoire et ces analyses permettent de formuler certaines conclusions et recommandations concernant les modifications de microstructure et de propriétés de traction des alliages étudiés, en fonction de leur composition respective en éléments alliés et des traitements thermiques qui leur sont appliqués.

## 1.2 OBJECTIF

Ce travail de recherche vise les principaux objectifs suivants :

1. Étudier l'effet de la composition chimique en éléments alliés, notamment les Mg, Cu, Ag, Ni, Zn, Sr, Ce, La et P, et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés de traction de divers alliages de type 413.0;
2. Déterminer, à partir des courbes de contrainte-déformation obtenues pour l'ensemble des alliages de type 413.0 étudiés, quels sont les alliages ayant des propriétés de traction optimales dans des conditions de traitements thermiques données;
3. Étudier l'effet des interactions phosphore-strontium (P-Sr) et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés de traction de l'alliage 413.0 de base modifié au Sr;
4. Caractériser chacun des alliages étudiés par le traçage de leur courbe respective de solidification et de leur courbe dérivée. Les premières décrivent l'évolution de la température de solidification des alliages étudiés en fonction du temps, et les secondes décrivent les étapes de formation des différentes phases en présence dans ces alliages.

### 1.3 MÉTHODOLOGIE DE RECHERCHE UTILISÉE

Différents éléments d'addition sont incorporés, en diverses combinaisons et proportions, à l'alliage de base 413.0. Parmi ceux-ci on retrouve les éléments alliés, notamment les Cu, Mg, Ni, Zn, Ag et Sr, et les métaux terres rares Ce et La qui améliorent les propriétés de traction de l'alliage de base 413.0. De plus, du phosphore (P) est ajouté pour l'affinage du silicium primaire. L'alliage est fondu dans un creuset de carbure de calcium d'une capacité de 28 kg, à l'aide d'une fournaise électrique. La température du métal est amenée à ~735 °C et est maintenue pour le reste de la procédure de fusion, notamment pour l'addition des différents éléments alliés, la modification au strontium, l'affinage de la taille du grain, le dégazage et la mise en forme.

Par la suite, le métal liquide est dégazé par injection d'argon pur. Une analyse chimique est effectuée à trois endroits différents pour chaque alliage coulé, afin d'établir un échantillonnage de concentrations représentatif de tous les éléments présents. Les alliages ainsi obtenus sont mis en forme dans un moule permanent (type ASTM B-108) préchauffé à une température de 400 °C. Le moule permet de couler 2 éprouvettes de traction. Les éprouvettes de traction sont testées à l'aide de la presse mécanique « Instron », à une vitesse de chargement de 5 mm/min (0,2 po/min). Tous les essais de traction ont été réalisés conformément à la norme ASTM B557, à température ambiante.

Les valeurs des courbes contrainte-déformation des éprouvettes de traction de chacun des alliages ont été recueillies au moyen d'un système d'acquisition de données, relié à un extensomètre fixé directement sur l'échantillon d'alliage sollicité en traction sur la presse «Instron». Ces données sont traitées par un logiciel éprouvé qui transforme l'allongement en déformation et la force, en contrainte.

Dans le cas des alliages A à H, des essais de traction sont tout d'abord effectués sur des éprouvettes de chacun des alliages, après coulée, et sur des éprouvettes de chacun des alliages, après mise en solution. De plus, des traitements thermiques sont effectués sur les alliages étudiés au moyen d'un four « Pyradia ». Ces traitements thermiques sont effectués selon deux modes, à savoir un mode de mise en solution et un mode de trempe auxquels correspondent, pour chacun, 5 modes de vieillissement artificiel. Par ailleurs, dans le cas des alliages de la série phosphore (série I à IX), des essais de traction sont effectués sur les éprouvettes de chacun des alliages, après coulée et après traitements thermiques à 5 différentes températures de vieillissement.

Dans la mise en solution, le four susmentionné est préprogrammé selon un cycle tel que, pour chaque fournée d'éprouvettes, la température est portée à 495°C en une période de 2 heures, à partir de la température de la pièce. La température de mise en solution de 495°C est alors maintenue durant une période de 4 heures. Une fois la mise en solution complétée, le refroidissement des éprouvettes, c'est-à-dire la trempe, est effectué à partir de la température de 495 °C jusqu'à la température ambiante. Le montage pour effectuer la trempe à l'eau consiste en un bac d'eau dont la température est voisine de 60 °C et dans lequel seront plongées les éprouvettes sortant du four.

Une fois le refroidissement par la trempe terminé, les éprouvettes sont réchauffées dans le four selon l'un des 5 modes choisi de vieillissement artificiel (préprogrammé dans le four susmentionné). Ces modes de vieillissement artificiel consistent à porter à tour de rôle la température d'une fournée d'éprouvettes à l'une ou l'autre des 5 températures de vieillissement artificiel, soient 155 °C, 180 °C, 200 °C, 220 °C et 240 °C et ce, en une période de ½ heure à partir de la température de la pièce. Chacune de ces 5 températures de vieillissement artificiel est maintenue durant une période de 5 heures. Le refroidissement, au terme du vieillissement artificiel, est alors effectué à l'air ambiant. Par la suite, les essais de traction sont effectués sur les éprouvettes après coulée, sur les éprouvettes après mise en solution seule et sur les éprouvettes traitées thermiquement.

Des analyses thermiques ont ensuite été effectuées sur les lingots des alliages étudiés. Ces expériences consistaient à fondre des échantillons à ~725 °C et à les verser dans un moule en graphite à 600 °C. À l'aide de thermocouples de type K, installés au centre du lingot de métal en fusion et connectés à un ordinateur utilisant un logiciel, les courbes de solidification et leur dérivée sont tracées. Les courbes de solidification décrivent l'évolution de la température de solidification des alliages étudiés en fonction du temps, et les courbes dérivées décrivent les étapes de formation des diverses phases présentes dans ces alliages.

## **CHAPITRE 2**

## **REVUE BIBLIOGRAPHIQUE**

## CHAPITRE 2

### REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

#### 2.1 INTRODUCTION

Les qualités spécifiques des alliages d'aluminium de fonderie sont, notamment, une bonne coulabilité, des températures de fusion peu élevées, l'absence de fissuration à chaud et une bonne répartition des porosités due au retrait lors de la solidification<sup>1</sup>. Les alliages aluminium-silicium (Al-Si) de fonderie sont les plus utilisés en raison de leur très bonne coulabilité et de leur bonne résistance à la corrosion.

Les propriétés mécaniques et les caractéristiques structurales des alliages Al-Si de fonderie sont affectées de façon marquée par leur composition en éléments alliés et par les traitements thermiques auxquels ils sont soumis<sup>2</sup>. Les facteurs métallurgiques propres aux alliages de fonderie de base Al-Si sont considérés en vue d'obtenir une performance de service optimale dans le cadre de leurs applications.

D'une part, une étude concernant l'effet d'un certain nombre d'éléments alliés sur les propriétés mécaniques de divers alliages de base Al-Si, est effectuée. Les principaux éléments alliés considérés sont les cuivre, magnésium, nickel, zinc, strontium, phosphore, et les métaux terres rares dont les cérium, lanthane et néodyme.

D'autre part, l'effet des traitements thermiques tels que la mise en solution, la trempe et le vieillissement sur les propriétés mécaniques des alliages susmentionnés est aussi considéré. Les principales propriétés mécaniques étudiées sont la contrainte ultime en traction ou contrainte ultime, la limite d'élasticité, la dureté et la déformation à la rupture des divers alliages.

## 2.2 EFFET DES ÉLÉMENTS ALLIÉS

Les éléments alliés contenus dans les alliages d'aluminium de base Al-Si donnent une microstructure complexe, dans laquelle les deux phases principales consistent en une matrice de solution solide d'aluminium (Al) et une phase de silicium (Si)<sup>3,6,8</sup>. Comme illustré sur le diagramme de phase Al-Si de la figure 2.1, le point eutectique correspond à une proportion de Si de 11.7% à la température de 577 °C .

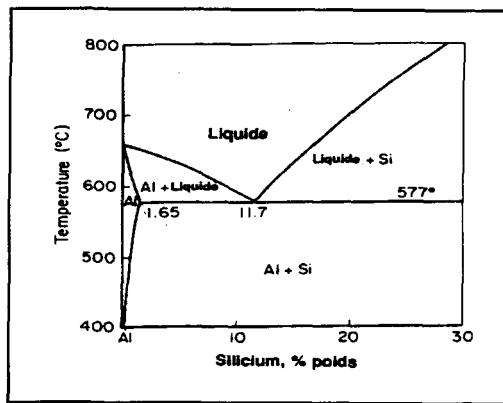


Figure 2.1 Diagramme d'équilibre des phases Al-Si<sup>7</sup>.

Les alliages Al-Si eutectiques consistent essentiellement en une matrice de solution solide d'aluminium relativement ductile contenant une variété de particules non ductiles, ou réseaux de silicium, et des composés intermétalliques variés. La forme et la distribution de ces constituants contrôlent largement le comportement de ces alliages. Les éléments alliés ainsi que les principales impuretés affectent radicalement les propriétés mécaniques de l'aluminium Al-Si de base. En plus de ses effets sur d'autres propriétés, le silicium, lorsqu'il a une forme globulaire et qu'il est distribué adéquatement, augmente la résistance mécanique et la ductilité de la matrice d'aluminium<sup>3,6,8</sup>.

Les éléments alliés, suivant leur composition dans les divers alliages, contribuent en général à augmenter la contrainte ultime en traction et la limite d'élasticité. Ces modifications engendrent généralement une diminution de la déformation à la rupture. En effet, plus la contrainte ultime en traction et la limite d'élasticité sont élevées, moins la déformation à la rupture est grande. Par conséquent, des compromis doivent être constamment faits entre la nécessité d'obtenir des valeurs élevées de contrainte ultime en traction et de limite d'élasticité d'une part, et l'obtention d'une déformation à la rupture ou d'une ductilité suffisante, d'autre part. Par exemple, Watkins et Kondic<sup>3</sup> rapportent une contrainte de 170 MPa dans le cas d'un alliage Al-Si de composition de type eutectique, comparativement à une valeur de 46 MPa pour l'aluminium ne comportant pas d'éléments alliés d'addition.

Cependant, la situation est altérée par la présence d'éléments alliés dans certains alliages Al-Si eutectiques dont les composés intermétalliques qui sont plus fragiles que les particules de silicium. Dès lors, la rupture de l'alliage est initiée à partir des composés intermétalliques. Il a été établi que, dans les alliages Al-Si binaires eutectiques, les fissures prennent naissance dans les particules de silicium, en particulier aux frontières des cellules de dendrites. Ces fissures se répandent alors à la matrice d'aluminium et initient une rupture ductile. En pratique les alliages Al-Si eutectiques sont caractérisés comme des matériaux qui, une fois traités thermiquement, possèdent une résistance mécanique et une dureté relativement élevées, mais qui ont une ductilité faible à des températures moyennement élevées ou ambiantes.

### 2.2.1 Effet spécifique du cuivre (Cu)

Le cuivre (Cu) est l'un des principaux éléments alliés de l'aluminium de fonderie, et il contribue de façon marquée à améliorer la résistance mécanique et la dureté des alliages soumis à des traitements thermiques<sup>5,6</sup>. Tel qu'illustré sur le diagramme d'équilibre de phase Al-Cu de la figure 2.2, la plus grande proportion de cuivre est présente en solution solide à l'intérieur de la matrice d'aluminium, avec une limite de solubilité à l'équilibre du cuivre dans l'aluminium qui diminue de 5,5 % sur la courbe liquidus à 0,2% à la température de la pièce.

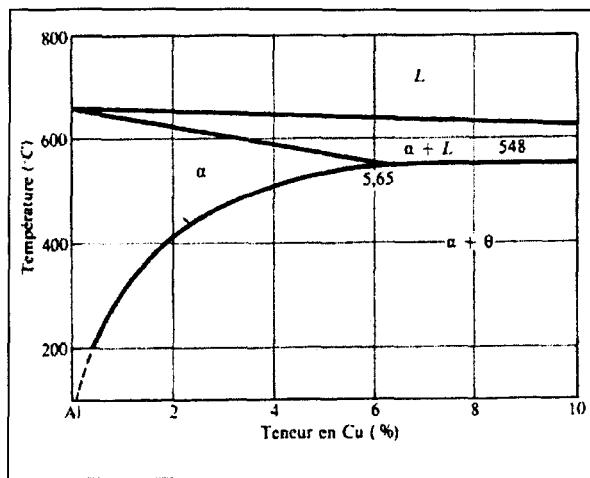


Figure 2.2 Diagramme d'équilibre des phases Al-Cu<sup>1</sup>.

L'effet du cuivre sur l'aluminium est substantiel, cela étant attribuable à la différence plutôt importante entre les paramètres du réseau cristallin des atomes constituants de cuivre et ceux de l'aluminium. Les interactions élastiques qui existent entre les atomes de soluté et les dislocations rendent plus difficile le glissement de ces dernières au-delà des atomes de soluté. De plus, l'énergie des défauts d'empilement de la matrice est réduite par la présence du cuivre, rendant ainsi le glissement latéral plus difficile<sup>2,3,5,6</sup>.

Les effets du cuivre sur la séquence de précipitation des alliages Al-Mg-Si ont été étudiés, et il a été déterminé que le cuivre améliore habituellement la cinétique de précipitation. Tandis que certains investigateurs attribuent cela au phénomène de raffinement de la microstructure, d'autres soutiennent que la présence du cuivre change également la séquence de précipitation<sup>5,6</sup>.

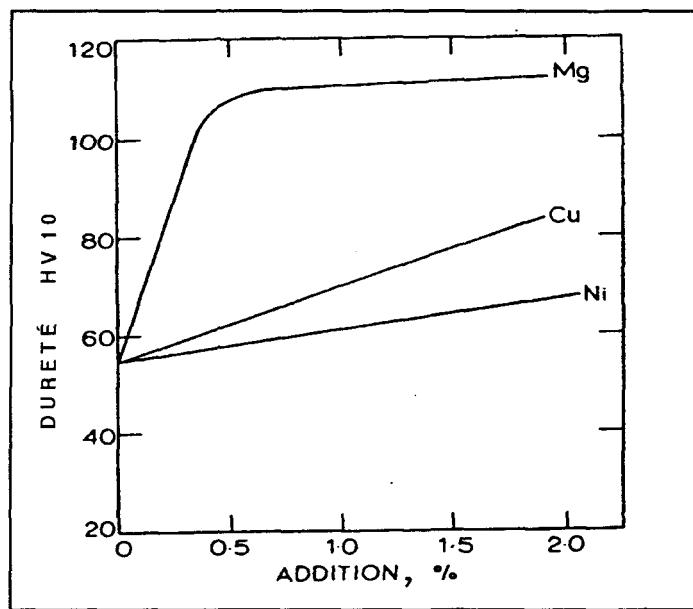


Figure 2.3 Effet des éléments alliés Mg, Cu et Ni sur la dureté d'un alliage Al-Si<sup>3</sup>.

Le cuivre (Cu) produit une augmentation significative de la dureté HV (figure 2.3) et de la contrainte ultime en traction, ou contrainte ultime (figure 2.4) d'un alliage typique, soit un incrément de 15% de renforcement. De plus, le rôle du cuivre dans le renforcement par précipitation de la résistance des alliages Al-Mg-Si a été étudié par nombre d'auteurs. Pashley et al.<sup>3</sup> rapportent que la présence de cuivre mène à la formation d'un précipité ayant une structure beaucoup plus fine dans les échantillons soumis à un vieillissement artificiel, et entraîne ainsi une meilleure résistance mécanique suite à ce traitement thermique. Des résultats similaires ont été obtenus par Suzuki et al.

L'effet le plus significatif du cuivre se situe au troisième stade de la séquence de précipitation. Pour les alliages de Al-Mg-Si, ce troisième stade est la phase  $\beta'$ , qui a une forme de tiges avec une structure hexagonale. Avec l'addition de cuivre aux alliages Al-Mg-Si, des précipités ayant la forme de lattes sont observés; leur quantité croîtrait avec l'augmentation de la composition en cuivre. Plus récemment, Chakrabarti et al.<sup>5</sup> ont suggéré que cette phase en forme de lattes pourrait être un précurseur de la phase Q, nommée Q'. L'addition de cuivre a également été rapportée comme un élément qui réduit les effets négatifs du vieillissement naturel.

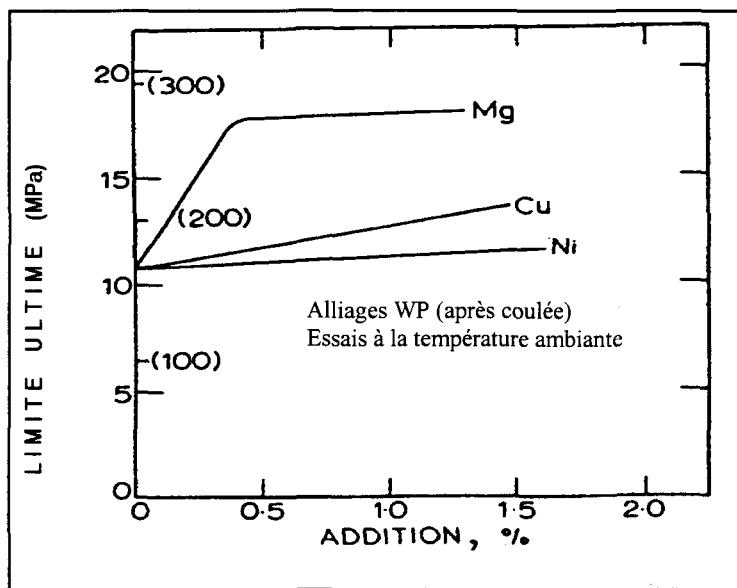


Figure 2.4 Effet des éléments alliés Mg, Cu et Ni sur la contrainte ultime d'un alliage Al-Si<sup>3</sup>.

### 2.2.2 Effet spécifique du magnésium (Mg)

Le magnésium (Mg) est un élément de renforcement structural plus puissant que le cuivre, surtout dans la plage 0 à 0,4 en % d'éléments alliés d'addition, comme montré ci-dessus aux figures 2.3 et 2.4. Le magnésium (Mg) est présent surtout sous la forme de complexe Mg<sub>2</sub>Si, dont une petite partie seulement va dans la matrice d'aluminium ou dans d'autres composés<sup>2,6,9</sup>. Tel qu'indiqué sur le diagramme d'équilibre des phases Al-Mg de la figure 2.5, la limite de solubilité du magnésium est relativement élevée, se situant à 17.4% à une température de 450 °C. Au-dessus de la limite de solubilité, le magnésium apparaît typiquement, comme un constituant primaire grossier, sous la forme de caractère d'écriture<sup>2,7</sup>.

Le magnésium doit subir des traitements thermiques pour que son effet soit pleinement observable. Cela est prévisible puisque le magnésium agit principalement lors de la précipitation en solution solide. Les alliages contenant du magnésium subissent une augmentation importante de leur dureté avec le vieillissement structural. Les effets des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques des alliages Al Si Mg sont intimement liés au contenu en magnésium et en silicium. L'augmentation de la concentration en magnésium mène à une augmentation de la résistance mécanique et à une réduction de la ductilité, tandis que l'augmentation de la concentration en silicium a pour effet principal de réduire la ductilité<sup>1,2,9</sup>.

### 2.2.3 Effet spécifique du nickel (Ni)

Le nickel (Ni) a une contribution relativement plus faible aux propriétés mécaniques des alliages Al-Si, que celles du cuivre et du magnésium (figures 2.3 et 2.4). Le nickel a traditionnellement été utilisé dans une proportion de 2-3% parce qu'il était censé améliorer les propriétés mécaniques des alliages utilisés à de hautes températures<sup>3</sup>.

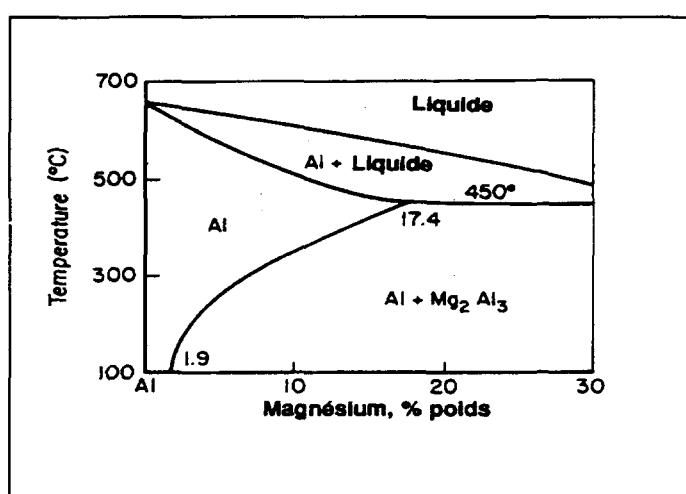


Figure 2.5 Diagramme d'équilibre des phases Al-Mg<sup>7</sup>.

Toutefois, comme indiqué à la figure 2.6, il n'y a pas de facteur sûr permettant de corroborer cette vision puisque pour des compositions en nickel de 0,1% et moins, de 1,1% et de 1,9%, la contrainte ultime en traction ne diffère pas significativement d'une composition en nickel à une autre. Ce qui peut sembler surprenant, car les composés de nickel dispersés à l'intérieur de la microstructure laissent supposer que les propriétés mécaniques sont améliorées par la présence de nickel<sup>3</sup>.

Cependant, l'espacement inter particules des composés  $Al_3Ni$  étant considérable, de l'ordre de  $50\mu m$ , cette distance importante ne permettrait pas un durcissement par dispersion perceptible. Par ailleurs, il pourrait être possible que les composés de nickel prennent place selon un processus de durcissement par fibre, mais cela ne saurait apporter une contribution significative puisque le réseau de fibres de silicium en grand volume annihilerait cet effet du nickel<sup>3</sup>.

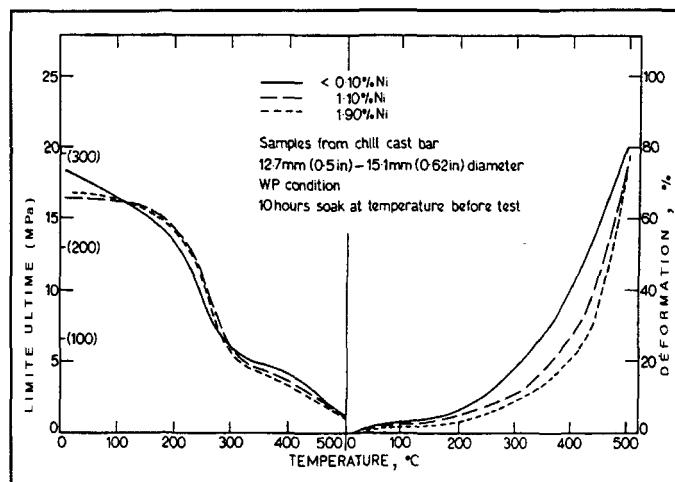


Figure 2.6 Contrainte ultime et déformation d'alliages Al-Si selon leur contenu en Ni<sup>3</sup>.

#### **2.2.4      Effet spécifique du zinc (Zn)**

L'addition de zinc, en tant qu'élément allié aux alliages d'aluminium de fonderie contenant du cuivre et du magnésium en proportions suffisantes et étant soumis à des traitements thermiques appropriés, permet d'obtenir une microstructure intéressante et une bonne résistance mécanique. Dans un système Al-Zn-Mg-Cu, le zinc et le magnésium conditionnent le processus de vieillissement, et le cuivre contribue à accélérer le vieillissement en augmentant le degré de sursaturation de la phase  $\text{CuMgAl}_2$ <sup>1,9</sup>.

#### **2.2.5      Effet spécifique de l'argent (Ag)**

L'argent possède une solubilité très élevée dans l'aluminium (jusqu'à 55%). Des additions, en tant qu'élément allié, de petites quantités d'argent de l'ordre de 0,1 à 0,6% sont efficaces pour augmenter la résistance mécanique des alliages Al-Zn-Ag ainsi que pour améliorer leur résistance à la corrosion de contrainte<sup>9</sup>.

### 2.2.6 Effet relatif des Cu, Mg et Ni

La contribution relative des principaux éléments alliés d'addition (Cu, Mg et Ni) à la valeur totale de la contrainte ultime en traction à température élevée, est illustrée à la figure 2.7. On voit que l'effet de renforcement de la contrainte ultime en traction du magnésium et du cuivre s'estompe rapidement lorsque l'alliage est maintenu à des températures excédant 225 à 250 °C<sup>3</sup>.

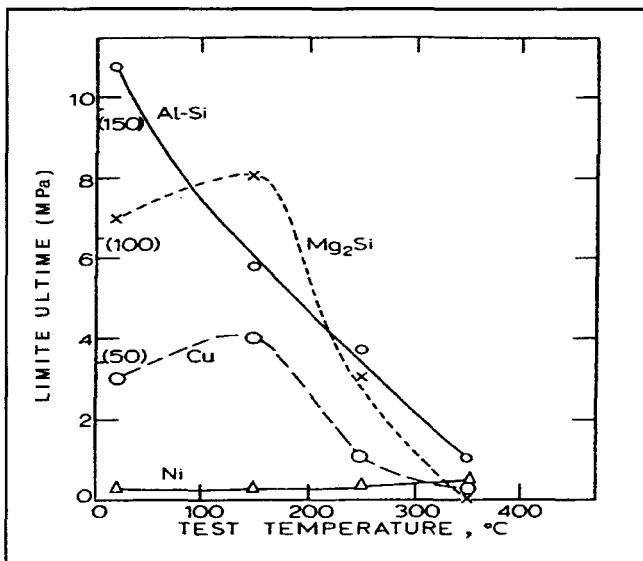


Figure 2.7 Contrainte ultime en fonction de la température selon le contenu en Mg, Cu, Ni<sup>3</sup>.

Dans le cas du magnésium, cet affaiblissement de la contrainte ultime en traction s'explique par le phénomène de sur vieillissement qui se produit au voisinage de la plage de température 225-250 °C. Dans le cas du cuivre, la baisse de la contrainte ultime en traction au voisinage de la plage de température susmentionnée pourrait être imputable au passage des dislocations qui est facilité, soit par le contournement des atomes de soluté, soit par un processus d'escalade<sup>1,2,3,9</sup>.

Par conséquent, ces alliages tendent à être structurellement instables au-dessus des températures avoisinant 225 °C. Les effets qu'exercent le cuivre, le magnésium et le nickel sur la contrainte ultime en traction d'un alliage Al-Si eutectique de base, en fonction des températures d'essai et selon la composition relative de chacun des éléments alliés d'addition, sont illustrés sur la figure 2.8; pour chacune des températures d'essai, un cumulatif des contributions respectives à la contrainte ultime à la traction de chacun des principaux éléments alliés d'addition Mg, Cu et Ni est illustré<sup>3</sup>.

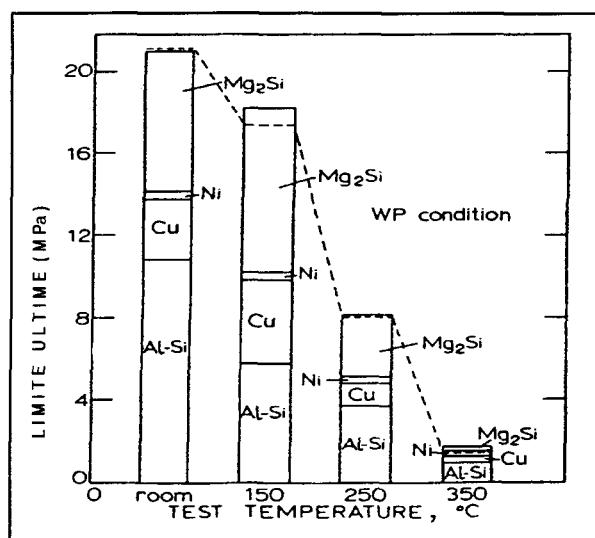


Figure 2.8 Effet cumulatif des Mg, Cu et Ni sur la contrainte ultime d'un alliage Al Si en fonction de la température d'essai<sup>3</sup>.

### 2.2.7 Effet de la modification par le strontium (Sr)

Le silicium contenu dans les alliages de composition eutectique est normalement de forme aciculaire, et une addition de strontium transforme celle-ci en une morphologie globulaire. Bien que le silicium apparaisse sous la forme de particules discrètes, celui-ci est en fait constitué d'un réseau de fibres interconnectées<sup>12,13,16</sup>. Le strontium est utilisé en conjugaison avec des traitements thermiques afin de procéder à la modification ou à l'altération de la forme du silicium de l'eutectique des alliages Al-Si. En l'absence de modification, le silicium de l'eutectique est caractérisé par des plaques ou aiguilles plutôt grossières (figure 2.9B). Comme dans toute microstructure de ce type, les propriétés de contraintes mécaniques et la ductilité mesurée en pourcentage de déformation ne sont pas aussi élevées que celles associées à des constituants de dimensions plus petites et de formes arrondies<sup>19</sup>.

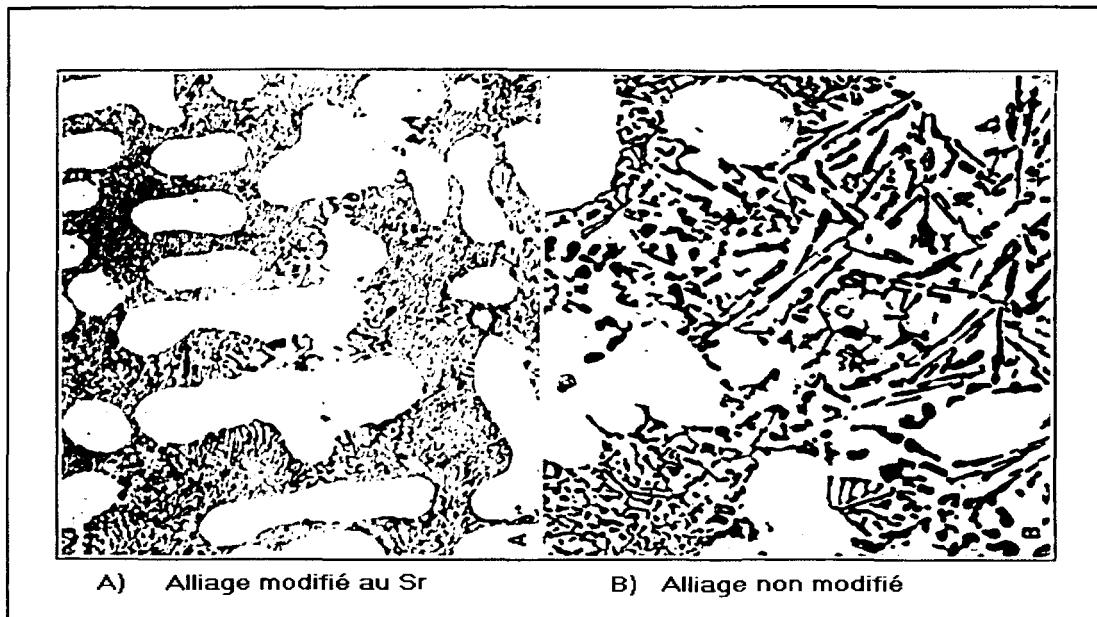


Figure 2.9 Effet de la modification au strontium d'un alliage Al-Si<sup>2</sup>.

Le strontium, suivant sa composition dans les divers alliages, contribue généralement à effectuer une modification des phases en présence car il réagit avec les phases de précipitation du silicium, rendant sphéroïdes les particules de silicium. Cela contribue à diminuer les concentrations de contraintes et, conjointement avec les traitements thermiques appropriés de mise en solution, trempe et vieillissement artificiel, favorise l'obtention de meilleures propriétés de traction<sup>11</sup>. Ainsi, au moyen de la modification par addition de strontium et de traitements thermiques, la morphologie du constituant aluminium-silicium peut être changée : d'aiguilles grossières, elles prennent une forme sphérique fine (figure 2.9A) par un processus appelé, sphéroidisation. Ce processus entraîne une augmentation de la contrainte ultime et de la déformation à la rupture, en raison d'une microstructure de fibres interconnectées et d'une amélioration des caractéristiques de coulée de l'alliage<sup>16,17</sup>.

Toutefois, l'effet du strontium comme agent de modification est atténué par la présence de phosphore qui réagit avec le strontium. Ainsi, les alliages contenant des concentrations élevées de phosphore requièrent de plus grandes quantités de strontium pour produire une structure acceptable<sup>14</sup>. Les interactions entre le phosphore et le strontium ont été déterminées expérimentalement jusqu'à un certain point, et sont illustrées à la figure 2.10. On peut y observer que, pour avoir une morphologie fibreuse (F) avec un certain niveau de phosphore en présence, il faut augmenter la quantité de strontium. Pour des concentrations intermédiaires en Sr, la structure est lamellaire (L); et pour de basses valeurs elle est aciculaire (A)<sup>7</sup>.

### 2.2.8 Effet de l'affinage du silicium primaire par le phosphore

Les gros cristaux primaires de silicium affectent défavorablement les propriétés mécaniques des alliages Al-Si. Des recherches considérables ont été effectuées dans le but de réduire la taille des cristaux de silicium primaire. Il s'est avéré que le phosphore, lorsqu'il est incorporé au métal en fusion, permet de réduire la taille du silicium primaire de façon substantielle<sup>20,22</sup>. L'affinage au phosphore doit être effectué dans le métal en fusion lors du processus de solidification, puisqu'il n'y a pas de moyen d'affiner les gros cristaux de silicium primaire lorsqu'ils ont été formés après coulée<sup>29</sup>. Dès lors, le processus d'affinage du silicium primaire en est un dans lequel la fonderie est très importante.

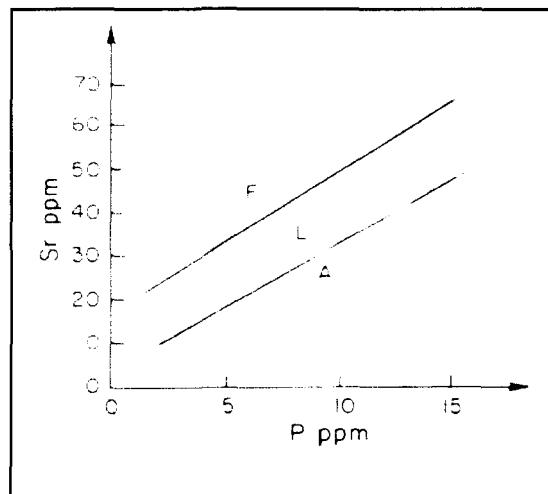


Figure 2.10 Interactions strontium-phosphore dans un alliage A356 pour un temps de solidification de 60 sec<sup>7</sup>.

Les propriétés de traction des alliages Al-Si sont améliorées par l'affinage au phosphore puisqu'il produit une distribution plus uniforme et des dimensions plus fines de la phase fragile du silicium. Les améliorations des propriétés de traction peuvent varier de 10% à 100% selon la concentration de silicium de l'alliage Al-Si<sup>20</sup>. Comme on peut le constater à la figure 2.11, il y a un affinage optimum du silicium primaire avec l'ajout de seulement 0,05% de phosphore. L'affinage du silicium primaire est produit par des particules de phosphides d'aluminium insolubles (AIP). Celles-ci se forment dans le métal en fusion suite à l'addition du phosphore, et agissent en tant que nucléants hétérogènes pour les cristaux de silicium primaires en raison de leur structure cristalline similaire<sup>23,25,28,30</sup>. La constante du réseau cristallin pour le silicium primaire est de 5,43 Å, alors que celle des particules de AIP est de 5,45 Å.

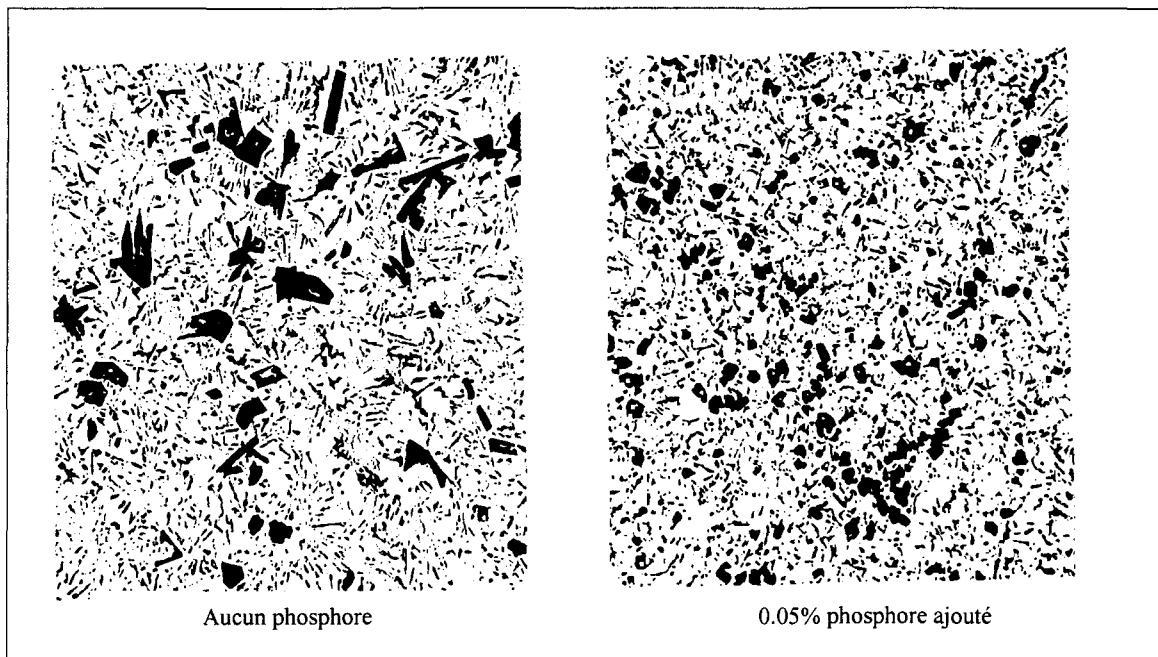


Figure 2.11 Affinage du silicium primaire par le phosphore<sup>20</sup>.

La figure 2.12 montre l'effet de l'affinage du silicium primaire sur la résistance en traction des alliages Al-Si contenant entre 12% et 24% de silicium. On peut voir que la résistance en traction des alliages non affinés diminue drastiquement avec l'augmentation du silicium. Par ailleurs, on constate que la résistance en traction des alliages affinés au phosphore diminue avec le silicium mais qu'elle tend à se stabiliser au voisinage des concentrations entre 18 et 23% de silicium<sup>20</sup>.

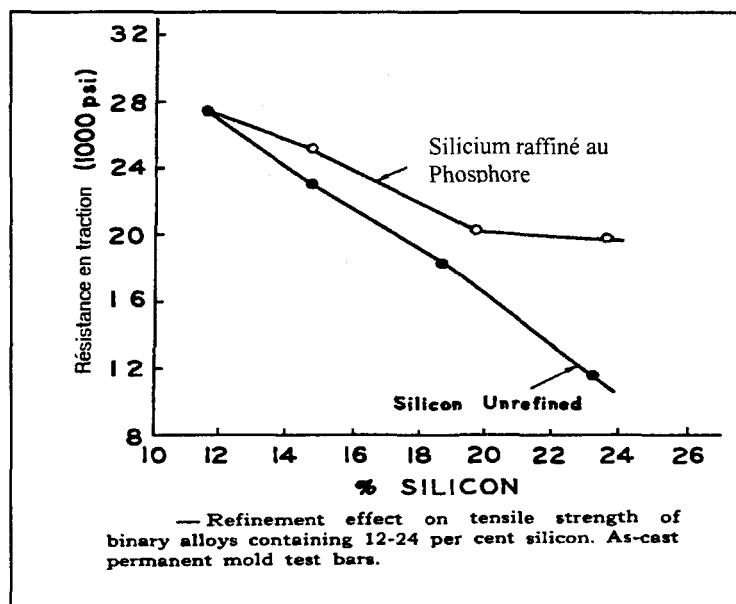


Figure 2.12 Variations de la résistance en traction en fonction de la composition en silicium pour des alliages affinés et non affinés au phosphore<sup>20</sup>.

### 2.2.9 Effet des métaux terres rares

Les propriétés mécaniques des alliages Al-Si peuvent également être améliorées par l'ajout de métaux terres rares. Les métaux terres rares peuvent être ajoutés aux alliages Al-Si sous la forme de métaux purs dont, entre autres, le cérium (Ce), le lanthane (La) et le néodyme (Nd), ou sous la forme de « mishmetals » terres rares. Les effets bénéfiques individuels de ces métaux terres rares sur les propriétés de contrainte en traction peuvent être attribués, en partie, aux effets de renforcement produits par la fine dispersion des composés intermétalliques et aux effets de modification<sup>32,34,45</sup>.

Les effets de modification peuvent être expliqués sur la base de l'hypothèse de Kim et Heine, selon laquelle l'élément modificateur devrait avoir : 1) une tendance à former des composés avec la phase de précipitation à une température inférieure à la température eutectique normale; 2) une faible tendance à former des composés; 3) une solubilité minimale avec les phases de solvant<sup>35,36,43</sup>. Le lanthane satisfait à la plupart des critères susmentionnés d'un élément modificateur, à l'exception de sa réaction avec la phase du solvant, qui l'empêche de produire une modification complète. Le cérium et le néodyme ne satisfont que partiellement aux critères d'éléments modificateurs puisqu'ils ont, respectivement, une solubilité de 0,05% et 0,2% dans l'aluminium et que, de surcroît, ils réagissent avec la phase du solvant Al de manière à former des composés. Par conséquent, les effets du cérium et du néodyme sur la modification de la structure et, partant, sur l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages Al-Si sont sensiblement moins prononcés que pour le lanthane<sup>32,35,36</sup>.

### 2.2.9.1 Effet du céryum (Ce)

L'effet du céryum sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si est illustré sur le graphique de la figure 2.13 : pour un ajout optimum de 0,75% de céryum, la contrainte en traction a augmenté de 21% et la dureté a augmenté de 68%, alors que le pourcentage de déformation est demeuré pratiquement inchangé. Le céryum est rapporté comme un matériel dont la solubilité en poids dans l'aluminium est de 0,05%. La plus grande proportion de céryum réagit donc avec l'aluminium pour former les composés intermétalliques Al-Ce et avec la phase de précipitation Si pour former les composés  $\text{Ce}_3\text{Si}$ ,  $\text{Ce}_2\text{Si}$  et  $\text{CeSi}$ <sup>32,34</sup>.

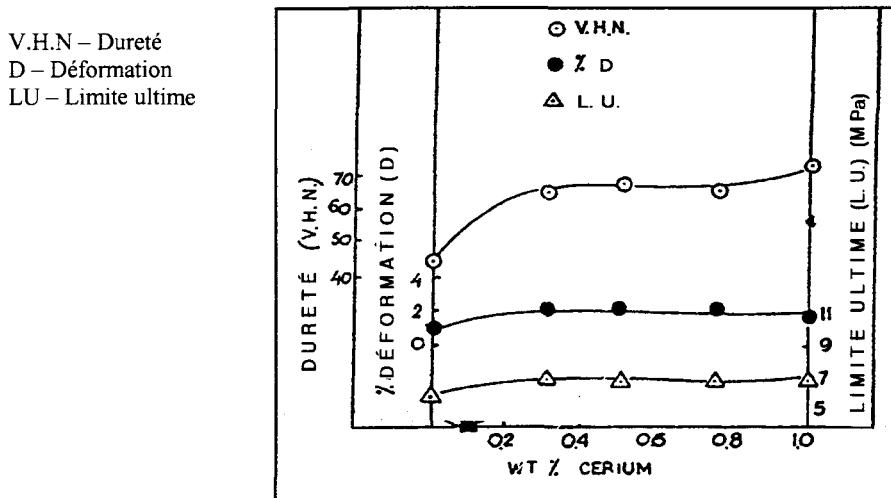


Figure 2.13 Effet du céryum sur les propriétés mécaniques d'alliages Al-Si<sup>32</sup>.

### 2.2.9.2 Effet du lanthane (La)

L'effet du lanthane sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si est illustré sur la figure 2.14 : pour un ajout optimum de 0,05% de lanthane, la contrainte en traction a augmenté par un facteur 2,5 et la dureté a augmenté de 50% pour un ajout de 0,15% de lanthane, alors que le pourcentage de déformation a augmenté de 50% pour un ajout optimum de 0,05% de lanthane.

Le lanthane est rapporté comme un matériel dont la solubilité en poids dans l'aluminium est négligeable. Par conséquent, le lanthane réagit avec l'aluminium pour former les composés intermétalliques  $\text{Al}_4\text{La}$  et avec la phase de précipitation Si pour former les composés  $\text{Al}_4\text{La}$  et  $\text{La}_2\text{Si}$ . L'effet bénéfique du lanthane sur le pourcentage de déformation peut être attribuable à des effets de modification de la microstructure<sup>32</sup>.

V.H.N – Dureté  
D – Déformation  
LU – Limite ultime

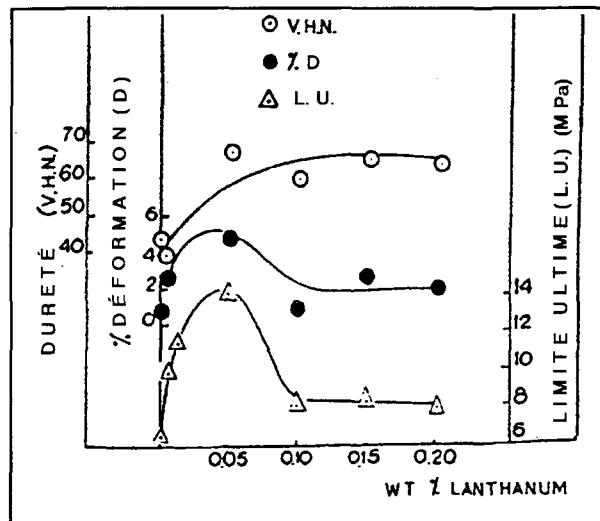


Figure 2.14 Effet du lanthane sur les propriétés mécaniques d'alliages Al-Si<sup>32</sup>.

### 2.2.9.3 Effet du néodyme (Nd)

L'effet du néodyme sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si est illustré à la figure 2.15 où l'on peut voir que, pour un ajout optimum de 0,3% de néodyme, la contrainte en traction a augmenté de 21% et la dureté a augmenté de 52% pour un ajout de 0,2% de néodyme, alors que le pourcentage de déformation est demeuré pratiquement inchangé<sup>32</sup>. Le néodyme est rapporté comme un matériel dont la solubilité en poids dans l'aluminium est de 0,2%. Ainsi, la plus grande proportion de néodyme se solubilise dans l'aluminium, et une très faible quantité réagit avec l'aluminium et avec la phase de précipitation Si pour former des composés intermétalliques NdSi<sub>2</sub>, NdAl<sub>4</sub> et NdAl<sub>2</sub><sup>34</sup>.

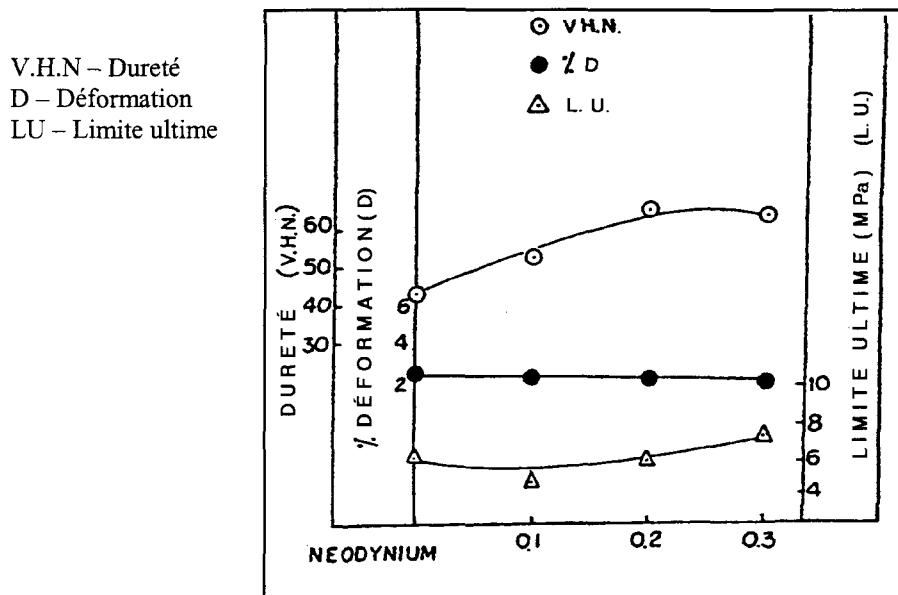


Figure 2.15 Effet du néodyme sur les propriétés mécaniques d'alliages Al-Si<sup>32</sup>.

## 2.3 EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES

Les alliages d'aluminium, auxquels des traitements thermiques peuvent être appliqués avec succès dans le but d'apporter un durcissement structural, doivent contenir des concentrations d'éléments alliés solubles dans l'aluminium excédant la limite de solubilité d'équilibre à la température de la pièce et à des températures modérément élevées<sup>53,54</sup>. Ainsi, on peut voir sur le diagramme des phases (figure 2.16) d'un alliage typique A-B que, pour que l'alliage d'aluminium A contenant au moins un élément allié quelconque B soit traitable thermiquement, il faut que la solubilité à l'état solide de l'élément allié B dans l'aluminium A augmente avec la température et qu'une certaine quantité de l'élément allié B excède sa limite de solubilité à l'équilibre à basse température<sup>16</sup>. D'autre part, les traitements thermiques tels la mise en solution, la trempe et le vieillissement contribuent à former des précipités qui entravent le déplacement des dislocations à l'intérieur du réseau cristallin, ce qui favorise un durcissement structural<sup>6,8,9</sup>.

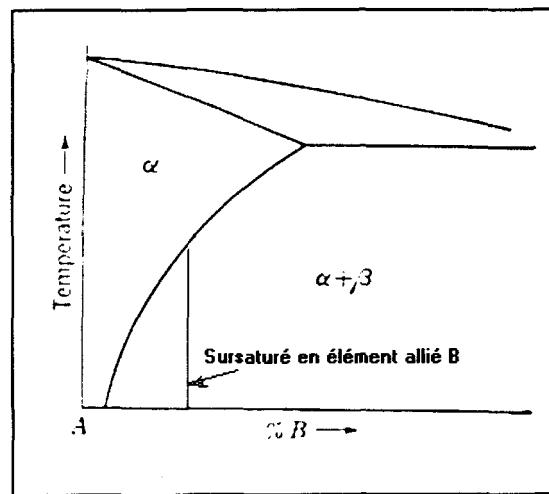


Figure 2.16 Diagramme d'équilibre des phases d'un alliage A-B typique<sup>2</sup>.

### 2.3.1 Mise en solution

La mise en solution consiste à chauffer l'alliage à l'intérieur d'une plage de température dont la limite supérieure n'excède pas la température de fusion de l'eutectique - pour éviter la surchauffe qui altèrerait les propriétés mécaniques de l'alliage - et dont la limite inférieure correspond à  $\pm 5$  °C de la température de formation de la deuxième phase, celle où a lieu la dissolution des éléments alliés dans la matrice d'aluminium. La température de mise en solution doit être maintenue durant une période suffisante pour que la solubilisation de la seconde phase soit complète<sup>53,54</sup>. Les traitements de mise en solution des alliages de fonderie provoquent deux changements de microstructure, plus ou moins en compétition l'un avec l'autre : 1) Les micro-contraintes résultant de la formation de précipités métastables  $\beta'$ -Mg<sub>2</sub>Si entraînent une réduction globale de la ductilité dans l'aluminium; 2) Le traitement de mise en solution mène à des changements dans la morphologie des cristaux de silicium<sup>46</sup>. Les alliages de base Al-Si sont utilisés dans des conditions de traitement thermique complet (WP ou T6) ou de traitement thermique partiel (P ou T5). Le traitement thermique complet WP, ou T6, implique la mise en solution, suivie de la trempe à un taux assez rapide pour maintenir la sursaturation et le vieillissement artificiel à une température d'environ 200 °C, de façon à précipiter le complexe Mg<sub>2</sub>Si. Le traitement thermique P, ou T5, implique un simple vieillissement artificiel. L'objectif principal est d'homogénéiser l'alliage et de produire une morphologie de précipité permettant d'obtenir des propriétés mécaniques optimales tout en minimisant les effets négatifs sur les autres propriétés, telles que les contraintes résiduelles<sup>9,53</sup>.

Le principal critère concernant la durée du traitement de la mise en solution, c'est qu'il soit suffisamment long pour permettre la dissolution des particules  $Mg_2Si$  primaires formées durant la coulée et pour assurer la diffusion des éléments dans la matrice d'aluminium<sup>46,47,48</sup>. Selon le modèle mathématique élaboré par Rometsch et al.<sup>47</sup>, la dissolution des  $Mg_2Si$  primaires est complétée à l'intérieur d'une période d'une heure de traitement de mise en solution. Le traitement de mise en solution affecte également la ductilité, qui est quantifiée par la déformation à la rupture. Tandis que la contrainte ultime en traction est strictement dépendante de la concentration en magnésium, la ductilité, elle, est affectée par la combinaison des concentrations en magnésium et en silicium<sup>46</sup>.

### 2.3.1.1 Mise en solution des alliages Al-Mg-Si

La mise en solution affecte les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si de diverses façons suivant les concentrations en magnésium et silicium, et selon qu'ils sont soumis ou non à des modifications au strontium. Les propriétés mécaniques sont reliées aux changements de microstructure, principalement aux changements morphologiques des cristaux de silicium dans les sites eutectiques. La figure 2.17 illustre la variation de la contrainte ultime en traction en fonction du temps de mise en solution, à une température de 813 K pour les quatre alliages non modifiés Al-7Si0.2Mg, Al-7Si0.6Mg, Al-11Si0.2Mg et Al-11Si0.6Mg comportant chacun une concentration différente en magnésium et silicium. Ces alliages ont également été soumis à une trempe à l'eau et à un vieillissement artificiel de 4 heures à une température de 423 K. Le point zéro sur l'axe des abscisses représente les conditions des alliages après coulée<sup>50</sup>.

Après un traitement de mise en solution de 60 minutes, la contrainte ultime en traction est atteinte; un traitement de mise en solution prolongé au-delà de cette période n'apporte pas d'amélioration des propriétés mécaniques des alliages susmentionnés<sup>50</sup>.

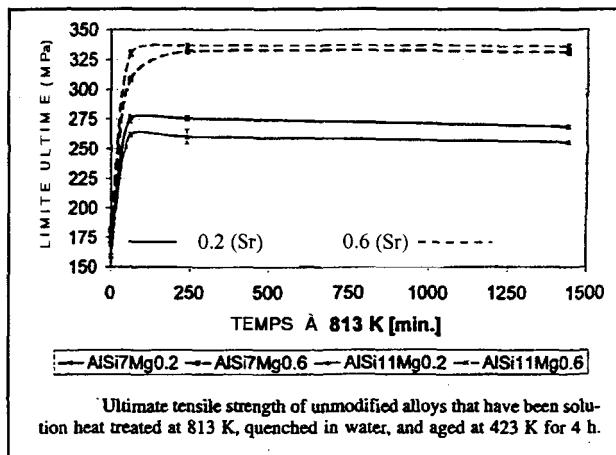


Figure 2.17 Contrainte ultime en traction en fonction du temps de mise en solution des alliages Al-Si-Mg non modifiés<sup>50</sup>.

La contrainte ultime en traction est principalement influencée par la concentration en magnésium de ces alliages<sup>6,9</sup>. En effet, une concentration de magnésium de 0,6% entraîne une augmentation plus importante de la contrainte ultime en traction que ne le fait une concentration de 0,2%. Cela s'explique par la formation de précipités de renforcement  $\beta'$ -Mg<sub>2</sub>Si, puisque l'augmentation de la concentration en magnésium dans la solution solide mène à une plus grande densité des précipités<sup>53,54</sup>. On peut également constater que la contrainte ultime en traction de ces alliages est pratiquement indépendante de la concentration en silicium.

Une comparaison entre la figure 2.17 et la figure 2.18 permet de constater qu'il n'y a pas d'amélioration notable de la contrainte ultime en traction pour les alliages modifiés Al-7Si0.2MgSr, Al-7Si0.6MgSr, Al-11Si0.2MgSr et Al-11Si0.6MgSr.

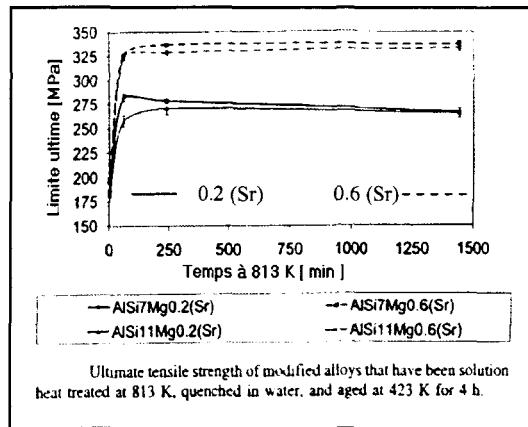


Figure 2.18 Contrainte ultime en traction en fonction du temps de mise en solution des alliages Al-Si-Mg modifiés au strontium (Sr)<sup>50</sup>.

La figure 2.19 illustre la variation de la déformation à la rupture en fonction du temps de mise en solution, à une température de 813 K pour les quatre alliages non modifiés Al-7Si0.2Mg, Al-7Si0.6Mg, Al-11Si0.2Mg, Al-11Si0.611Mg comportant chacun une concentration différente en magnésium et silicium. Ces alliages ont également été soumis à une trempe à l'eau et à un vieillissement artificiel de 4 heures à une température de 423 K. Le point zéro sur l'axe des abscisses représente les conditions des alliages après coulée.

Après un traitement de mise en solution d'environ 240 minutes, la déformation à la rupture optimale est atteinte; un traitement de mise en solution prolongé au-delà de cette période n'apporte pas d'amélioration de la déformation à la rupture des alliages susmentionnés<sup>50</sup>.

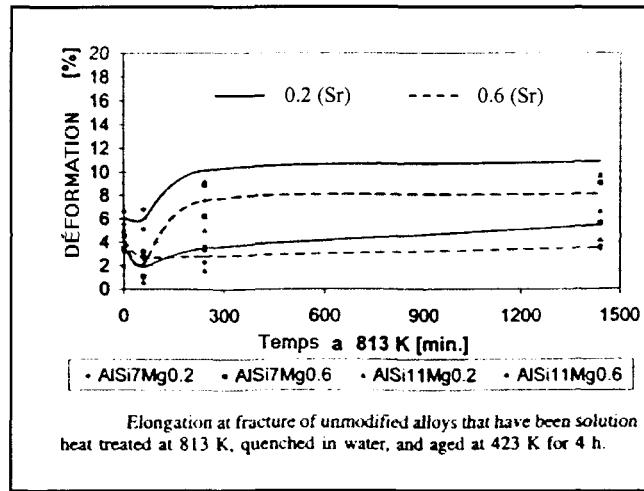


Figure 2.19 Déformation à la rupture en fonction du temps de mise en solution des alliages Al-Si-Mg non modifiés<sup>50</sup>.

Il apparaît alors évident qu'une concentration élevée en silicium de l'ordre de 11% entraîne une ductilité réduite, même après un traitement de mise en solution prolongé. Une réduction à 7% de la concentration en silicium apporte une amélioration de la ductilité après un traitement thermique approprié. Une comparaison entre le graphe de la figure 2.19 et celui de la figure 2.20 permet de constater qu'il y a une amélioration notable de la déformation à la rupture pour les mêmes alliages ayant été modifiés : Al-Si7Mg0.2Sr, Al-Si7Mg0.6Sr, Al-Si11Mg0.2Sr et AlSi11Mg0.6Sr.

Par exemple, la combinaison de faibles concentrations en magnésium et en silicium dans l'alliage modifié Al-Si7Mg0.2Sr provoque une déformation à la rupture d'approximativement 15%, ce qui est notablement supérieur à la déformation d'environ 10% pour le même alliage non modifié. À l'autre extrémité de l'échelle, la combinaison de fortes concentrations en magnésium et en silicium dans l'alliage modifié Al-11Si-0.6MgSr entraîne une déformation à la rupture d'environ 4% seulement, ce qui est légèrement supérieur à une déformation d'environ 3% pour le même alliage non modifié<sup>50</sup>.

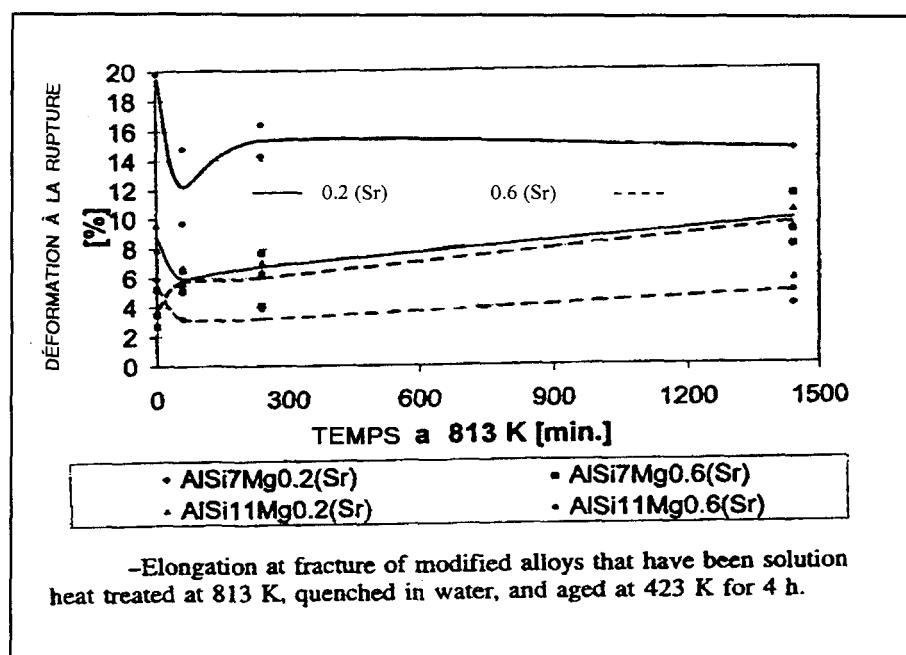


Figure 2.20 Déformation à la rupture en fonction du temps de mise en solution des alliages Al-Si-Mg modifiés au Sr<sup>50</sup>.

Ces effets sont reliés à l'augmentation de l'eutectique Al-Si et, par conséquent, à la concentration accrue des particules de silicium. Dans les alliages non modifiés, les cristaux de silicium sont grossiers et relativement peu affectés par le traitement de mise en solution. Après des temps courts de traitements thermiques, des petites particules de silicium peuvent se fragmenter et les arêtes des particules devenir plus arrondies<sup>52,53</sup>.

Ces changements semblent compenser pour les contraintes générées par la formation des particules de  $\beta'$ -Mg<sub>2</sub>Si, et l'augmentation du temps de mise en solution de 60 à 240 minutes mène à une amélioration notable de la ductilité des alliages Al-7Si-Mg. Ainsi, les propriétés mécaniques sont grandement influencées par la microstructure du matériel, que ce soit par les plaques grossières de silicium ou par les fins précipités de durcissement. Par conséquent, les propriétés mécaniques peuvent être reliées à la durée des traitements de mise en solution des alliages Al-Si-Mg<sup>46,48,53,54</sup>.

### 2.3.1.2 Mise en solution des alliages Al-Si eutectiques

La mise en solution de l'alliage Al-Si eutectique consiste à amener le magnésium en solution sursaturée à une température avoisinant les 500 °C. La solution du précipitant dans la matrice étant un processus de diffusion, elle dépend à la fois de la température de mise en solution et du temps de traitement. La mise en solution peut également permettre au silicium et aux composés intermétalliques d'acquérir une forme sphéroïde dans la structure<sup>48,49</sup>. Des études sur des échantillons d'alliage Al-Si eutectique à une température de 510 °C pour des durées variables ont indiqué que, pour des périodes de mise en solution variant entre 0,5 et 0,75 heures, il a été possible de développer des maximums de résistance et de dureté. Des temps de mise en solution excédant 8 heures ont mené à une réduction de la dureté, due probablement à la croissance des particules de silicium<sup>3</sup>. Par ailleurs, des variations de température de mise en solution affectent les propriétés mécaniques de façon marquée<sup>46,53</sup>. Ainsi, la dureté des alliages a été réduite de 15% lorsque la température a été abaissée de 510 °C à 480 °C, et de 22% lorsque la température a été abaissée à 475 °C.

De plus, la dureté des alliages est passée de 5 à 10% lorsque la température a été augmentée à 525 °C. Cependant, il est important de noter qu'à une température avoisinant les 530 °C, les composés intermétalliques commencent à entrer en fusion et le matériel devient fragile. Par conséquent, il est souhaitable de procéder à la mise en solution de ces alliages à l'intérieur d'une plage de température située entre 505 °C et 525 °C<sup>46</sup>.

### 2.3.2 La trempe

La trempe consiste à procéder plus ou moins rapidement à un refroidissement de l'alliage d'aluminium selon le degré de durcissement structural désiré, à partir de la température de mise en solution jusqu'à la température ambiante. Cet abaissement contrôlé de la température de l'alliage permet d'obtenir une solution sursaturée en éléments alliés, car ces derniers n'ont pas le temps de diffuser et restent emprisonnés dans la matrice en quantité excédant la composition à l'équilibre pour une température donnée. La solution sursaturée en éléments alliés ainsi formée n'étant pas à l'équilibre, elle aura tendance avec le temps à retourner vers l'équilibre par précipitation du ou des éléments alliés<sup>50,51,53</sup>.

#### 2.3.2.1 La trempe des alliages Al-Si

La réduction de la contrainte ultime en traction est reliée à une densité plus faible des précipités de renforcement structural  $Mg_2Si$  formés, qui dépendent de la quantité de lacunes présentes dans la structure. D'après Lorimer et Nicholson<sup>52</sup>, ceci est un paramètre important pour la formation des zones de Guinier-Preston (GP) liées aux groupes lacunes-soluté et aux précipités de renforcement structural<sup>52</sup>. Un taux de refroidissement réduit permet aux lacunes de se déplacer et de se regrouper partiellement à l'intérieur de la phase  $\alpha$ -Al, et de disparaître à l'extérieur de la phase  $\alpha$ -Al par diffusion vers les surfaces et probablement dans les aires voisines des cristaux de silicium là où un faible degré de cohérence est assumé<sup>52</sup>.

Plusieurs chercheurs ont énoncé cet argument : une concentration en silicium supérieure à celle requise pour la formation de  $Mg_2Si$  stœchiométrique permettrait d'accroître la résistance mécanique, notamment la contrainte ultime des alliages Al-Mg-Si<sup>51</sup>. Ce qui peut s'expliquer par : 1) une plus grande force d'entraînement de précipitation reliée à une déviation accrue par rapport à l'équilibre; 2) une augmentation du nombre de groupements lacunes-solutés; 3) un chemin de diffusion plus court vers les groupes; 4) une augmentation de la stabilité des groupes menant à une meilleure dispersion des zones GP. À partir de ces observations, il est raisonnable de présumer que la ductilité, après la trempe à des taux différents, est reliée à la quantité de silicium en excès dans la phase  $\alpha$ -Al. Lorsqu'une charge est appliquée dans un test en traction, il est normalement attendu que les précipités les plus gros se comportent d'une façon similaire aux cristaux de silicium dans les sites eutectiques.

Ces précipités peuvent se fissurer et, par conséquent, réduire la ductilité des alliages. Dans les alliages à forte teneur en magnésium, cet effet est supprimé par la réduction des contraintes puisque les précipités  $\beta'$ - $Mg_2Si$  croissent et deviennent moins cohérents, augmentant ainsi la ductilité. Cependant, dans les alliages à faible teneur en Mg, l'effet d'une quantité réduite de précipités de renforcement est neutralisé par l'augmentation des précipités fragiles du silicium, et l'augmentation globale de la ductilité à laquelle on pourrait s'attendre n'est pas observée<sup>52</sup>.

### 2.3.2.2 La trempe des alliages Al-Si eutectiques

En ce qui a trait au traitement de trempe, on peut constater que les propriétés mécaniques de l'alliage Al-Si eutectique sont très sensibles à la vitesse de refroidissement. En effet, comme illustré à la figure 2.21, les valeurs de la dureté et de la contrainte ultime en traction diminuent en fonction du taux de refroidissement et ce, de façon drastique lorsqu'il tombe sous une valeur avoisinant  $10\text{ }^{\circ}\text{C/sec}^3$ .

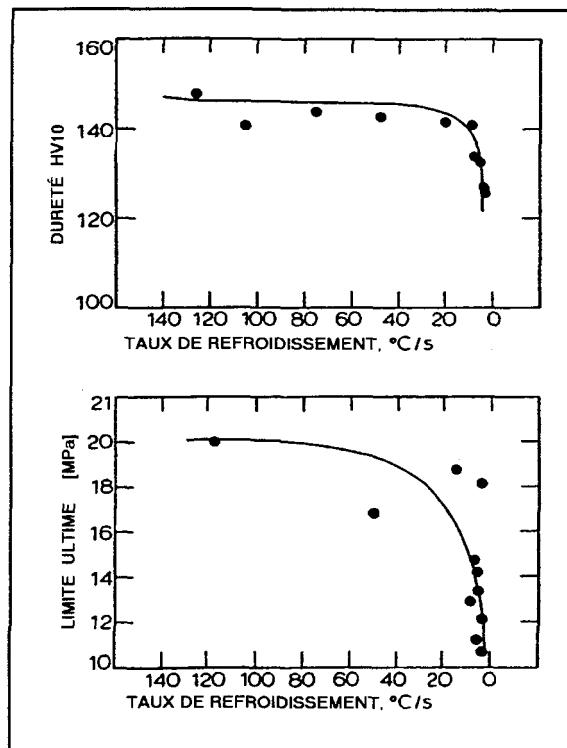


Figure 2.21 Variation de la dureté et de la contrainte ultime en fonction du taux de refroidissement<sup>3</sup>.

Par ailleurs, des compromis doivent être faits entre la nécessité de produire un refroidissement très rapide de l'alliage pour assurer la sursaturation de la matrice et le besoin de réduire le taux de refroidissement de façon à contrôler les contraintes résiduelles. On peut effectivement constater que la dureté et la contrainte ultime en traction de l'alliage précité est très peu affectée relativement au type de médium de refroidissement utilisé.

Cependant, des effets bénéfiques sont obtenus quant aux contraintes résiduelles (une chute importante se produit) lorsque la température du médium de refroidissement est augmentée tout en appliquant une trempe standard<sup>3</sup>. Il apparaît donc clairement qu'un choix judicieux de médium refroidisseur peut mener à des réductions importantes des contraintes résiduelles sans réduire de façon significative les propriétés mécaniques.<sup>53,54</sup>.

### 2.3.2.3 La trempe des alliages de fonderie Al-Si-Mg

Les taux de refroidissement appliqués dans le traitement de trempe suite à la mise en solution affecte les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si de diverses façons, suivant les concentrations en magnésium et silicium et les conditions de modification au strontium appliquées aux alliages<sup>52</sup>. La figure 2.22 illustre la variation de la contrainte ultime à la traction en fonction du médium de refroidissement, soient l'eau, l'huile et l'air, auxquels correspond un taux de refroidissement respectif de 97 K/s, 12 K/s et 1.8 K/s. On peut constater que la contrainte ultime en traction diminue avec le taux de refroidissement, après une mise en solution effectuée à une température de 813 K durant 60 minutes et un vieillissement de 4 heures à 423 K pour les quatre alliages modifiés (AlSi7Mg0.2Sr, AlSi7Mg0.6Sr, Al-Si11Mg0.2Sr, AlSi11Mg0.6Sr) qui comportent différentes concentrations en magnésium et silicium<sup>50</sup>.

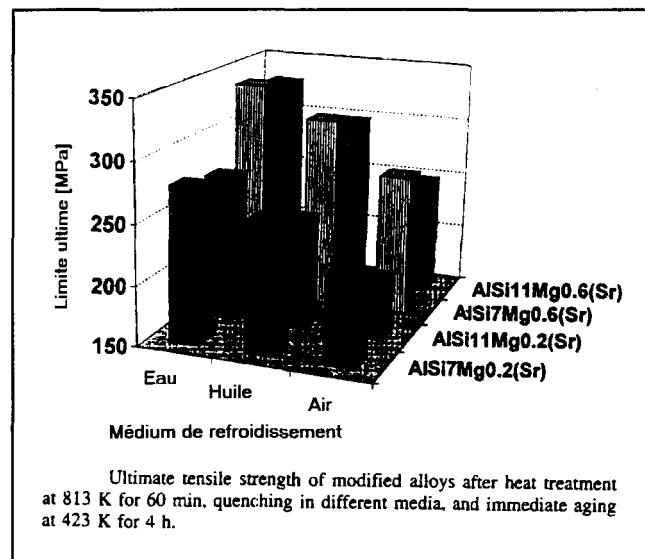


Figure 2.22 Contrainte ultime d'alliages Al-Si-Mg modifiés au Sr en fonction du médium de refroidissement<sup>50</sup>.

Le graphe de la figure 2.23 illustre la variation de la déformation à la rupture en fonction du médium de refroidissement, soient l'eau, l'huile et l'air, auxquels correspond un taux de refroidissement respectif de 97 K/s, 12 K/s et 1.8 K/s. On peut constater que la déformation à la rupture augmente inversement au taux de refroidissement après une mise en solution effectuée à une température de 813 K durant 60 minutes pour les deux alliages modifiés ayant une concentration élevée en magnésium, soient AlSi7Mg0.6Sr et AlSi11Mg0.6Sr. Par ailleurs, la déformation à la rupture diminue relativement peu lorsque le taux de refroidissement diminue, pour les deux alliages modifiés ayant une concentration plus faible en magnésium, soient les alliages AlSi7Mg0.2Sr et AlSi11Mg0.2Sr<sup>52</sup>.

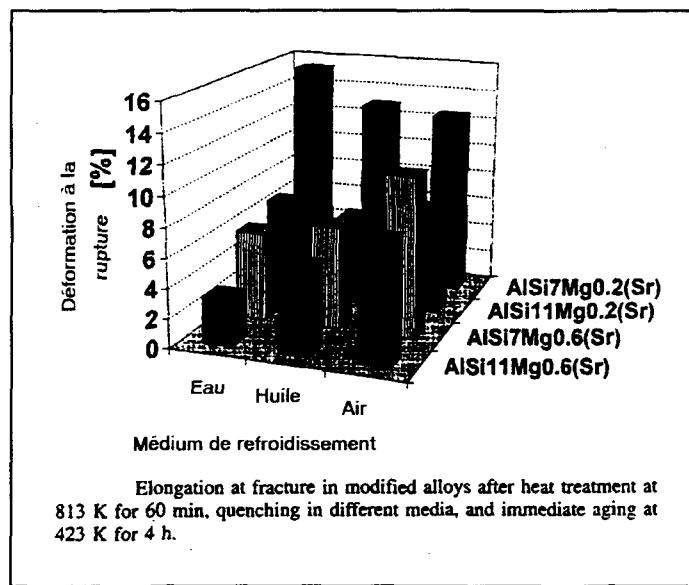


Figure 2.23 Déformation à la rupture d'alliage Al-Si-Mg modifiés au Sr en fonction du médium de refroidissement<sup>50</sup>.

### 2.3.3 Le vieillissement artificiel

Le vieillissement artificiel consiste à éléver, pendant une durée suffisante, la température des alliages en solution solide sous la courbe du solvus d'une composition donnée, afin d'améliorer les propriétés mécaniques. La solution sursaturée en éléments alliés, due à la trempe, tend à retourner vers l'état d'équilibre en passant par des états intermédiaires où se forment en séquence des précipités constitués d'agglomérats d'atomes, notamment des zones de Guinier-Preston (zones GP), suivis de précipités intermédiaires métastables et finalement des précipités d'équilibre. Le retour vers l'équilibre des précipités se fait d'autant plus vite que la température de vieillissement est élevée. Les meilleures propriétés mécaniques des alliages sont obtenues lorsque la solution solide contient des zones GP et des précipités métastables des états intermédiaires.<sup>1,2,9,53,54</sup>

#### 2.3.3.1 Le vieillissement artificiel des alliages Al-Mg-Si(-Cu)

Les alliages Al-Mg-Si(-Cu) traitables thermiquement constituent un groupe important d'alliages dont les propriétés mécaniques peuvent être augmentées par la précipitation de plusieurs phases métastables lors de traitements thermiques : le vieillissement par exemple. La compréhension et le contrôle de la précipitation durant le vieillissement sont donc très importants pour l'obtention de propriétés mécaniques optimales. Le premier stade de la séquence de précipitation, soit la formation des zones de Guinier-Preston (GP), est un processus complexe. Selon des études antécédentes, ce stade pourrait consister en trois types de groupes d'atomes en compétition les uns avec les autres: des groupes d'atomes de silicium, de magnésium et des co-groupes d'atomes de magnésium et de silicium<sup>55</sup>

Cependant, étant donné l'échelle ultrafine des groupes d'atomes, les détails du processus de groupements des atomes ne sont pas clairement établis. Selon de récentes études, à ce stade, le cuivre n'aurait pas d'effet significatif sur la composition chimique des zones GP<sup>55</sup>. Des études antérieures ont montré que la phase intermédiaire prédominante est la phase  $\beta''$  dans le deuxième stade de la séquence de précipitation des alliages Al-Mg-Si et Al-Mg-Si-Cu. La phase  $\beta''$  a une forme d'aiguille et une structure cristalline monoclinique. Cependant, le contenu de cuivre et le ratio Mg/Si pourraient influencer les paramètres de réseaux cristallins de la phase  $\beta''$ . De fait, dans le cas des alliages à forte teneur en cuivre, les atomes de cuivre se sont révélés être incorporés à l'intérieur des aiguilles des précipités  $\beta''$ , suggérant ainsi que les précipités en forme d'aiguille pourraient être des précurseurs de la phase métastable de la phase Q<sup>55,56</sup>.

Il est reconnu que le processus de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si se produit selon les étapes suivantes :



où  $\alpha (sss)$  constitue la solution solide sursaturée et où les zones GP sont anticipés sous une forme sphérique et une structure incertaine. Le terme  $\beta''$  représente les précipités sous forme d'aiguille avec une structure monoclinique ayant différentes valeurs des paramètres de réseau cristallin. Le terme  $\beta'$  représente les précipités sous forme de tiges de section circulaire avec une structure cristalline hexagonale<sup>55</sup>. Enfin la phase  $\beta$ , qui est le composé Mg<sub>2</sub>Si, est normalement formée de plaquettes avec la structure cristalline du CaF<sub>2</sub>.

Ainsi, en plus des précipités susmentionnés normalement présents dans les alliages Al-Mg-Si, des précipités contenant du cuivre tels que les phases  $\theta$  et Q avec leurs phases métastables peuvent apparaître dans la séquence de précipitation de ces alliages. Tandis que la phase  $\theta$  a une structure tétragonale centrée, la composition de la phase Q proposée serait hexagonale<sup>55,56</sup>. La figure 2.24 présente les courbes DSC (balayage différentiel calorimétrique) de deux alliages A et B, dont la composition en cuivre est respectivement 0,07% Cu et 0,91% Cu. Ces courbes, pour chacun des alliages A et B, ont été obtenues à un taux de 10 °C/min. Pour ces alliages, les pics sur leur courbe DSC respective correspondent à un événement de précipitation spécifique, selon le schéma ci-dessous.

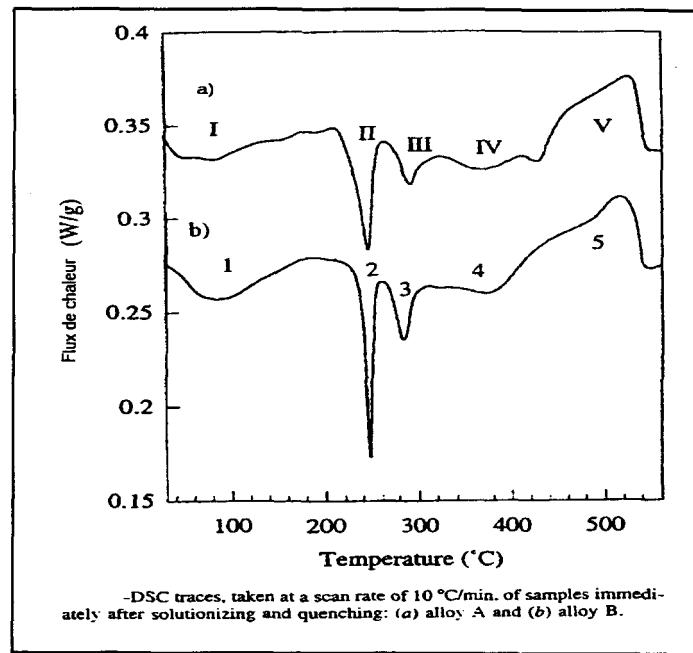


Figure 2.24 Courbes DCS (balayage différentiel calorifique) de deux alliages A et B<sup>55</sup>.

Pour l'alliage A (0,07%Cu) associé à la courbe 2.24-a, le pic exothermique I correspond à la formation des zones GP; le pic exothermique II, à la précipitation de la phase en forme d'aiguille  $\beta''$ ; le pic exothermique III, à la précipitation simultanée de la phase  $\beta'$  en forme de tige et de la phase Q' en forme de lattes; et le pic exothermique IV, à la formation de la phase  $\beta$  et Si. Le pic endothermique, qui s'étend entre les pics I et II, correspond à la dissolution des zones GP. Le pic endothermique V est, quant à lui, causé par la dissolution des phases  $\beta$  et Si. Pour l'alliage B (0,91%Cu) associé à la courbe 2.24-b, le pic exothermique 1 correspond à la formation des zones GP; le pic exothermique 2, à la précipitation de la phase en forme d'aiguille  $\beta''$ ; le pic exothermique 3, à la précipitation de la phase Q' en forme de lattes; et le pic exothermique 4, à la formation de la phase Q en forme de lattes et de la phase Si. Le pic endothermique, qui s'étend entre les pics 1 et 2, correspond à la dissolution des zones GP. Le pic endothermique 5 est causé par la dissolution des précipités Q et Si<sup>55,56</sup>.

Puisque la différence majeure de composition entre les deux alliages A et B est leur contenu en cuivre (0,07%Cu pour A et 0,91%Cu pour B), le diagramme pseudo-binaire (Al-0,55%,Mg-1,28%,Si-Cu) présenté à la figure 2.25 permet de comprendre la séquence de précipitation dans les alliages de type 6022. On peut constater que pour l'alliage A (0,07%Cu), les précipités de l'équilibre thermodynamique sont respectivement les phases  $\beta$ (Mg<sub>2</sub>Si), Q(Al<sub>5</sub>Cu<sub>2</sub>Mg<sub>8</sub>Si<sub>6</sub>) et Si au-dessous de la température de 300 °C. Entre les températures de 300 °C et 540 °C, les phases  $\beta$  et Si deviennent les précipités d'équilibre. Pour ce qui est de l'alliage B (0,91%Cu), les phases  $\beta$ , Q et Si constituent les précipités d'équilibre au-dessous de la température de 320 °C<sup>55</sup>.

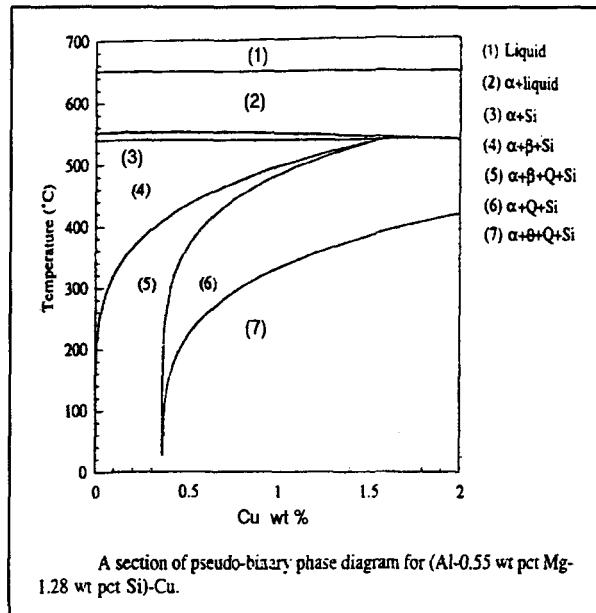
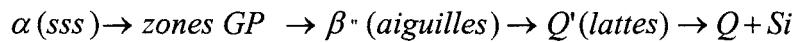


Figure 2.25 Diagramme d'équilibre de phase pseudo-binaire d'un alliage Al-Mg-Si-Cu<sup>55</sup>.

Entre la température de 320 °C et 460 °C, les phases Q et Si demeurent les précipités d'équilibre<sup>56,57</sup>. La phase  $\beta$  devient l'une des phases d'équilibre entre  $\sim 460$  °C et 530°C. La séquence de précipitation pour l'alliage A est la suivante :



La séquence de précipitation pour l'alliage B est la suivante :



La figure 2.26 illustre, pour l'alliage A (0,07%Cu), la variation en fraction molaire des précipités d'équilibre avec la température. On voit que les phases  $\beta$ , Si et Q coexistent au-dessous de 320 °C. Cependant la fraction molaire de la phase Q diminue avec l'augmentation de la température et disparaît au-dessus de la température de 320 °C. Les fractions molaires des phases Si et  $\beta$  diminuent également avec l'augmentation de la température, aux températures plus élevées. Aux alentours de 550 °C, les phases Si et  $\beta$  se dissolvent toutes deux à l'intérieur de la matrice<sup>56,57</sup>.

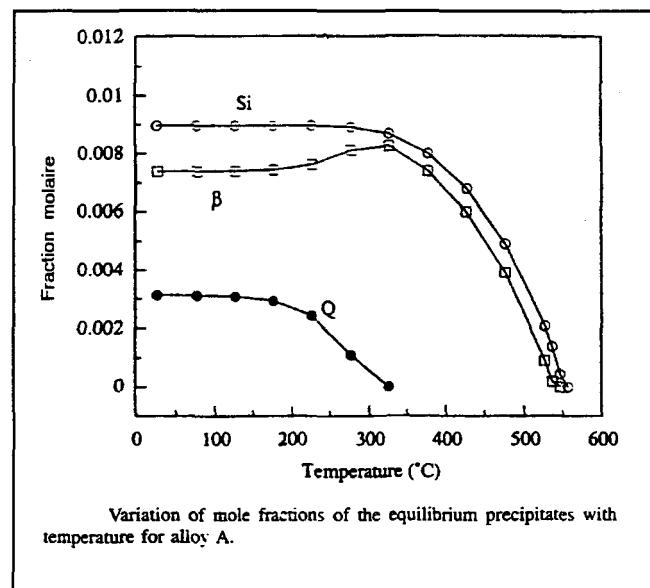


Figure 2.26 Variation de la fraction molaire des précipités d'équilibre de l'alliage A en fonction de la température<sup>55</sup>.

La figure 2.27 illustre, pour l'alliage B (0,91%Cu), la variation en fraction molaire des précipités d'équilibre avec la température. On voit que la phase Q prédomine aux basses températures. Les phases Si et  $\theta$  y sont aussi présentes en tant que précipités d'équilibre. Toutefois, la phase  $\theta$  disparaît au-dessus de 320 °C. Aux températures plus élevées, tandis que les fractions molaires des phases Q et Si diminuent avec l'augmentation de la température, la phase  $\beta$  commence à devenir un précipité d'équilibre à partir de ~480 °C jusqu'à ce qu'il se dissolve à une température d'environ 550 °C. Les phases Q et Si se dissolvent à l'intérieur de la matrice à des températures respectives de 520 °C et 550 °C.

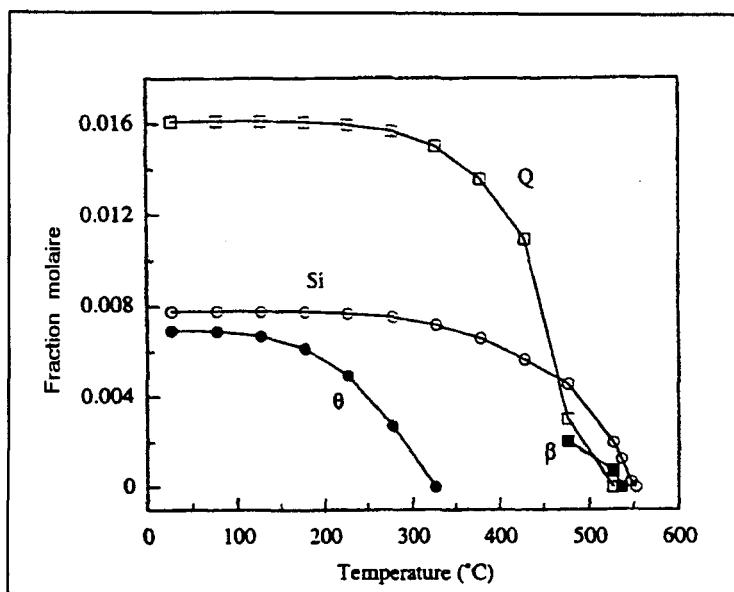


Figure 2.27 Variation de la fraction molaire des précipités d'équilibre de l'alliage B en fonction de la température<sup>55</sup>.

La figure 2.28 illustre les courbes de dureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à une température de 175 °C, pour les deux alliages A et B dont la composition en cuivre est respectivement 0,07%Cu et 0,91%Cu. Dans le cas des deux alliages A et B, la dureté augmente avec le temps de vieillissement artificiel et atteint un sommet à un temps d'environ 500 minutes. De plus, l'alliage B, qui a une plus grande composition en cuivre, démontre une cinétique plus rapide de renforcement par vieillissement artificiel<sup>55,57</sup>.

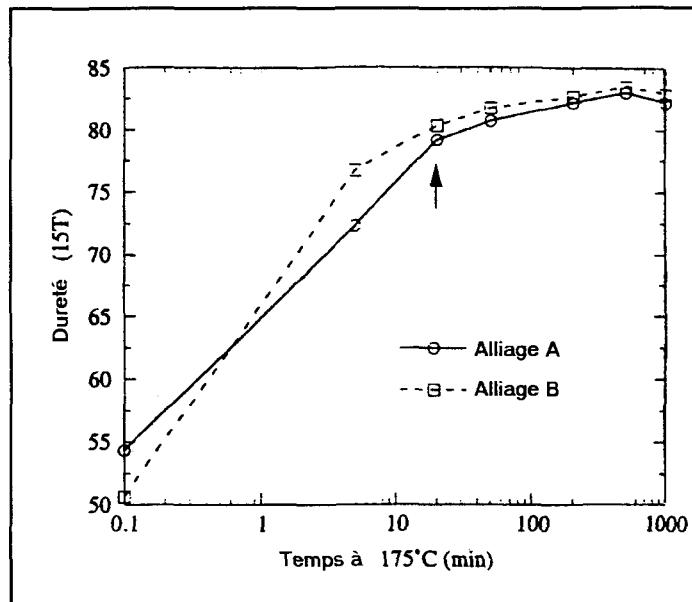


Figure 2.28 Variation de la dureté des alliages A et B en fonction du temps de vieillissement à 175 °C<sup>55</sup>.

La figure 2.29 présente les courbes de variation de la dureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à une température de 175 °C, pour les alliages A et B ayant subi un vieillissement naturel préalable d'une durée de 30 jours. On constate que la dureté initiale des alliages soumis préalablement à un vieillissement naturel est supérieure à celle des mêmes alliages A et B qui n'y ont pas été soumis (figure 2.28). Cependant, pour des temps de vieillissement artificiel allant jusqu'à 200 minutes, la dureté des alliages soumis à un vieillissement naturel préalable est inférieure à celle des alliages soumis seulement au vieillissement artificiel. On peut aussi voir que la dureté de l'alliage B est supérieure à celle de l'alliage A, ce qui est attribuable à la plus grande composition de l'alliage B en élément allié cuivre (Cu)<sup>55,56,57</sup>.

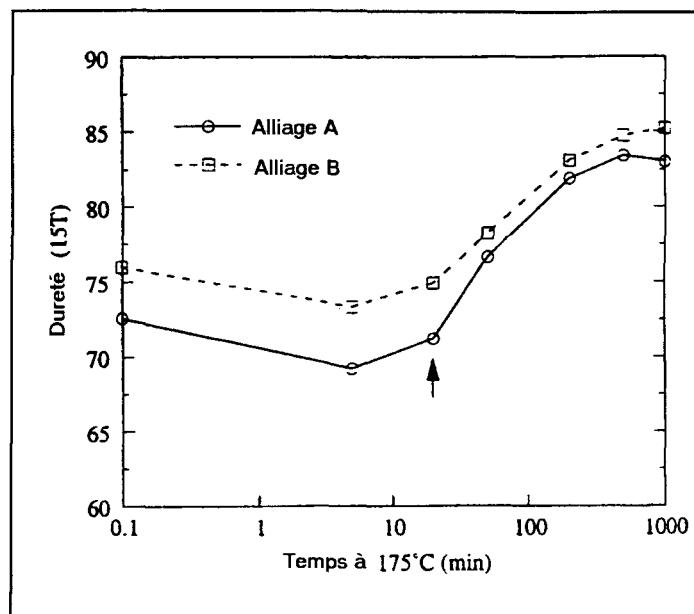


Figure 2.29 Variation de la dureté en fonction du temps de vieillissement à 175 °C des alliages A et B pré-vieillis naturellement 30 jours<sup>55</sup>.

La figure 2.30 montre la réponse, pour différentes périodes de temps de vieillissement artificiel à 175 °C, des alliages A et B soumis à un pré-vieillissement à 100 °C d'une durée de 50 minutes, suivi d'un vieillissement naturel de 30 jours. On peut voir que, contrairement aux échantillons ayant seulement subi un vieillissement naturel, ceux qui ont en plus été soumis à un pré-vieillissement n'accusent pas de diminution de leur dureté lors du vieillissement artificiel. Ce qui révèle qu'un pré-vieillissement judicieux permet de réduire de façon significative les effets négatifs qu'exerce le vieillissement naturel sur la cinétique du vieillissement artificiel<sup>55,57</sup>.

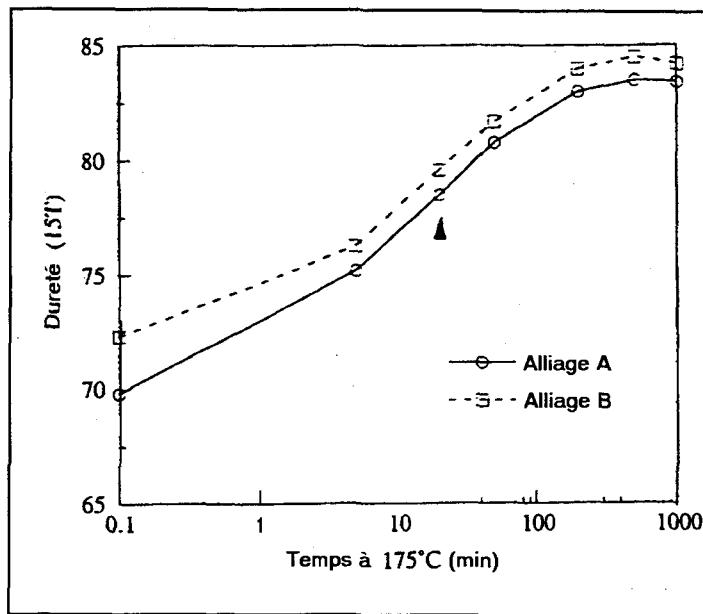


Figure 2.30 Variation de la dureté en fonction du temps de vieillissement à 175°C des alliages A et B pré-vieillis à 100 °C et vieillis 30 jours naturellement<sup>55</sup>.

### 2.3.3.2 Vieillissement des alliages Al-Si-Mg

La séquence de précipitation des alliages de fonderie Al-Si-Mg, dont les propriétés mécaniques peuvent être renforcées par vieillissement, est représentée par le schéma suivant :

Zones GP → Précipité intermédiaire → Phase d'équilibre  $Mg_2Si$

Le vieillissement artificiel est caractérisé par un comportement dont la résistance mécanique et la dureté des alliages augmentent jusqu'à un maximum et, subséquemment, diminuent lorsqu'un état de sur-vieillissement est atteint. L'augmentation des propriétés de résistance mécanique est généralement associée à la diminution du pourcentage de déformation et, par voie de conséquence, à la diminution de la ductilité<sup>2,9,53,58</sup>.

Normalement, les alliages pouvant être renforcés par précipitation possèdent un pourcentage de déformation minimal, après avoir été soumis à un vieillissement artificiel durant une période pendant laquelle des pics de contrainte mécanique ont été atteints. Par conséquent, les alliages sont rarement soumis à un vieillissement artificiel correspondant à des maximums de résistance mécanique, car ceux-ci sont associés à une faible ductilité caractérisée par une déformation minimale.

L'objectif est donc d'obtenir une combinaison optimale entre la meilleure résistance mécanique possible et une ductilité acceptable. Pour ce faire, des alliages Al-Si-Mg de fonderie tel que l'alliage A357, reçoivent habituellement un traitement de vieillissement artificiel durant une période qui peut aller jusqu'à 4 heures<sup>58</sup>.

Il existe plusieurs méthodes permettant d'améliorer la ductilité des alliages Al-Si-Mg, dont une communément utilisée qui consiste à ajouter un affineur de grains, le titane, sous forme de composé  $TiB_2$  ou d'alliage maître Ti-Al. Dans les deux cas, des précipités de  $TiAl_3$  agissent en tant qu'agent de formation de noyaux. L'efficacité du titane en tant qu'affineur de grains est bien démontrée; et ses effets sur les caractéristiques de vieillissement d'alliages Al-Si-Mg, tel que l'alliage A357, consistent essentiellement à produire un pic secondaire de déformation pour des durées de vieillissement artificiel plus grandes. Comme illustré à la figure 2.31, ce pic secondaire de déformation correspond à des propriétés de résistance mécanique optimales<sup>58</sup>.

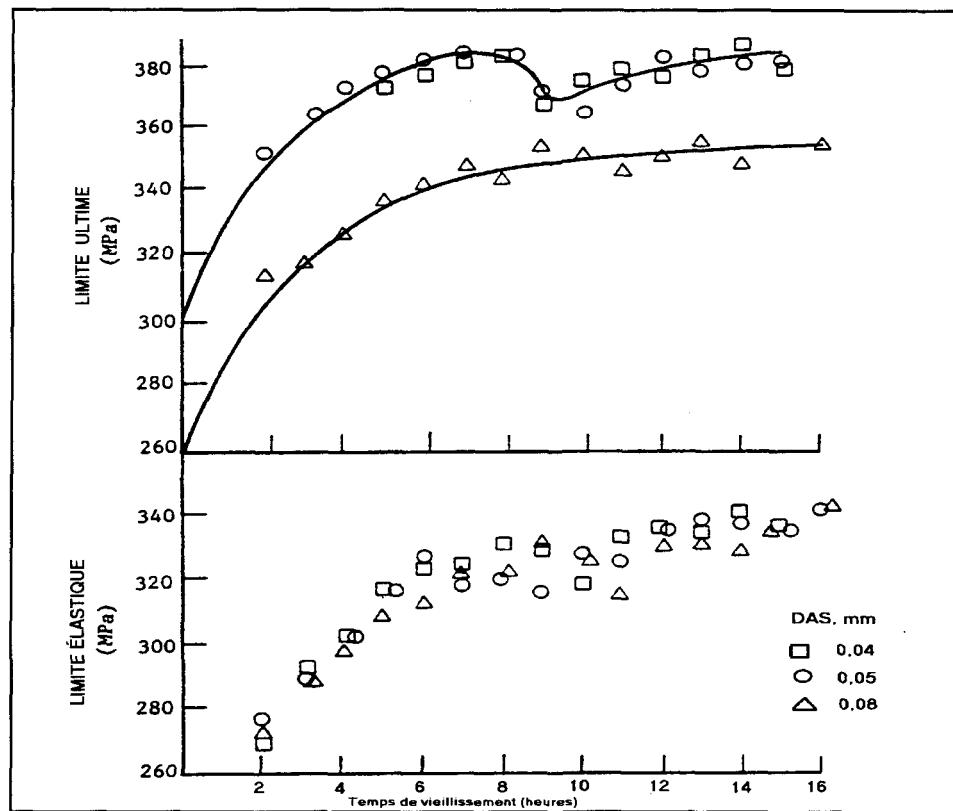


Figure 2.31 Variation de la contrainte ultime et de la limite d'élasticité en fonction du temps de vieillissement d'un alliage Al-Si-Mg<sup>58</sup>.

Sur la figure 2.32, la courbe X représente les variations de la déformation à la rupture en fonction du temps de vieillissement. On y remarque que le second pic de déformation de 8% est atteint au point C. Le point C est associé à une durée de vieillissement de 14 heures, à laquelle correspondent des valeurs de contrainte mécanique ultime d'environ 370 MPa et de limite d'élasticité de 340 MPa (voir figure 2.31), qui sont des valeurs optimales pour un espacement inter-dendritique de 0,04 mm. Ces valeurs de résistance mécanique sont supérieures à celles normalement obtenues après un simple vieillissement de 4 heures, en plus d'avoir une ductilité de 8% de déformation au point C, constituant ainsi les valeurs optimales recherchées de résistance mécanique et de ductilité pour cet alliage Al-Si-Mg<sup>58</sup>.

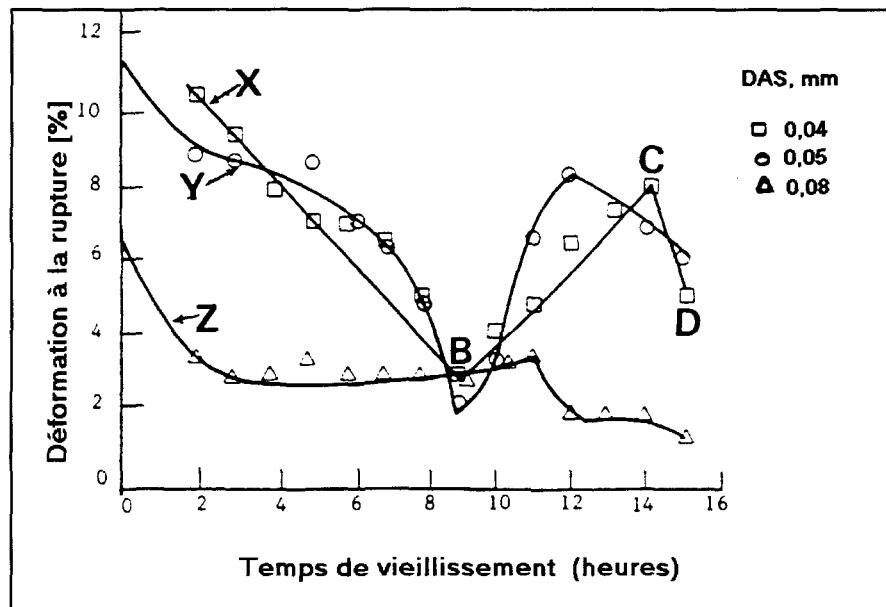


Figure 2.32 Variation de la déformation à la rupture en fonction du temps de vieillissement d'un alliage Al-Si-Mg<sup>58</sup>.

### 2.3.3.3 Le vieillissement des alliages Al-Si eutectiques

Durant le vieillissement des alliages Al-Si, la précipitation de la phase de renforcement des propriétés mécaniques de l'alliage, essentiellement la phase  $Mg_2Si$ , a lieu. Ce processus en est un de groupement en noyaux et de croissance; son taux de précipitation dépend de la température et du temps durant lequel il se produit<sup>3,53</sup>. La figure 2.33 illustre différentes courbes de dureté d'un alliage Al-Si eutectique correspondant à différentes conditions de température et de temps de vieillissement. On peut constater qu'à mesure que la température augmente, le vieillissement s'accélère; et lorsque la température dépasse 225 °C, le sur-vieillissement devient rapide. La plage de température dans laquelle est effectué le vieillissement est de l'ordre de 160 à 200 °C dans l'industrie, de façon à obtenir le niveau de performance optimum pour les alliages<sup>3,53</sup>.

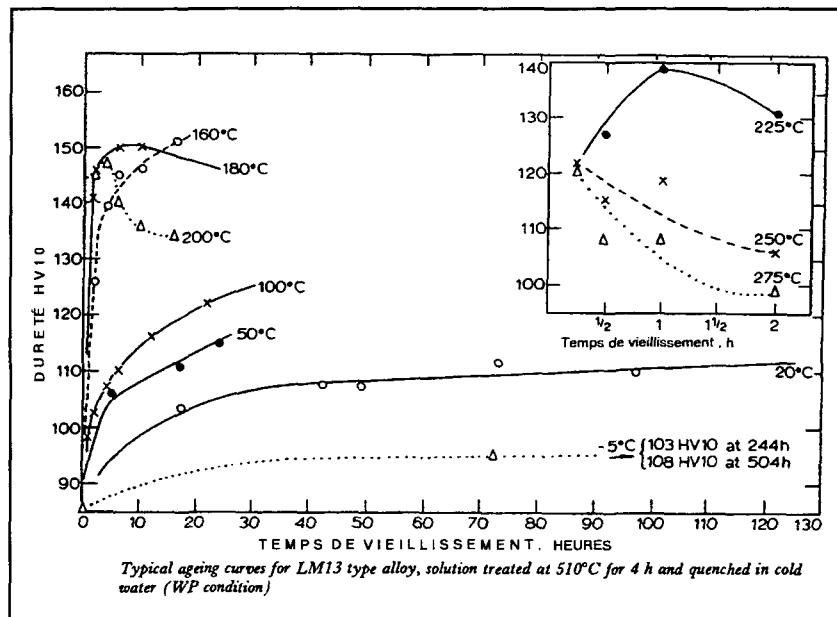


Figure 2.33 Courbes typiques de variation de la dureté en fonction du temps de vieillissement d'un alliage Al-Si eutectique<sup>3</sup>.

## 2.4 IDENTIFICATION DES PHASES PAR L'ANALYSE THERMIQUE

L'analyse thermique consiste à enregistrer l'évolution de la température d'un alliage en fonction du temps, de l'état liquide jusqu'à l'état solide. La pente de la courbe de refroidissement ainsi obtenue varie suivant les phases formées durant le processus de solidification. Lorsqu'une phase solide se forme pendant le refroidissement de l'alliage, de la chaleur est dégagée qui ralentit le taux de solidification. Les réactions de solidification requièrent normalement une étape de surfusion pour que le processus de refroidissement soit enclenché. La surfusion représente une force thermodynamique, et apparaît sur la courbe de refroidissement comme une baisse de température située sous la température d'équilibre de la réaction<sup>63</sup>.

Une fois commencée la réaction de solidification, de la chaleur latente est dégagée et la température monte jusqu'à une valeur voisine de la valeur à l'équilibre. Ce processus de réchauffement est appelé, la recalescence. La plupart des alliages de fonderie sont constitués de multiples composants et contiennent plusieurs phases, chacune d'elles pouvant avoir un effet sur la forme de la courbe de refroidissement alors plus complexe. La courbe de refroidissement de la figure 2.34 est celle d'un alliage d'aluminium 356 à composants multiples. On y retrouve la phase de nucléation primaire à la section 1, le plateau de l'eutectique de l'alliage binaire Al-Si à la section 2 et l'eutectique Al-Mg<sub>2</sub>Si-Si à la section 3 de la courbe<sup>63</sup>.

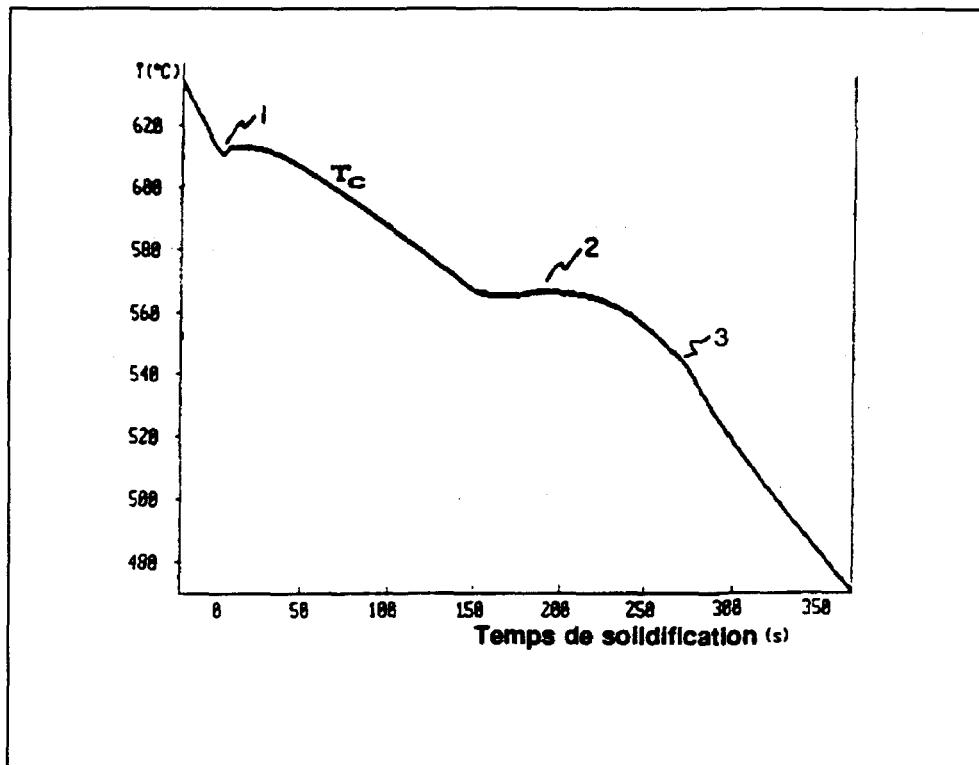


Figure 2.34 Courbe de refroidissement d'un alliage d'aluminium 356<sup>63</sup>.

Une indication beaucoup plus précise des points d'infexion présents sur la courbe de refroidissement de la figure 2.34 peut être obtenue en prenant la première dérivée de la température en fonction du temps (figure 2.35). La valeur  $dT/dt$  constitue en tous points la pente de la tangente de la courbe de refroidissement. Le principal avantage lié à la courbe de première dérivée est qu'elle permet d'amplifier les changements de pente importants ayant lieu sur la courbe de refroidissement<sup>63</sup>.

Comme illustré à la figure 2.35, les points d'inflexion correspondent aux pics de la courbe de première dérivée. L'étape de nucléation de la phase primaire est représentée par le point 1, la nucléation de la phase eutectique Al-Si par le point 2 et la formation de la phase ternaire Al-Mg<sub>2</sub>Si-Si eutectique par le point 3. Backerud et al. ont rédigé un ouvrage portant sur les caractéristiques de solidification des alliages d'aluminium<sup>64</sup>. On y retrouve, entre autres, les éléments alliés constitutants des alliages A413.1 et 413.0 tel que montré au tableau 1 ainsi que les différentes réactions chimiques ayant lieu durant la solidification, comme indiqué au tableau 2. Par ailleurs, on retrouve sur la figure 2.36 la courbe d'analyse thermique de l'alliage A413.1, superposée à sa courbe de première dérivée correspondant au refroidissement à un taux de solidification de 0,7°C/s<sup>64</sup>.

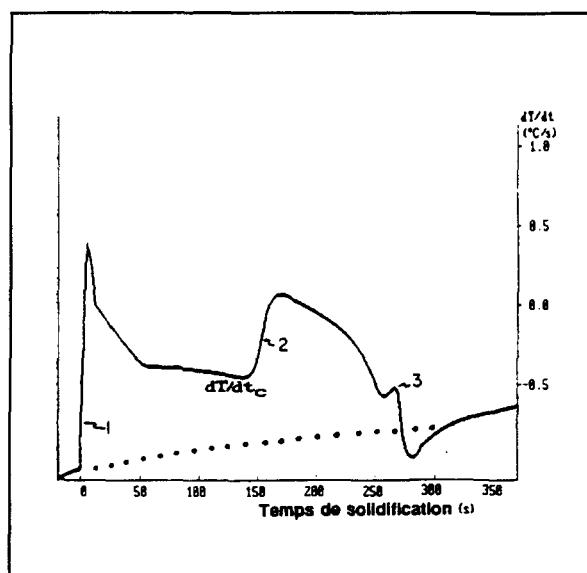


Figure 2.35 Courbe de première dérivée correspondant à la courbe de refroidissement (figure 2.34)<sup>63</sup>.

Tableau 2.1 Composition des éléments alliés constituant les alliages A413.1 et 413.0.

Composition (%)										
Alliage	Composition	Element	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Ni
A413.1	AA-standard	11.0-13.0	1.0	1.0	0.35	0.10	0.50	0.50	-	0.50
413.0	Actual sample	11.4	0.46	0.09	0.18	0.03	1.1*	-	-	-

\*The sample supplied is outside specifications.

Tableau 2.2 Réactions chimiques ayant lieu durant la solidification des alliages 413.0.

Réactions durant la solidification		
	Reactions	temperature, °C
1	Développement du réseau dendritique	574
2	Liq. $\rightarrow$ Al + Al <sub>5</sub> FeSi	572
2	Liq. $\rightarrow$ Al + Al <sub>18</sub> (MnFe) <sub>3</sub> Si <sub>2</sub>	572
2	Liq. $\rightarrow$ Si primaire	572
3	Liq. $\rightarrow$ Al + Si + Al <sub>5</sub> FeSi	575
3	Liq. $\rightarrow$ Al + Si + Al <sub>18</sub> (MnFe) <sub>3</sub> Si <sub>2</sub>	573

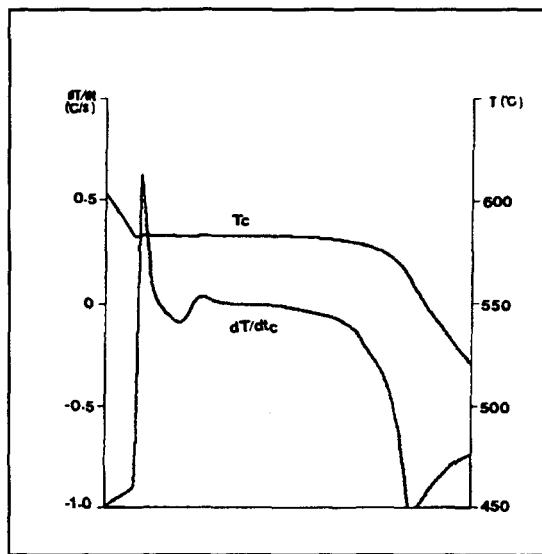


Figure 2.36 Courbe de solidification de l'alliage A413.1 au centre du creuset<sup>64</sup>.

D'autre part, comme il est montré à la figure 2.37, la modification des alliages par l'ajout de strontium déplace la concentration du silicium eutectique à des valeurs plus élevées tout en diminuant la température de l'eutectique<sup>65</sup>.

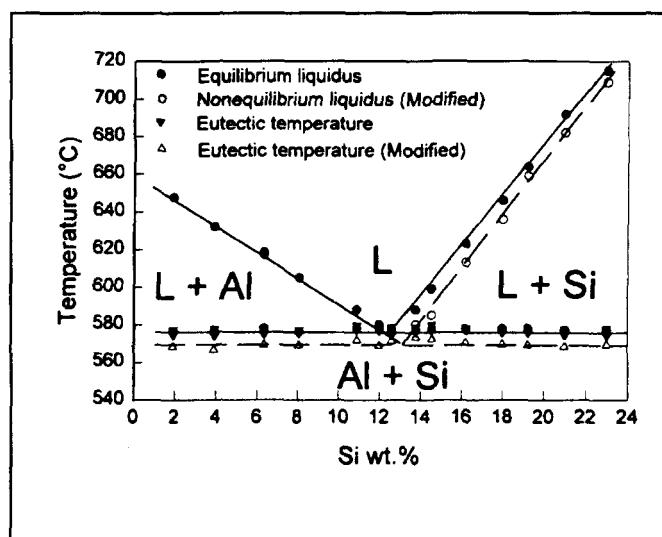


Figure 2.37 Effet de la modification au strontium sur le diagramme d'équilibre des phases d'un alliage Al-Si<sup>65</sup>.

En se référant aux courbes de refroidissement pour la composition eutectique nominale illustrée à la partie gauche de la figure 2.38, l'alliage non modifié (normal) accuse une surfusion de 1-2 K et un plateau horizontal bien défini; avec l'alliage modifié, par contre, le plateau est abaissé de 5-6 K au même taux de refroidissement, avec une surfusion relative et une recalescence similaire et un léger plateau à la phase liquidus correspondant à la formation des dendrites primaires. La courbe de réchauffement correspondante, illustrée à la partie droite de la figure 2.38, montre une faible baisse du point de fusion d'environ 1 K attribuable à la réaction monotectique<sup>65</sup>.

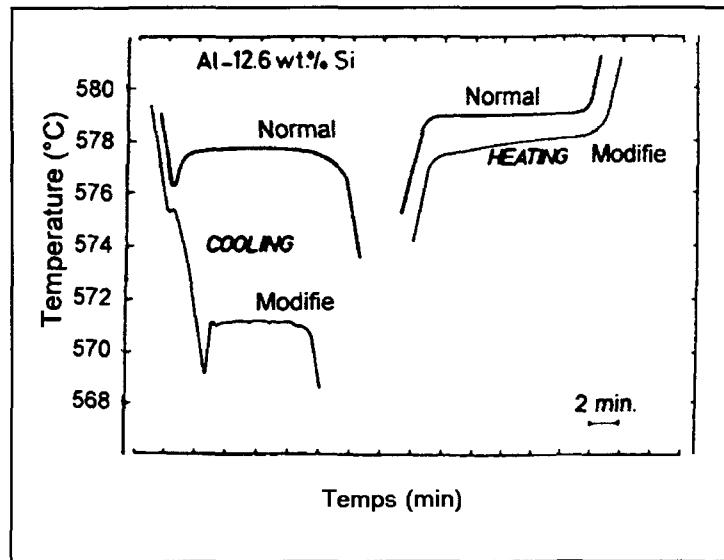


Figure 2.38 Comparaison des courbes de refroidissement (gauche) et des courbes de réchauffement (droite) pour un alliage Al-Si eutectique (Al-12,6 % en poids de Si)<sup>65</sup>.

## **CHAPITRE 3**

# **ANALYSE THERMIQUE ET MÉTALLOGRAPHIQUE**

## CHAPITRE 3

# ANALYSE THERMIQUE ET MÉTALLOGRAPHIQUE

### 3.1 INTRODUCTION

Ce chapitre présente les aspects de l'étude liés à l'analyse thermique et à la microstructure des alliages de type 413.0. Au regard de cette dernière, les caractéristiques des particules de silicium, en particulier, ont été mises en évidence. Ainsi, le propos de cette étude est de déterminer les effets mutuels de certains éléments alliés, c'est-à-dire, les magnésium (Mg), cuivre (Cu), argent (Ag), nickel (Ni), zinc (Zn), lanthane (La), Cérium (Ce) et strontium (Sr), sur les caractéristiques microstructurales et sur la précipitation des phases intermétalliques dans les alliages Al-Si de base 413.

#### 3.1.1 Éléments alliés

Bien que les contenus en Mg et Cu des alliages d'aluminium commerciaux 413.0 soient spécifiés, respectivement à 0.1% et 1.0% au maximum, la nécessité de maintenir leur niveau bas est principalement une question de coût. Dans cette perspective, une récente étude montrait l'effet de l'augmentation des contenus en Mg et en Cu sur les caractéristiques microstructurales et sur les propriétés de traction des alliages eutectiques modifiés Al-Si<sup>67</sup>.

Il est bien connu que de petites quantités de Mg ajoutées à tout alliage contenant du silicium (Si), le rendent traitable thermiquement en raison de la formation de  $Mg_2Si$  (à un ratio stœchiométrique de 1.73:1). La solubilité maximale du  $Mg_2Si$  dans les alliages d'aluminium est de 1.85%, ce qui diminue avec la température. La précipitation produite par le vieillissement artificiel se présente à travers la formation de zones de Guinier-Preston et de précipités très fins de la phase  $Mg_2Si$ . Tous deux confèrent une augmentation de la résistance mécanique sans diminuer indûment la ductilité des alliages<sup>68</sup>. Haque *et al*<sup>69</sup> ont étudié l'effet de l'ajout de silicium et de magnésium sur la modification par le strontium des alliages Al-Si eutectiques de base. Ils ont trouvé que l'addition de 0.4% Mg à l'alliage Al-12.2% Si, résulte en une augmentation maximale de la résistance en traction, mais au détriment de la ductilité. Gowri et Samuel<sup>70</sup> ont amené l'hypothèse suivante : le changement dans les propriétés de traction se produit en raison des changements d'apparence et de dimension des intermétalliques contenant du Fe (soit les phases  $\alpha$ -Fe ou  $\beta$ -Fe), lorsque le contenu en Mg est de 0.23% ou plus.

Le cuivre est ajouté aux alliages d'aluminium dans une gamme de concentrations variant entre 2 et 10% afin d'augmenter leur réponse au traitement de mise en solution et à leur vieillissement artificiel subséquent. Une augmentation de la résistance mécanique et de la dureté de l'alliage et une diminution de la déformation sont normalement observées<sup>68,72</sup>. Le cuivre forme une phase intermétallique,  $Al_2Cu$ , dont la basse température de fusion de ~507 °C assure une basse limite supérieure de température du traitement thermique de mise en solution<sup>73,74</sup>.

Samuel *et al*<sup>75</sup> rapportent la formation de deux morphologies distinctes de Al<sub>2</sub>Cu durant la solidification des alliages 319, soient une morphologie de type eutectique et une de type bloc. La proportion de la phase Al<sub>2</sub>Cu de type bloc augmente dans les alliages modifiés au strontium, et la ségrégation des phases de cuivre dans les régions interdendritiques libres de silicium a lieu<sup>76</sup>. Backerud *et al*.<sup>77</sup> rapportent aussi que, en présence de Mg, la phase Al<sub>5</sub>Mg<sub>8</sub>Cu<sub>2</sub>Si<sub>6</sub> précipite à 507 °C.

L'argent (Ag) possède une solubilité extrêmement élevée dans l'aluminium (jusqu'à 55%). De petites additions (0.1 à 0.6% Ag) sont efficaces pour améliorer la résistance mécanique et la résistance à la corrosion de contrainte des alliages Al-Zn-Mg<sup>68</sup>. La solubilité solide du nickel dans l'aluminium n'excède pas 0.04%. Au-dessus de cette quantité, celui-ci est présent en tant qu'intermétallique insoluble, habituellement en combinaison avec le Fe. Le nickel (jusqu'à 2%) augmente la résistance mécanique des alliages d'aluminium de haute pureté, mais réduit leur ductilité. Il est ajouté aux alliages Al-Cu et Al-Si pour améliorer leur dureté et leur résistance mécanique aux températures élevées et pour réduire leur coefficient d'expansion thermique. Son usage est limité aux alliages utilisés dans les réacteurs atomiques, en raison de son absorption élevée des neutrons; mais dans d'autres applications, son ajout est désirable : combiné au Fe, par exemple, il améliore la résistance à la corrosion de haute pression de vapeur<sup>68</sup>. Kovacheva<sup>84</sup> rapporte que l'ajout de Cu (1.0 à 1.8%) et de Ni (1.0 à 1.6%), ou seulement de Cu, aux alliages Al-Si eutectiques produit des intermétalliques à composants multiples des types suivants: Al<sub>40</sub>Si<sub>7</sub>(Fe,Mn)<sub>10</sub>Cu, Al<sub>40</sub>Si<sub>4</sub>Fe<sub>2</sub>MnCuNi<sub>10</sub>, Al<sub>40</sub>Si(Fe,Mn,Cu,Ni)<sub>13</sub>.

Les contenus en Al et Si dans ces intermétalliques sont constants, tandis que les contenus en Fe, Mn, Cu, et Ni peuvent varier à l'intérieur des formules stœchiométriques, selon la composition chimique de l'alliage. Ces intermétalliques possèdent une configuration de type squelette ou labyrinthe et sont grossiers et résistants à la chaleur. Leurs quantité, configuration et distribution sont décisives pour déterminer le comportement de l'alliage à haute température. Hanafee<sup>85</sup> a étudié l'effet du Ni sur la dureté à chaud des alliages Al-Si. Il a conclu que l'addition de Ni jusqu'à 7% améliore la dureté à 400°C et 600 °C des alliages Al-Si hypoeutectiques et hypereutectiques. Cependant, dans le cas des alliages Al-Si contenant 10-16% de Si, l'addition de Ni ne produit pas d'amélioration notable de la dureté.

L'addition de zinc à l'aluminium, en présence d'autres éléments, offre des avantages remarquables en ce qui concerne la résistance mécanique. Avec Mg, Zn forme MgZn<sub>2</sub>; Il se produit une réponse aux traitements thermiques de beaucoup supérieure à celle obtenue avec les systèmes d'alliages binaires. Bien que les alliages Al-Zn-Mg aient des caractéristiques inférieures à celles des alliages Al-Si, leurs propriétés de traction dans les conditions après coulée sont élevées<sup>68</sup>. Le cuivre ajouté aux alliages Al-Zn-Mg, en combinaison avec de petites (mais significatives) quantités de Cr et Mn, résulte en des alliages d'aluminium commercialement disponibles ayant les plus hautes résistances mécaniques. Cela est dû à la nucléation de la phase CuMgAl<sub>2</sub> durant le processus de vieillissement artificiel. De plus, le cuivre augmente la sensibilité à la trempe une fois traité thermiquement et réduit généralement la résistance à la corrosion; par contre, il augmente la résistance à la corrosion de contrainte.

### 3.1.2 Métaux terres rares

Les propriétés mécaniques des alliages Al-Si peuvent également être améliorées par l'ajout de métaux terres rares. Des métaux terres rares ont donc été ajoutés aux alliages Al-Si sous la forme de métaux purs dont, entre autres, le cérium (Ce) et le lanthane (La). Les effets bénéfiques individuels de ces métaux terres rares sur les propriétés de contrainte en traction peuvent être attribués, en partie, aux effets de renforcement produits par la fine dispersion des composés intermétalliques et aux effets de modification<sup>32,34,45</sup>.

Les effets de modification par les métaux terres rares peuvent être expliqués sur la base de l'hypothèse de Kim et Heine<sup>36</sup>, selon laquelle l'élément modificateur devrait : 1) avoir une tendance à former des composés avec la phase de précipitation à une température inférieure à la température eutectique normale; 2) avoir une faible tendance à former des composés; 3) avoir une solubilité minimale avec les phases de solvant<sup>35,43</sup>.

Le lanthane satisfait à la plupart des critères susmentionnés d'un élément modificateur, à l'exception de sa réaction avec la phase du solvant qui l'empêche de produire une modification complète. Le cérium, lui, ne satisfait que partiellement aux critères d'éléments modificateurs. Par conséquent, les effets du cérium sur la modification de la structure et sur l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages Al-Si sont sensiblement moins prononcés que pour le lanthane.

### 3.1.3     Interactions phosphore-strontium (P-Sr)

L'effet du strontium comme agent de modification est atténué par la présence de phosphore qui réagit avec lui. Ainsi, les alliages contenant des concentrations élevées de phosphore requièrent de plus grandes quantités de strontium pour produire une structure acceptable. Les gros cristaux primaires de silicium affectent défavorablement les propriétés mécaniques des alliages Al-Si. De nombreuses recherches ont été effectuées dans le but de réduire la taille des cristaux de silicium primaire. Il s'est avéré que le phosphore, lorsqu'il est incorporé au métal en fusion, permet de réduire de façon substantielle la taille du silicium primaire<sup>20,22</sup>. Le silicium contenu dans les alliages de composition eutectique est normalement de forme aciculaire, et une addition de Sr transforme celle-ci en une morphologie globulaire. Comme dans toute microstructure de ce type, les propriétés mécaniques générales et la ductilité, mesurée en pourcentage de déformation, ne sont pas aussi élevées que celles associées à des constituants de dimension plus petite et de forme arrondie. Le strontium, suivant sa composition dans les divers alliages, contribue généralement à effectuer une modification des phases en présence, car il réagit avec les phases de précipitation du silicium en rendant sphéroïdes les particules de silicium. Cela contribue à diminuer les concentrations de contraintes et, conjointement avec les traitements thermiques appropriés de mise en solution, trempe et vieillissement artificiel, favorise l'obtention de meilleures propriétés de traction.

### 3.2 EXPÉRIMENTATION

La composition chimique de l'alliage de base 413.0 tel que reçu, est présentée au tableau 3.1. La procédure expérimentale de mise en œuvre a impliqué la préparation de 40 kg de métal en fusion et l'utilisation d'un creuset de SiC chauffé au moyen d'un four à résistance électrique. Les Cu, Fe, Mn et Ni furent ajoutés en quantités requises au métal en fusion, respectivement sous la forme des alliages maîtres Al-33% Cu, Al-25% Fe, Al-25% Mn et Al-20% Ni. L'argent et le zinc sous forme pure furent ajoutés directement au métal en fusion alors que le magnésium fut ajouté sous la forme de magnésium pur à 99.9%, avec une cloche perforée de graphite. L'addition de l'affineur de grain ( $TiB_2$ ) et du modificateur (Sr) fut effectuée en utilisant respectivement les alliages maîtres Al-5Ti-1B et Al-10% Sr. Le modificateur (Sr) fut ajouté au métal en fusion juste avant le dégazage. Les métaux terre rares La et Ce furent ajoutés sous la forme, respectivement, des alliages maîtres Al-17% La et Al-11%Ce. Le phosphore (P) fut introduit sous la forme de tiges de brasage contenant 92%Cu-8%P.

Toutes les fontes d'alliages furent dégazées par barbotage d'argon pur, injecté dans le métal en fusion à travers des pales de graphite tournant à une vitesse de 125 RPM durant 30 minutes. La température du métal en fusion fut maintenue à  $720 \pm 5$  °C. Pour chaque composition de fontes d'alliages, l'échantillonnage pour l'analyse chimique a été effectué avec un « moule à ciseaux » de type B (ASTM E-716). Les compositions chimiques furent analysées par spectroscopie émissive, et sont listées dans les tableaux 3.1 et 3.2.

L'alliage de base utilisé dans le cadre de ce projet de recherche est l'alliage 413.0, auquel sont incorporés en diverses combinaisons et proportions certains éléments d'addition. Parmi ceux-ci, on retrouve des éléments alliés, notamment les Cu, Mg, Ni, Zn, Ag et Sr, et les métaux terres rares Ce et La qui améliorent les propriétés de traction. On retrouve également du phosphore (P) pour l'affinage du silicium primaire.

### **3.2.1 Éléments alliés**

Une première série d'alliages (413.0 de base et A à H) et leur analyse chimique sont identifiés dans le tableau 3.1; on y retrouve respectivement :

- l'alliage de base 413;
- l'alliage A (413 avec un excès de Sr);
- l'alliage B (413 avec un excès de Mg et de Sr);
- l'alliage C (413 avec un excès de Cu et de Sr);
- l'alliage D (413 avec un excès de Mg, Cu et de Sr);
- l'alliage E (413 avec un excès de Mg, Cu, Ag et de Sr);
- l'alliage F (413 avec un excès de Mg, Cu, Sr, Ce et La);
- l'alliage G (413 avec un excès de Mg, Cu, Sr et de Zn);
- l'alliage H (413 avec un excès de Mg, Cu, Sr, Ni et de Zn).

Tableau 3.1 Compositions chimiques des alliages de base 413 et des alliages A à H.

Eléments (%)	ALLIAGES								
	<b>413</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>	<b>F</b>	<b>G</b>	<b>H</b>
<b>Sr</b>	<,0002	<b>0,0171</b>	<b>0,0193</b>	<b>0,0193</b>	<b>0,0264</b>	<b>0,0219</b>	<b>0,0229</b>	<b>0,0231</b>	<b>0,0240</b>
<b>Mg</b>	0,04	,0751	<b>0,3890</b>	0,0732	<b>0,4490</b>	<b>0,4149</b>	<b>0,3260</b>	<b>0,3992</b>	<b>0,3820</b>
<b>Cu</b>	0,366	,861	0,830	<b>2,747</b>	<b>2,284</b>	<b>2,573</b>	<b>2,592</b>	<b>2,786</b>	<b>2,638</b>
<b>Ag</b>	0,0016	0,0012	0,0013	0,0064	0,0013	<b>0,728</b>	0,0023	0,0038	0,0027
<b>Ce</b>	---	---	---	---	---	---	<b>0,3369</b>	---	---
<b>La</b>	---	---	---	---	---	---	<b>0,3672</b>	---	---
<b>Zn</b>	0,1128	0,2593	0,2646	0,2446	0,2512	0,2537	0,3133	<b>2,427</b>	<b>2,220</b>
<b>Ni</b>	0,1	0,0213	0,0219	0,0193	0,0230	0,0242	0,0198	0,0227	<b>0,845</b>
<b>B</b>	0,0034	0,0011	0,0032	0,0015	0,0028	0,0019	0,0017	0,0028	0,0024
<b>Ti</b>	0,0629	0,0500	0,0564	0,0486	0,0593	0,0618	0,0497	0,0569	0,0601
<b>Si</b>	12,81	11,32	11,63	11,5	11,24	11,68	10,83	11,39	10,77
<b>Fe</b>	0,716	0,708	0,718	0,685	0,708	0,747	0,662	0,705	0,671
<b>Mn</b>	0,2804	0,2183	0,2159	0,2054	0,2076	0,2057	0,1911	0,2003	0,1897
<b>Cr</b>	0,0551	0,0183	0,0202	0,0175	0,0234	0,0267	0,0189	0,0193	0,0188
<b>Pb</b>	<0,0017	0,0085	0,0102	0,0089	0,0095	0,013	0,0124	0,0099	0,0084
<b>Sn</b>	<0,0024	<0,0024	<0,0024	0,0030	0,0031	0,0035	0,0227	0,0024	0,0027
<b>Be</b>	0,0024	0,0001	0,0001	0,0008	0,0073	0,0076	0,0007	0,0017	0,0013
<b>Bi</b>	<0,0025	0	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	0	<0,0025	<0,0025
<b>Zr</b>	,0057	0,0015	0,002	0,0015	0,0023	0,0025	0,0019	0,0019	0,0019
<b>Co</b>	<,0011	<,0011	<,0011	<,0011	<,0011	<,0011	,0086	<,0011	,0014
<b>V</b>	0,0095	0,0076	0,008	0,0068	0,0077	0,0074	0,0082	0,0070	0,0,0069
<b>Al</b>	85,1	85*	85*	85*	85*	85*	85*	85*	85*

- (\*) signifie une valeur estimée.
- Les nombres en relief expriment que la composition de l'élément allié est en excès.

### 3.2.2 Interactions phosphore-strontium (P-Sr)

Les alliages d'une deuxième série (série phosphore) et leur analyse chimique sont identifiés dans le tableau 3.2; on y retrouve respectivement : l'alliage 413P (413 avec un excès de P) et plusieurs alliages ayant comme base l'alliage 413 avec des excès de Sr et P en différentes proportions, notamment les alliages I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX et enfin l'alliage DP (413 avec un excès de Mg, Cu, Sr et P).

Tableau 3.2 Compositions chimiques des alliages de la série phosphore.

Éléments (%)	ALLIAGES - SÉRIE PHOSPHORE										
	413P	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	DP
<b>Sr</b>	<,0002	,0098	,0103	,0056	,0233	,027	,0184	,0172	,0159	,0149	,0105
<b>Mg</b>	0,032	0,028	0,029	0,028	0,037	0,037	0,036	0,037	0,037	0,036	<b>0,343</b>
<b>Cu</b>	0,34	0,31	0,32	0,34	0,31	0,37	0,25	0,31	0,36	0,38	<b>1,93</b>
<b>Ni</b>	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
<b>Zn</b>	0,096	0,099	0,101	0,101	0,099	0,101	0,099	0,100	0,100	0,098	0,099
<b>P</b>	<b>,0038</b>	<b>,0036</b>	<b>,0043</b>	<b>,0046</b>	<b>,0047</b>	<b>,0061</b>	<b>,0034</b>	<b>,0036</b>	<b>,0040</b>	<b>,0050</b>	<b>,0042</b>
<b>Si</b>	12,75	12,66	12,76	12,67	12,40	12,46	12,81	12,89	12,89	12,84	12,29
<b>Fe</b>	0,69	0,67	0,69	0,69	0,67	0,66	0,67	0,69	0,69	0,68	0,67
<b>Ti</b>	0,060	0,061	0,065	0,065	0,061	0,062	0,059	0,059	0,063	0,067	0,062
<b>Mn</b>	0,287	0,285	0,286	0,286	0,275	0,272	0,277	0,277	0,280	0,273	0,271
<b>Cr</b>	0,051	0,051	0,052	0,052	0,050	0,049	0,049	0,049	0,049	0,048	0,048
<b>Pb</b>	,0058	,0058	,0058	,0059	,0060	,0058	,0058	,0061	,0062	,0059	,0059
<b>Al</b>	85,62	85,74	85,59	85,67	85,50	85,88	85,64	85,49	85,44	85,48	84,19

- Les nombres en relief expriment que la composition de l'élément allié est en excès.

### 3.2.3 Analyse thermique

L'analyse thermique consiste à enregistrer l'évolution de la température d'un alliage en fonction du temps, de l'état liquide jusqu'à l'état solide. Elle permet d'identifier les phases qui se forment lors du processus de solidification. Les courbes de solidification décrivent l'évolution de la température en fonction du temps, et leur courbe dérivée montre les étapes de formation des phases dans ces alliages. La pente de la courbe de refroidissement ainsi obtenue varie suivant les phases formées durant le processus de solidification.

L'analyse thermique a été effectuée pour toutes les fontes d'alliages en chauffant préalablement ceux-ci à  $750 \pm 5$  °C. Le métal liquide fut versé dans un moule en graphite d'une hauteur de 80 mm et d'un diamètre de 60 mm préchauffé à 600 °C, et équipé d'un thermocouple à haute sensibilité de type K pénétrant par le bas et positionné au centre de la cavité du moule. Les données température-temps furent recueillies par un système d'acquisition de données à haute vitesse (Strawberry Tree, vitesse d'acquisition: 1 lecture par 0.2 seconde), connecté à un ordinateur muni d'un logiciel de traçage de courbes. La partie du thermocouple incluse dans le moule (à l'exception de l'extrémité) est protégée par un tube de céramique à double paroi. Le temps de solidification,  $t$ , a été mesuré comme étant l'intervalle de temps entre le début de la solidification et la précipitation de la phase de  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , comme indiqué à la figure 3.1.

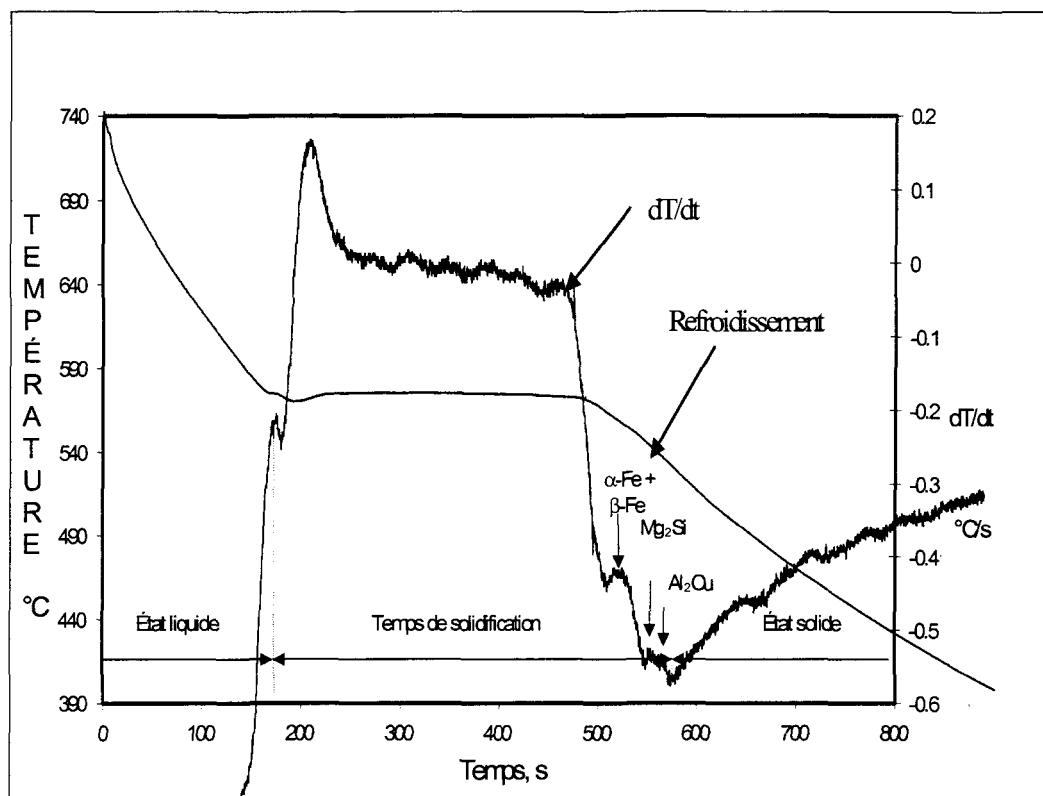


Figure 3.1 Courbe de solidification d'un alliage typique.

Lorsqu'une phase solide se forme pendant le refroidissement de l'alliage, de la chaleur est dégagée qui ralentit le taux de solidification. Les réactions de solidification requièrent normalement une étape de surfusion pour que le processus de refroidissement soit enclenché. La surfusion représente une force thermodynamique, et apparaît sur la courbe de refroidissement comme une baisse de température située sous la température d'équilibre de la réaction.

Une fois commencée la réaction de solidification, de la chaleur latente est dégagée et la température monte jusqu'à une valeur voisine de la valeur à l'équilibre. Ce processus de réchauffement est appelé, la recalescence. La plupart des alliages de fonderie sont constitués de multiples composants et contiennent plusieurs phases, chacune d'elles pouvant avoir un effet sur la forme de la courbe de refroidissement qui est alors plus complexe. Une indication beaucoup plus précise des points d'inflexion présents sur une courbe de refroidissement peut être obtenue en prenant la première dérivée de la température en fonction du temps. La valeur  $dT/dt$  constitue en tous points la pente de la tangente de la courbe de refroidissement. Les points d'inflexion correspondent aux pics sur la courbe de première dérivée. Le principal avantage lié à la courbe de première dérivée est qu'elle permet d'amplifier les changements de pente importants ayant lieu sur la courbe de refroidissement<sup>63</sup>.

Backerud et al.<sup>64</sup> ont rédigé un ouvrage portant sur les caractéristiques de solidification des alliages d'aluminium. On y retrouve, entre autres, les éléments constituants des alliages et les différentes réactions chimiques ayant lieu durant la solidification. D'autre part, la modification des alliages par l'ajout de strontium déplace la concentration du silicium eutectique à des valeurs plus élevées tout en diminuant la température de l'eutectique.

### **3.2.4 Mesures des particules de silicium**

La morphologie des phases de silicium des alliages soumis à l'analyse thermique a été étudiée au moyen d'un microscope optique relié à un logiciel analyseur d'images de type LECO 2001. Cet appareil est conçu pour distinguer les différents tons de gris de l'image provenant du microscope optique.

Une plage de tons de gris est associée à la phase de silicium, ce qui permet de mesurer la surface moyenne des particules de silicium, leur longueur, leur rondeur, le facteur de forme, la densité et la surface moyenne en pourcentage de silicium dans l'alliage. Les échantillons pour l'investigation métallographique (25 x 25 mm) furent sectionnés dans la partie centrale de chaque alliage coulé (contenant l'extrémité du thermocouple), et ensuite montés et polis pour obtenir un fini raffiné. Pour chaque échantillon, 25 ou 50 champs à un grossissement de 500x ou de 1000x furent examinés, selon la microstructure de l'alliage concerné.

### **3.2.5 Identification des phases**

Les différentes phases des alliages ont été identifiées avec une microsonde (localisée à l'université McGill). Les microstructures des surfaces d'échantillons polis (sans gravure) furent examinées au moyen de la microscopie optique et de la microscopie à balayage électronique (MEB), couplées avec l'analyse à fluorescence au rayon X par énergie dispersive.

La microanalyse par sonde électronique et l'analyse de fluorescence par longueur d'onde furent aussi utilisées là où elles étaient requises, utilisant un micro-analyseur combiné Jeol JXA-8900L WD/ED opérant à 20 kV et 30 nA. La dimension du faisceau d'électrons était approximativement de zéro, tandis que la surface d'examen était d'environ 2  $\mu\text{m}$ . L'étude fut effectuée pour des surfaces polies, sur lesquelles de fines couches de carbone furent déposées afin d'améliorer leur conductivité électrique.

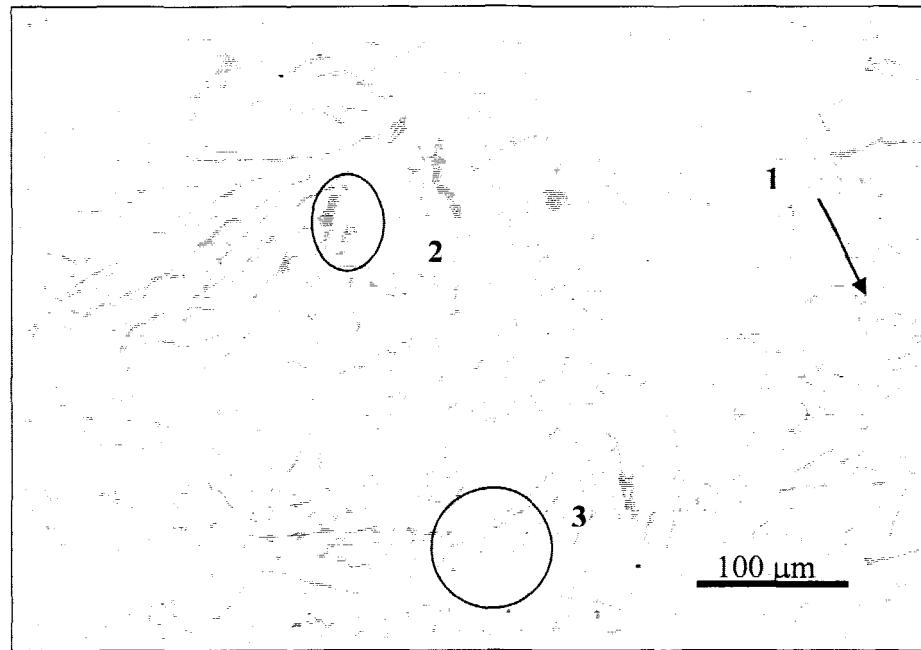
### 3.3 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

#### 3.3.1 Caractéristiques des particules de silicium

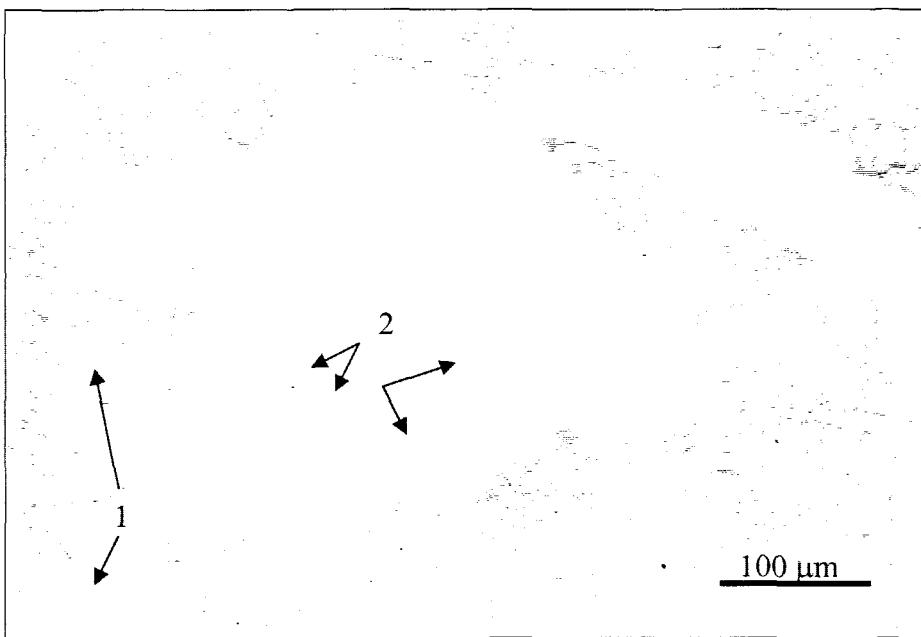
Le tableau 3.3 résume les caractéristiques des particules de silicium obtenues avec les alliages étudiés. Tel que présenté dans ce tableau et tel qu'illustré à la figure 3.2, la modification avec le strontium transforme les particules de silicium de l'alliage de base 413 : d'une forme aciculaire (facteur de forme 2,877) en une forme fibreuse pour l'alliage A (facteur de forme de 1,921), et une augmentation de la rondeur de 57,19% à 74,97%.

Tableau 3.3 Analyse de silicium (Alliages 413.0, A à H).

Alliage	Caractéristiques des particules de silicium					
	Surface $\mu\text{m}^2$	Longueur $\mu\text{m}$	Rondeur %	Facteur de forme	Densité Particules/ $\text{mm}^2$	Surface moyenne
413	$\mu=37,27$ $\sigma=60,72$	$\mu=12,69$ $\sigma=14,57$	$\mu=57,19$ $\sigma=31,28$	$\mu=2,877$ $\sigma=1,685$	2 522	$\mu=12,40$ $\sigma=1,366$
A	$\mu=4,026$ $\sigma=9,717$	$\mu=3,099$ $\sigma=3,053$	$\mu=74,97$ $\sigma=21,93$	$\mu=1,921$ $\sigma=,7829$	31 212	$\mu=12,19$ $\sigma=2,595$
B	$\mu=9,184$ $\sigma=19,51$	$\mu=5,419$ $\sigma=7,178$	$\mu=64,12$ $\sigma=28,72$	$\mu=2,294$ $\sigma=1,236$	15 194	$\mu=12,21$ $\sigma=2,119$
C	$\mu=11,01$ $\sigma=22,74$	$\mu=5,984$ $\sigma=7,922$	$\mu=60,64$ $\sigma=31,02$	$\mu=2,436$ $\sigma=1,320$	13 050	$\mu=12,63$ $\sigma=2,094$
D	$\mu=8,134$ $\sigma=18,24$	$\mu=4,942$ $\sigma=6,607$	$\mu=63,91$ $\sigma=29,14$	$\mu=2,271$ $\sigma=1,208$	17 326	$\mu=12,22$ $\sigma=1,658$
E	$\mu=13,89$ $\sigma=30,57$	$\mu=6,692$ $\sigma=9,317$	$\mu=62,49$ $\sigma=29,73$	$\mu=2,387$ $\sigma=1,334$	7 729	$\mu=11,24$ $\sigma=2,324$
F	$\mu=19,64$ $\sigma=37,12$	$\mu=8,006$ $\sigma=8,935$	$\mu=55,96$ $\sigma=29,88$	$\mu=2,275$ $\sigma=1,137$	5 853	$\mu=11,45$ $\sigma=2,685$
G	$\mu=16,95$ $\sigma=35,39$	$\mu=7,770$ $\sigma=9,493$	$\mu=55,22$ $\sigma=30,15$	$\mu=2,557$ $\sigma=1,354$	5 548	$\mu=10,16$ $\sigma=2,356$
H	$\mu=18,76$ $\sigma=40,21$	$\mu=7,380$ $\sigma=9,156$	$\mu=68,71$ $\sigma=28,11$	$\mu=2,307$ $\sigma=1,180$	5 525	$\mu=10,87$ $\sigma=1.314$



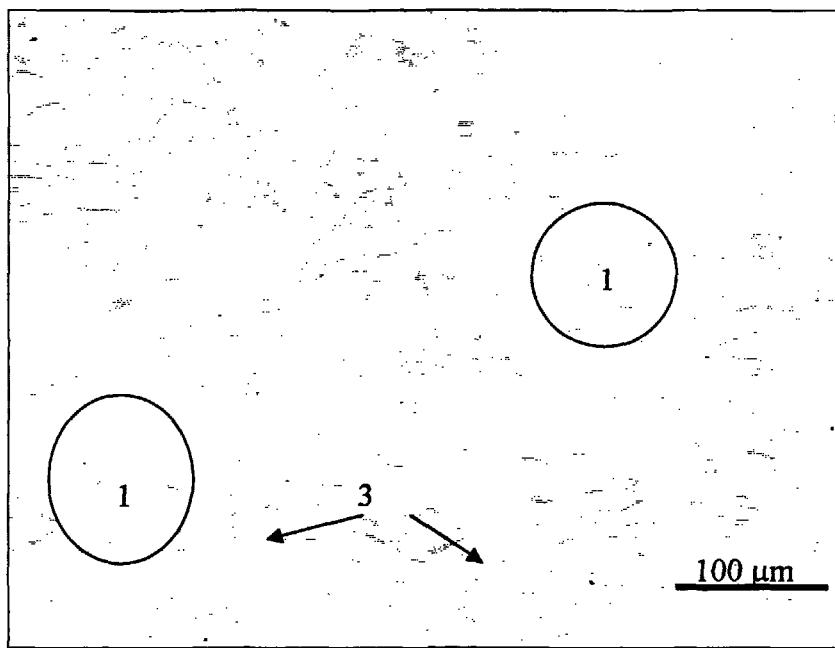
a)



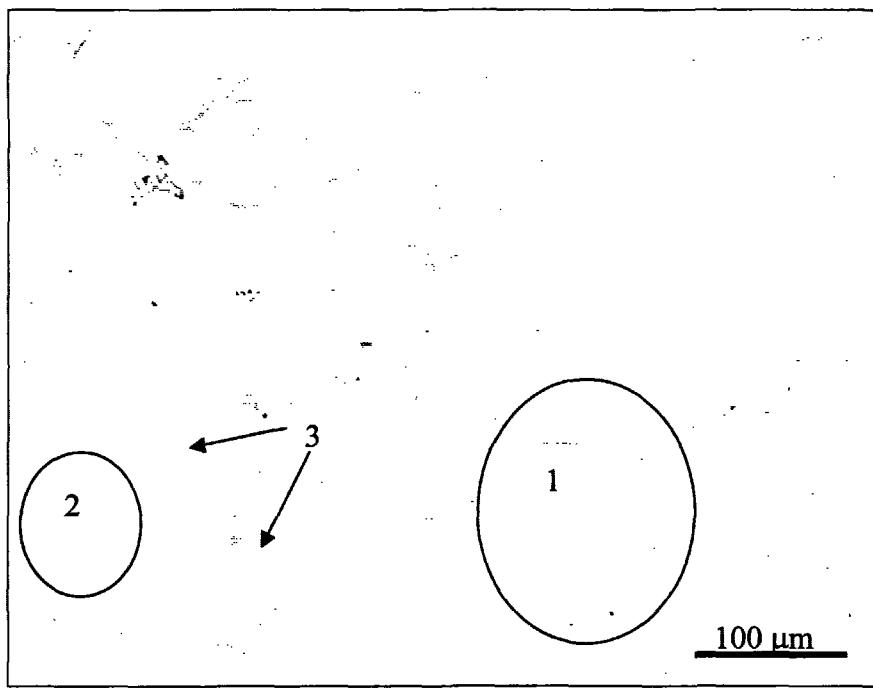
b)

Figure 3.2 Microstructures optiques de a) l'alliage de base 413, et b) l'alliage de base 413 modifié avec 171 ppm Sr (alliage A). 1-plaquettes de  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi; 2-particules de script chinois  $\alpha$ -Fe ; 3- particules de Si.

Il est important de noter que l'alliage de base 413.0 possède les particules de silicium les plus longues et qui occupent la plus grande surface, tandis que pour l'alliage A ces caractéristiques sont les plus faibles parmi tous les alliages étudiés. Cela implique que toute action supplémentaire d'addition d'éléments alliés diminue ou affaiblit l'effet du strontium en tant que modificateur, en raison de leur interaction avec Sr pour former des composés intermétalliques complexes. La figure 3.3 illustre les microstructures obtenues avec l'addition de 0,389% de Mg et de 0,0193% de Sr à l'alliage de base 413, formant ainsi l'alliage B. Comme on peut le voir dans le tableau 3.3, l'addition de 0,389% de Mg à l'alliage de base 413.0 modifié au Sr (soit l'alliage B), mène à une modification partielle des particules de silicium. La longueur moyenne des particules de silicium diminue de  $12,69 \mu\text{m}$  à  $5,419 \mu\text{m}$  et la surface moyenne des particules passe de  $37,27 \mu\text{m}^2$  à  $9,184 \mu\text{m}^2$ , soit une diminution d'environ 57% et 75% respectivement. En raison de la diminution des dimensions des particules de silicium, la densité de ces dernières augmente de 2522 à 15194 particules/ $\text{mm}^2$ .



a)



b)

Figure 3.3 Microstructures optiques de l'alliage de base 413 contenant ~0,389% Mg: a) non modifié, et b) modifié au Sr (alliage B).  
1- Région eutectique partiellement modifiée; 2- Région eutectique modifiée; 3- Longues plaquettes  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi.

Comme on peut aussi le voir dans le tableau 3.3, l'ajout de Mg et Sr à l'alliage de base 413 (alliage B) diminue également le facteur de forme des particules de Si, qui passe de 2,877 dans l'alliage de base 413 à 2,294 pour l'alliage B et à 1,921 dans l'alliage A. De plus, cet ajout augmente la rondeur à une valeur de 64,12% pour l'alliage B et à 74,97% dans le cas de l'alliage A. Ce qui reflète l'interaction entre le Mg et le Sr (Mg-Sr) dans le cas de l'alliage B. L'interaction Mg-Sr dans l'alliage B occasionne une diminution moindre du facteur de forme et une augmentation moindre de la rondeur, que ne le fait le strontium seul dans l'alliage A. La figure 3.3 illustre de quelle façon le Mg fait obstruction à l'effet modificateur du Sr, lorsque le Mg est ajouté à l'alliage de base 413 modifié au strontium (alliage A). La microstructure révèle que certaines aires de silicium sont complètement modifiées alors que d'autres ne le sont que partiellement. Cela s'accorde avec les observations de Joenoes et Gruzleski<sup>89</sup>, qui rapportent qu'environ 1% Mg raffine légèrement la phase de silicium et a un effet négatif sur la modification au strontium, c'est à dire qu'il change la microstructure, de complètement modifiée à partiellement modifiée, en raison de la précipitation de  $Mg_2Sr(Si,Al)$ .

L'ajout de Cu et Sr (alliage C) à l'alliage de base 413.0 diminue le facteur de forme des particules de Si, qui passe de 2,877 dans l'alliage de base 413 à 2,436 pour l'alliage C et à 1,921 dans l'alliage A, et augmente la rondeur à une valeur de 60,64% pour l'alliage C et à 74,97% dans le cas de l'alliage A. Ce qui reflète l'interaction entre le Cu et le Sr (Cu-Sr) dans le cas de l'alliage C. L'interaction Cu-Sr occasionne une diminution moindre du facteur de forme et une augmentation moindre de la rondeur, que ne le fait le strontium seul dans l'alliage A.

L'ajout de Mg, Cu, et Sr (alliage D) à l'alliage de base 413 diminue le facteur de forme des particules de Si, qui passe de 2,877 dans l'alliage de base 413 à 2,271 pour l'alliage D et à 1,921 dans l'alliage A, et augmente la rondeur à une valeur de 63,91% pour l'alliage D et à 74,97% dans le cas de l'alliage A. Ce qui reflète les interactions combinées Mg-Sr et Cu-Sr dans le cas de l'alliage D. Les interactions Mg-Sr et Cu-Sr occasionnent une diminution moindre du facteur de forme et une augmentation moindre de la rondeur, que ne le fait le strontium seul dans l'alliage A. Il peut aussi être constaté, à partir du tableau 3.3, que des additions de Mg, Cu, Sr, Ag, Ni, et Zn (individuellement ou combinés) entraînent, à divers degrés dans les cas des alliages E, F, G et H, une diminution du facteur de forme et une augmentation de la densité par rapport à l'alliage de base 413.

### 3.3.2 Phases intermétalliques

L'aluminium forme une variété de composés avec ses éléments alliés. Ces composés intermétalliques sont actuellement des solutions solides qui ont une capacité substantielle pour dissoudre d'autres éléments<sup>90</sup>. Bien qu'ils soient exprimés par des formules chimiques définies, ces composés exhibent un large champ de compositions<sup>91</sup> et de températures de précipitation<sup>77</sup>. Dans ce qui suit, les phases intermétalliques observées dans notre étude seront discutées en accord avec leur ordre de précipitation durant la solidification. Le tableau 3.4 illustre les différentes réactions qui ont eu lieu lors de la solidification de chacun des alliages A à H et 413 de base. Les données de ce tableau sont tirées des courbes de refroidissement expérimentales qui sont illustrées aux figures 3.4 à 3.12 inclusivement.

Tableau 3.4 Analyse thermique et réactions chimiques (alliages 413, alliages A à E).

<b>Alliage (code)</b>	<b>Pic (#)</b>	<b>Température (°C)</b>	<b>Réactions chimiques</b>
<b>413</b>	1	568,8	Début de la solidification et formation des dendrites $\alpha$ -Al
	2	573,6	Précipitation de la phase Al-Si eutectique
	3	534,5	Précipitation de la phase $Al_2Cu$
	4	525,0	Fin de la solidification
<b>A</b>	1	568,7	Début de la solidification et formation des dendrites $\alpha$ -Al
	2	566,7	Précipitation du silicium eutectique
	3	493,7	Précipitation de la phase $Al_2Cu$
	4	483,3	Fin de la solidification
<b>B</b>	1	569,9	Début de la solidification et formation des dendrites $\alpha$ -Al
	2	564,7	Précipitation de la phase Al-Si eutectique
	3	552,6	Transformation partielle $\beta$ - $Al_5FeSi \rightarrow Al_8Mg_3FeSi_6$
	4	544,5	Précipitation de la phase $Mg_2Si$
	5	495,9	Précipitation de la phase $Al_2Cu$
	6	486,5	Fin de la solidification
<b>C</b>	1	566,0	Début de la solidification et formation des dendrites $\alpha$ -Al
	2	568,8	Précipitation de la phase Al-Si eutectique
	3	495,6	Précipitation de la phase $Al_2Cu$
	4	485,1	Fin de la solidification
<b>D</b>	1	565,6	Début de la solidification et formation des dendrites $\alpha$ -Al
	2	561,6	Précipitation de la phase Al-Si eutectique
	3	537,0	Précipitation de la phase $Mg_2Si$
	4	520,3	Transformation partielle $Al_2-Si_2-Sr$ (sur-modification)
	5	499,1	Précipitation de la phase $Al_2Cu$
	6	485,5	Fin de la solidification
<b>E</b>	1	564,8	Début de la solidification et formation des dendrites $\alpha$ -Al
	2	559,6	Précipitation de la phase Al-Si eutectique
	3	509,6	Précipitation de la phase $Mg_2Si$
	4	496,5	Précipitation de la phase $Al_2Cu$
	5	481,6	Fin de la solidification

Tableau 3.4 (Suite) Analyse thermique et réactions chimiques (Alliages F-H).

<b>Alliage (code)</b>	<b>Pic (#)</b>	<b>Température (°C)</b>	<b>Réactions chimiques</b>
<b>F</b>	1	572,2	Début de la solidification et formation des dendrites $\alpha$ -Al
	2	555,7	Précipitation de la phase Al-Si eutectique
	3	542,0	Précipitation de la phase Mg <sub>2</sub> Si
	4	504,5	Transformation partielle $\beta$ -Al <sub>5</sub> FeSi $\rightarrow$ Al <sub>8</sub> Mg <sub>3</sub> FeSi <sub>6</sub>
	5	499,0	Précipitation de la phase Al <sub>2</sub> Cu
	6	495,4	Fin de la solidification
<b>G</b>	1	562,5	Début de la solidification et formation des dendrites $\alpha$ -Al
	2	557,8	Précipitation de la phase Al-Si eutectique
	3	542,9	Transformation partielle $\beta$ -Al <sub>5</sub> FeSi $\rightarrow$ Al <sub>8</sub> Mg <sub>3</sub> FeSi <sub>6</sub>
	4	492,2	Précipitation de la phase Al <sub>2</sub> Cu
	5	466,5	Formation de la phase Al <sub>5</sub> Mg <sub>8</sub> Si <sub>6</sub> Cu <sub>2</sub>
	6	460,6	Fin de la solidification
<b>H</b>	1	559,8	Début de la solidification et formation des dendrites $\alpha$ -Al
	2	555,0	Précipitation de la phase Al-Si eutectique
	3	528,5	Précipitation de la phase Mg <sub>2</sub> Si
	4	502,1	Transformation partielle Al <sub>2</sub> -Si <sub>2</sub> -Sr (sur-modification)
	5	490,2	Précipitation de la phase Al <sub>2</sub> Cu
	6	476,6	Fin de la solidification

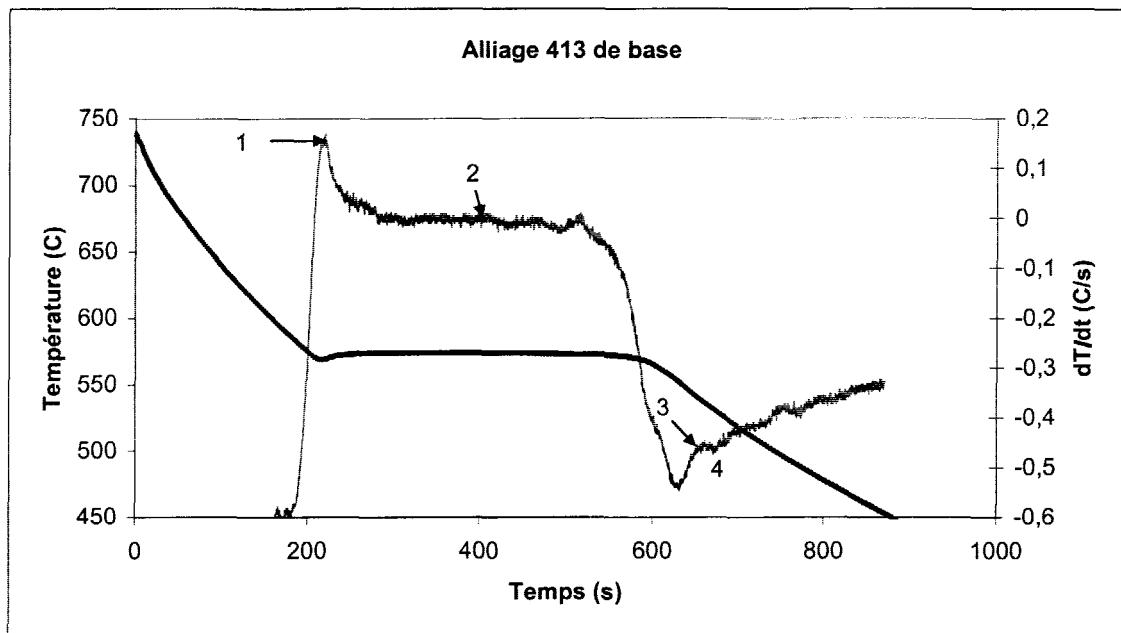


Figure 3.4 Courbe de solidification de l'alliage 413 de base.

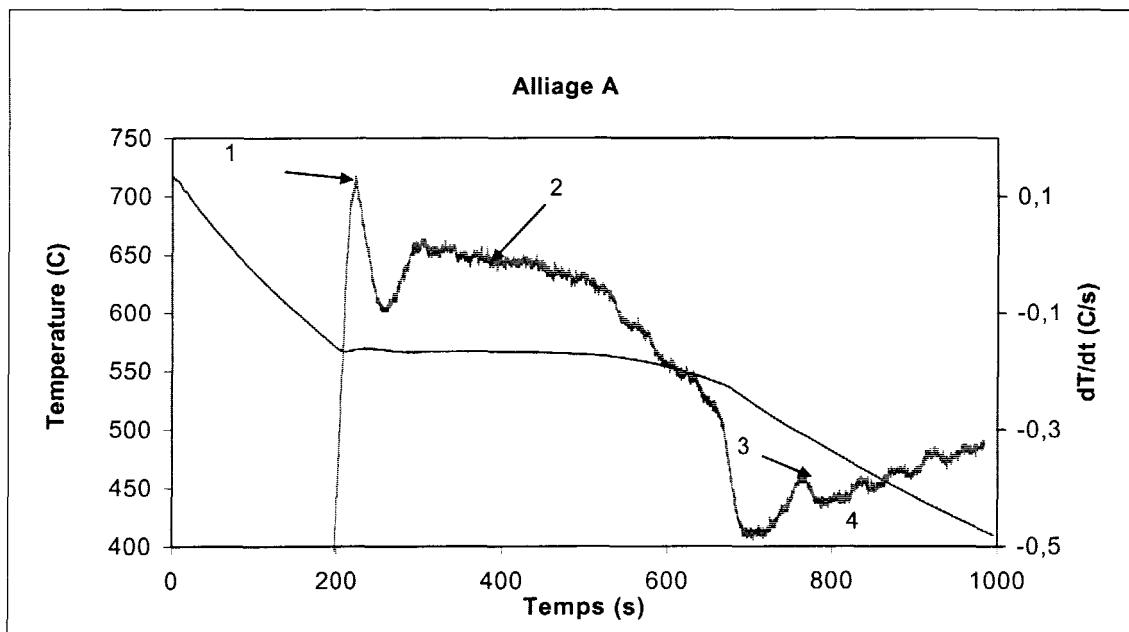


Figure 3.5 Courbe de solidification de l'alliage A.

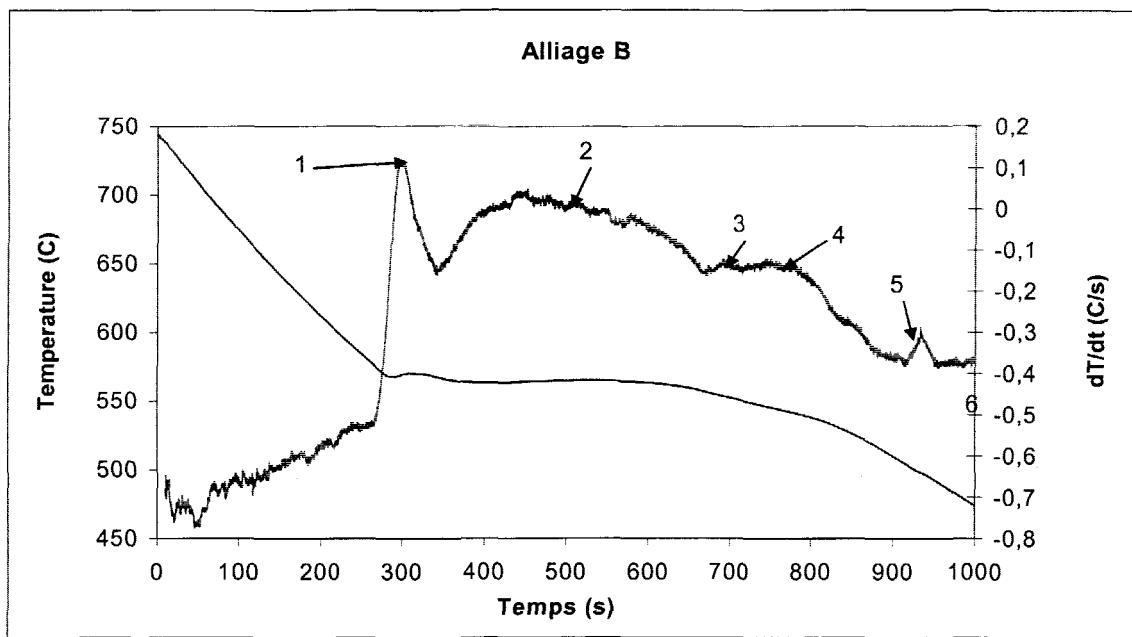


Figure 3.6 Courbe de solidification de l'alliage B.

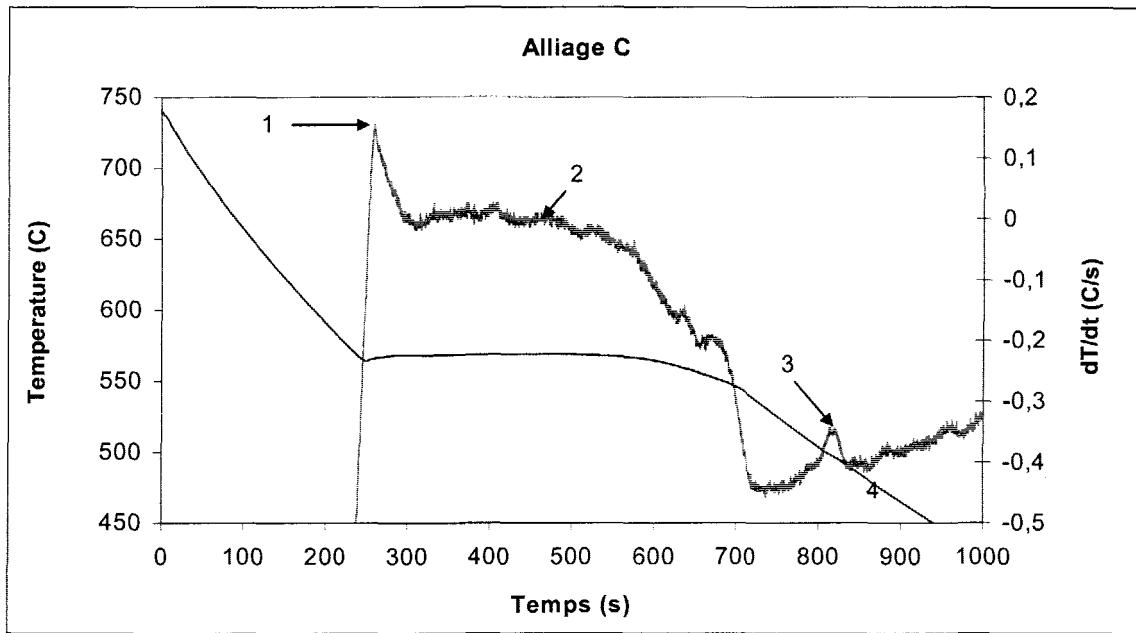


Figure 3.7 Courbe de solidification de l'alliage C.

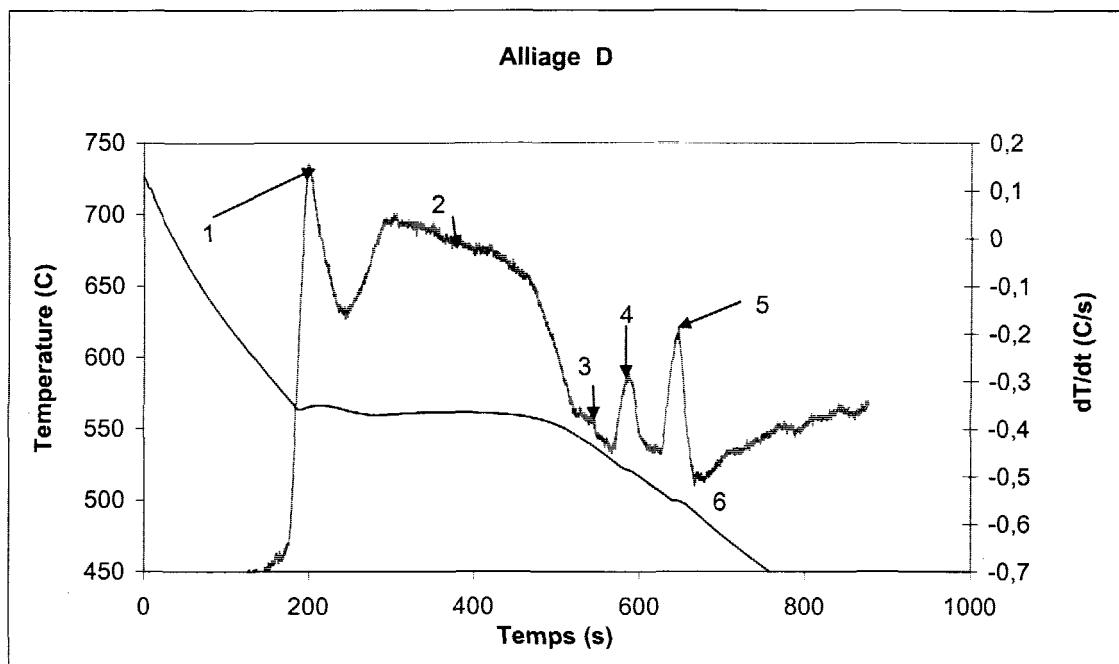


Figure 3.8 Courbe de solidification de l'alliage D.

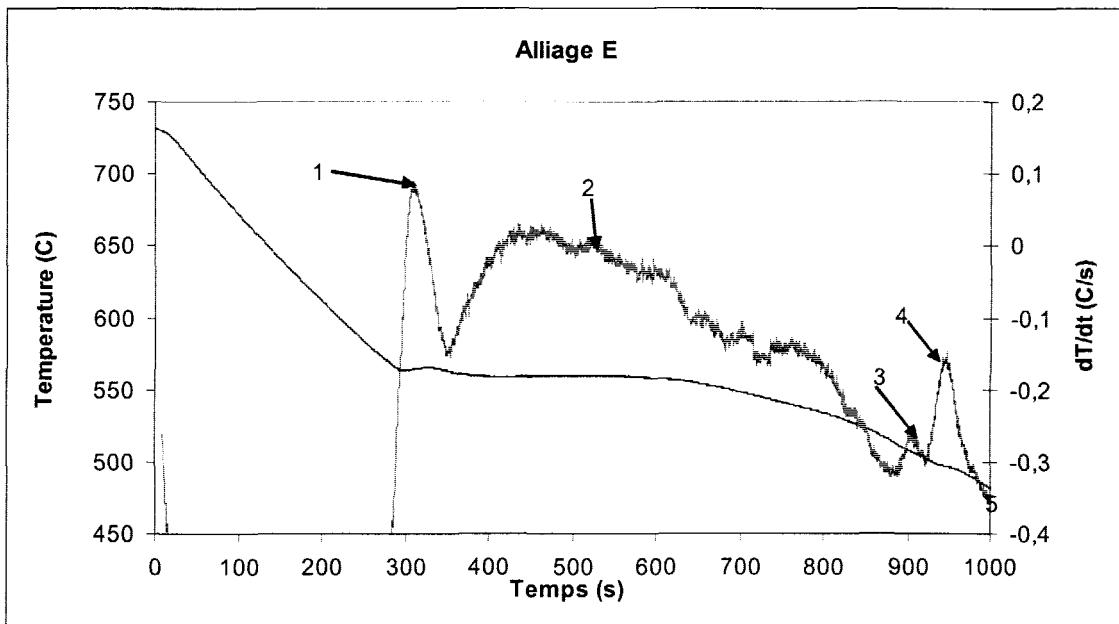


Figure 3.9 Courbe de solidification de l'alliage E.

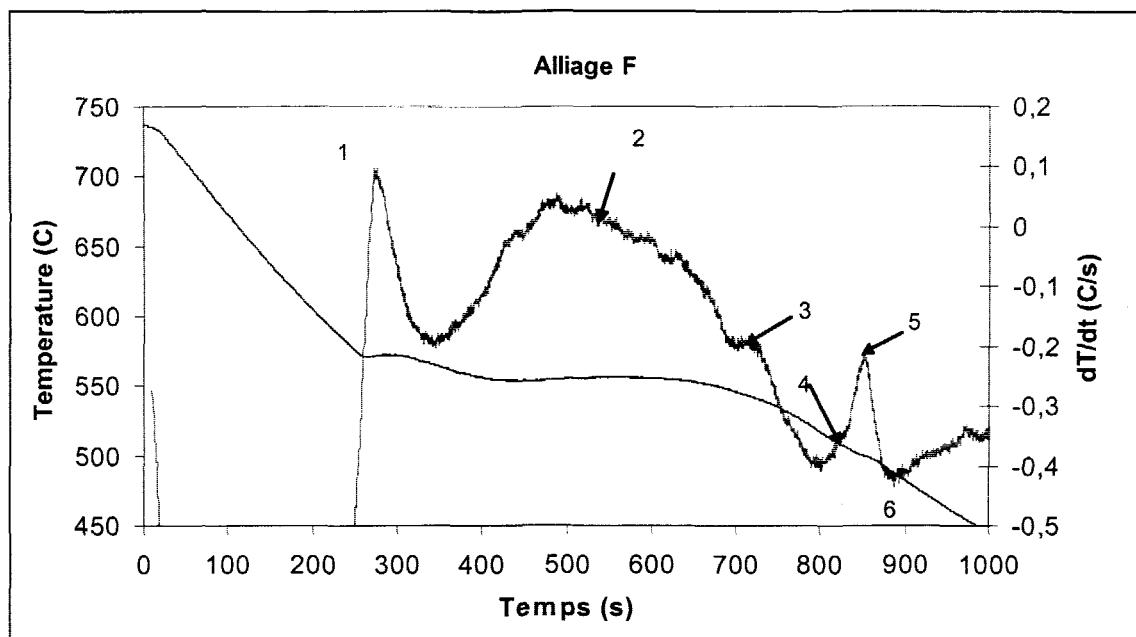


Figure 3.10 Courbe de solidification de l'alliage F.

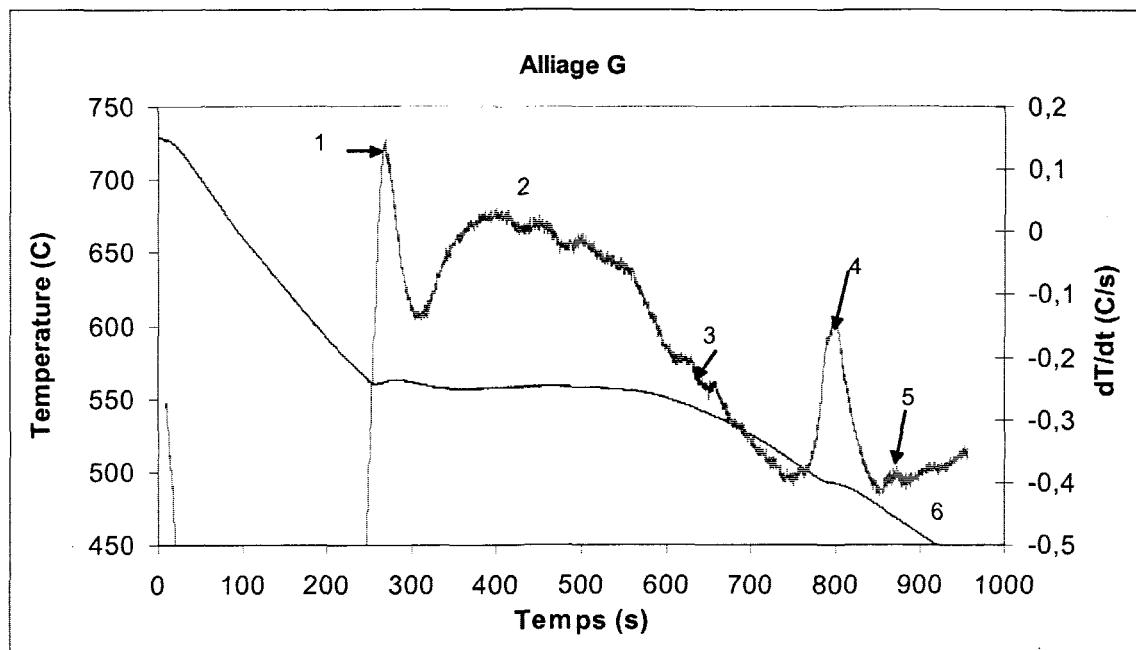


Figure 3.11 Courbe de solidification de l'alliage G.

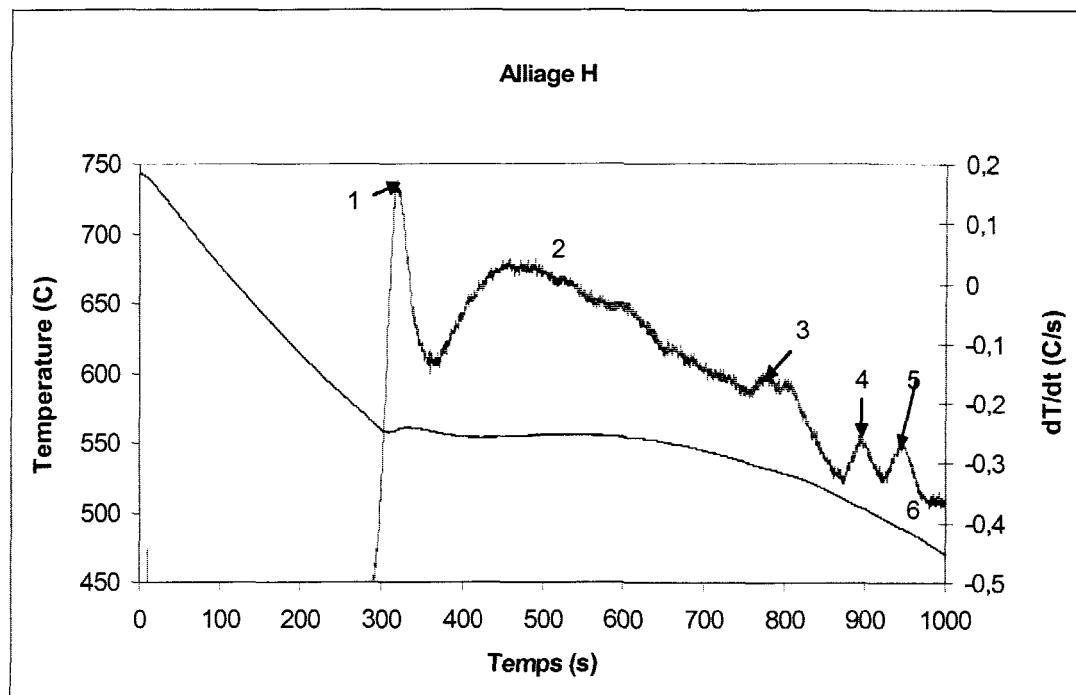


Figure 3.12 Courbe de solidification de l'alliage H.

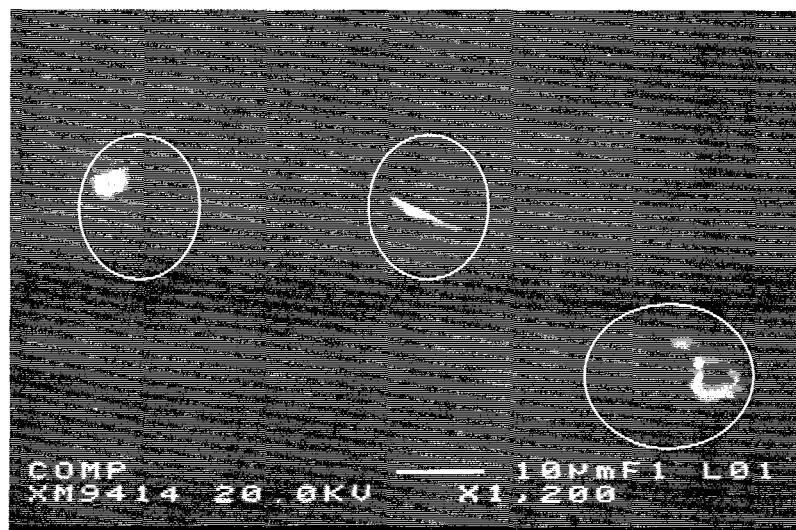


Figure 3.13 Micrographie par microsonde électronique de l'alliage H modifié par un excès de strontium (les phases  $Al_2-Si_2-Sr$  sont encerclées).

Le pic no 4, que l'on retrouve sur la courbe de première dérivée associée à la courbe de refroidissement de l'analyse thermique pour les alliages D (figure 3.8) et H (figure 3.12), correspond à la réaction de transformation partielle ou sur-modification reliée à la phase intermétallique  $\text{Al}_2\text{-Si}_2\text{-Sr}$ . La figure 3.13 illustre la microstructure de la phase intermétallique  $\text{Al}_2\text{-Si}_2\text{-Sr}$  qui apparaît en raison d'un excès de modificateur (Sr) dans l'alliage H. La figure 3.14 montre les concentrations des principaux composés de l'alliage H (Al, Si, Cu, Fe, Mn et Sr) que l'on retrouve dans  $\text{Al}_2\text{-Si}_2\text{-Sr}$ . Ces concentrations sont obtenues au moyen de la microanalyse par sonde électronique (EPMA) et de l'analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde (WDS), utilisant un micro-analyseur combiné Jeol JXA-8900L WD/ED opérant à 20 kV et 30 nA.

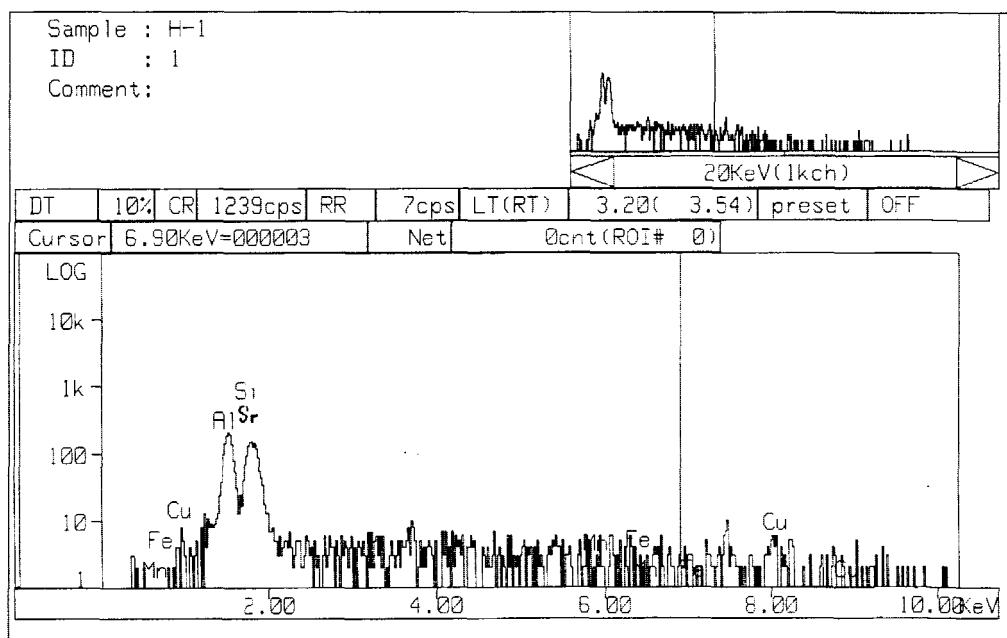


Figure 3.14 Concentrations des principaux composés de l'alliage H par sonde électronique (EPMA).

La température eutectique  $T_{\text{eut}}$  et la dépression eutectique  $\Delta T = (T_{\text{eut-413}} - T_{\text{eut-alliage}})$  furent calculés pour chaque alliage et sont listés dans le tableau 3.5 ( $T_{\text{eut-413}}$  et  $T_{\text{eut-alliage}}$  représentent respectivement les températures eutectiques obtenues pour l'alliage de base 413 et l'alliage en question). On peut constater que la dépression eutectique varie selon l'alliage et qu'elle a tendance à augmenter avec la quantité d'éléments alliés ajoutés, en présence du strontium comme modificateur. En effet, la dépression eutectique varie de 0°C pour l'alliage 413 de base jusqu'à 18,6°C pour l'alliage contenant le plus d'éléments alliés, soit l'alliage H.

Tableau 3.5 Température eutectique et dépression eutectique correspondant aux différents alliages.

Code d'alliage	Température eutectique, $T_{\text{eut}}$ (°C)	Dépression eutectique, $\Delta T$ (°C)
413 de base	573,6	0,0
A	566,7	6,9
B	564,7	8,9
C	568,8	4,8
D	561,6	12,0
E	559,6	14,0
F	555,7	17,9
G	557,8	15,8
H	555,0	18,6

### 3.3.3 Phases intermétalliques riches en fer

Les alliages d'aluminium Al-11,7%Si eutectiques sont surtout utilisés en tant qu'alliages moulés sous pression. Afin de minimiser l'usure des outils et de prévenir le soudage, le contenu en fer de ces alliages est habituellement maintenu à environ 0,8%. Ce niveau de Fe est relativement élevé, ce qui provoque une augmentation de la quantité des intermétalliques de fer apparaissant dans la matrice de l'alliage. La figure 3.2(a) montre la microstructure de l'alliage de base non-modifié 413.0. Celle-ci consiste en des particules de Si de forme aciculaire, des particules de script chinois  $\alpha$ -Al<sub>15</sub>(MnFe)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> et des particules d'intermétalliques de fer en forme de plaquettes  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi entremêlées avec des particules de Si. Le fait que les particules d'intermétalliques de fer soient de petites dimensions et qu'elles soient entremêlées avec la phase Si, indique qu'elles ont précipité en réactions co-eutectiques ou post-eutectiques.

Lorsque 171 ppm de strontium sont ajoutés à l'alliage de base 413 (c'est-à-dire l'alliage A), les particules de silicium (Si) sont complètement modifiées (voir Figure 3.2(b)). La phase Al<sub>15</sub>(MnFe)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> précipite sous forme de phase pré-dendritique et, en raison de la dépression de la température eutectique de ~6,9 °C (équivalente à une augmentation dans le temps de solidification de ~23% montrée au Tableau 3.5), sa taille est assez importante. Les plaquettes de  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, cependant, sont encore observées comme étant entremêlées avec les particules fines de silicium (Si).

L'augmentation du contenu en Mg de l'alliage de base 413 à 0,389% pour un contenu en Sr de 0,0193% (voir l'alliage B dans le Tableau 3.1), augmente la longueur des plaquettes de  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi comparativement à celles observées dans l'alliage de base 413, tandis que la dimension de la phase de script  $\alpha$ -Fe demeure la même (cf. figures 3.3-a et 3.2-a). De plus, le pic de la réaction de précipitation du Mg<sub>2</sub>Si apparaît, indiquant qu'une quantité raisonnable de cette phase s'est formée, comme cela est mis en évidence par une comparaison des courbes de première dérivée montrées aux figures 3.4 et 3.6 et par les microstructures de la Figure 3.3-b. À noter : la présence de fines particules de Mg<sub>2</sub>Si dans la partie supérieure gauche de la figure 3.3-b.

### 3.3.4 Phases intermétalliques contenant du cuivre

La solubilité solide maximale du cuivre dans l'aluminium, à la température ambiante, est < 0,01% en poids. Cette valeur augmente à 5,7% lorsque la température augmente à 548 °C. Durant la solidification des alliages Al-Si contenant du cuivre et modifiés au Sr, le Cu se sépare en liquide devant l'interface des dendrites en progression, et sa concentration locale augmente continuellement. Par la suite, les particules de Si précipitent sous forme fibreuse lorsque la température de solidification atteint la valeur de l'eutectique. Selon le taux de refroidissement et la concentration locale d'atomes de Cu séparés, Al<sub>2</sub>Cu peut précipiter sous forme de bloc, directement à partir du liquide (à des concentrations de Cu de ~53,5% en poids), ou sous forme eutectique (Al+Al<sub>2</sub>Cu) à des concentrations de Cu plus basses (~33% en poids de Cu), ou comme c'est souvent le cas, en tant que mélange des deux.

La figure 3.15 illustre les microstructures (a) de l'alliage 413 de base, et (b) de l'alliage C, montrant les deux morphologies différentes de la phase de cuivre. Également à noter dans la figure 3.15-b, la ségrégation de la phase de cuivre dans les endroits éloignés des régions de l'eutectique Al-Si. Dans les cas où l'alliage contient du Ni, comme dans l'alliage H, le Ni se combine avec le Cu pour former des phases Al-Ni-Cu dans divers ratios de Al, Ni, et Cu, soient les phases  $Al_{11}(MnFeNiCu)_4Si$ ,  $Al_{12}(CrMnFeNiCu)_3Si_2$ , et  $Al_3NiCu$  qui précipitent sous forme de script chinois. La figure 3.7 illustre la courbe de refroidissement et la courbe de première dérivée pour l'analyse thermique de l'alliage C, dont les réactions correspondantes numérotées de 1 à 3 (voir tableau 3.4) ont lieu durant la solidification de l'alliage.

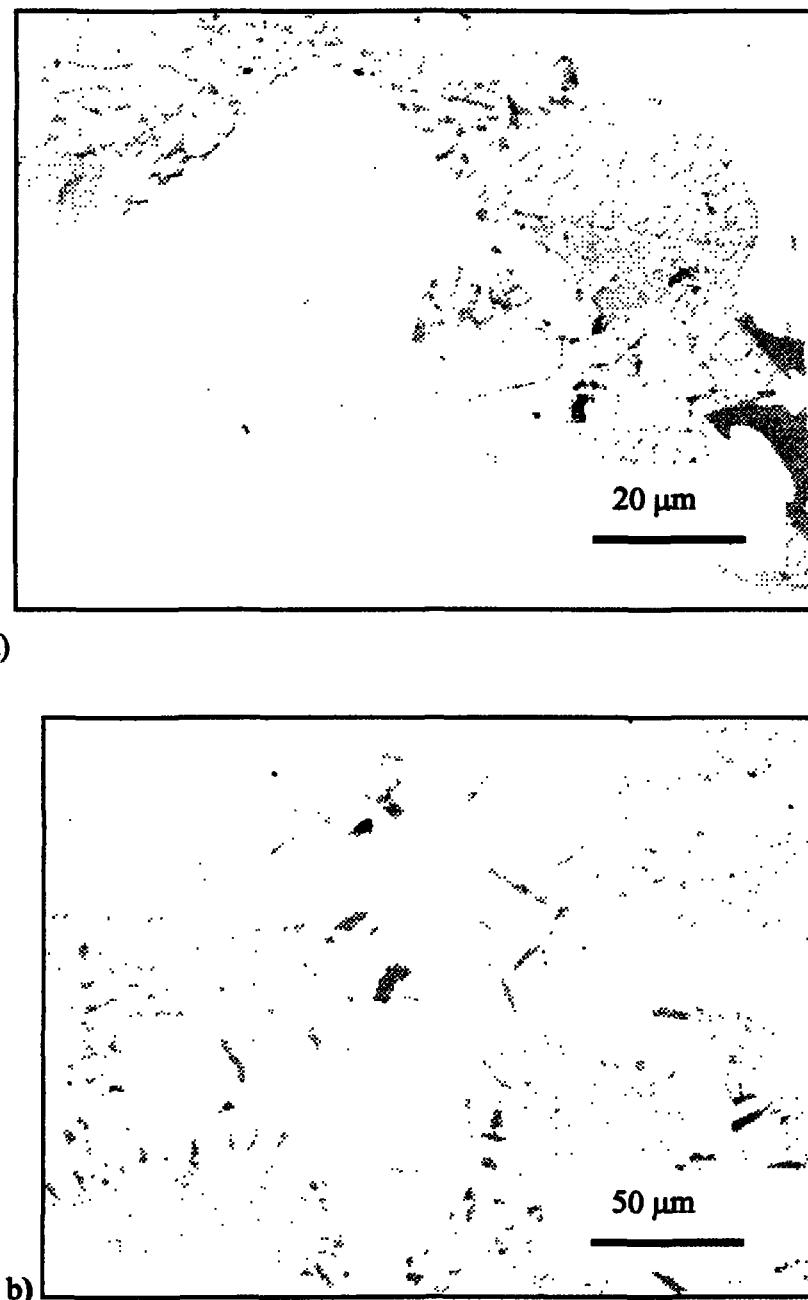


Figure 3.15 Micrographies optiques montrant la précipitation de a) la phase  $\text{Al}-\text{Al}_2\text{Cu}$  eutectique dans l'alliage de base 413, et b) la phase de type bloc  $\text{Al}_2\text{Cu}$  dans l'alliage C modifié au Sr. À noter que la phase de cuivre apparaît ségrégée dans les régions en retrait des régions eutectiques  $\text{Al}-\text{Si}$ .

### 3.3.5 Phases intermétalliques contenant du magnésium

L'addition de Mg, jusqu'à ~0,4%, à l'alliage Al-11,7% Si eutectique (i.e. alliage B) a mené à la formation de  $Mg_2Si$  et à la transformation partielle de la phase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi en  $\pi$ -Al<sub>8</sub>Mg<sub>3</sub>FeSi<sub>6</sub>. Un exemple de ces deux phases est montré dans la figure 3.17-a. La phase Mg<sub>2</sub>Si apparaît sous la forme de particules de script chinois noir. D'autre part, la phase  $\pi$ -Al<sub>8</sub>Mg<sub>3</sub>FeSi<sub>6</sub> est connectée aux plaquettes de  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, aussi sous forme de script chinois. La couleur identique des deux phases indique clairement la transformation de l'une ( $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi) en l'autre ( $\pi$ -Al<sub>8</sub>Mg<sub>3</sub>FeSi<sub>6</sub>).

En présence de Ni (alliage H), la phase Mg précipite sous la forme de particules de script chinois grises séparément de la phase Al<sub>2</sub>Cu, tel que montré dans la figure 3.16 (voir la phase marquée 6), avec une composition chimique correspondant à Al<sub>5</sub>Mg<sub>8</sub>Cu<sub>2</sub>Si<sub>6</sub>. L'analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde (WDS) de la phase de l'alliage H est fournie dans le Tableau 3.6. Lorsque du Cu est ajouté à l'alliage contenant du Mg, en plus du Sr, soit l'alliage D, la phase Al<sub>5</sub>Mg<sub>8</sub>Cu<sub>2</sub>Si<sub>6</sub> précipite sous la forme de particules de script chinois grises (voir figure 3.17- b) entremêlées dans les régions de la phase Al<sub>2</sub>Cu.

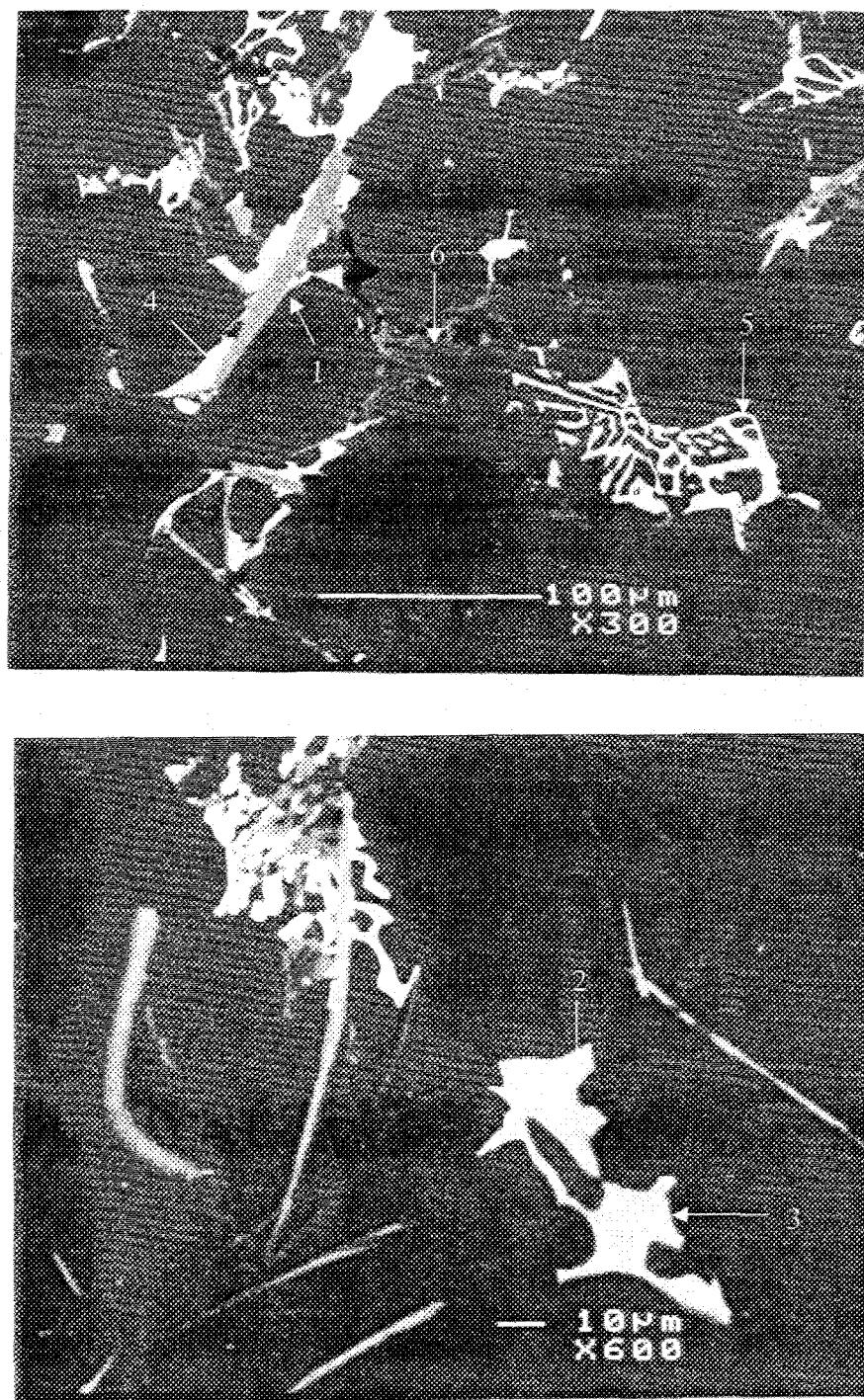
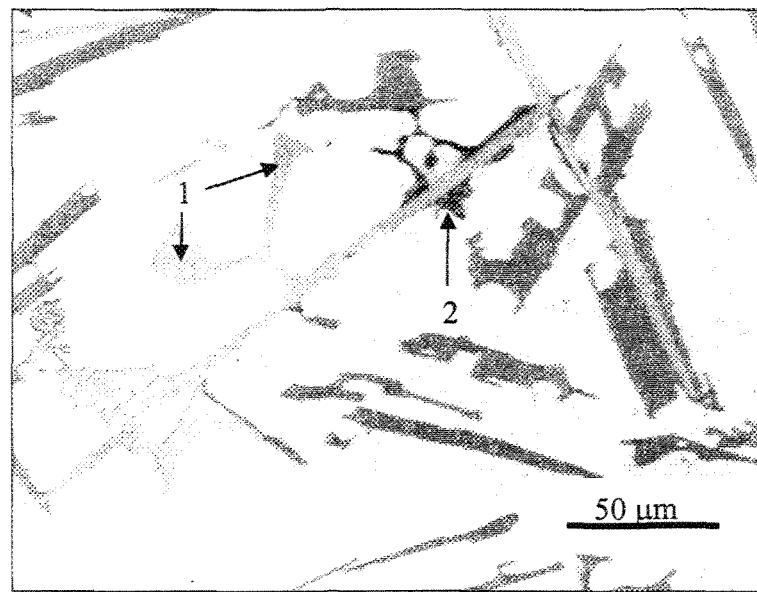
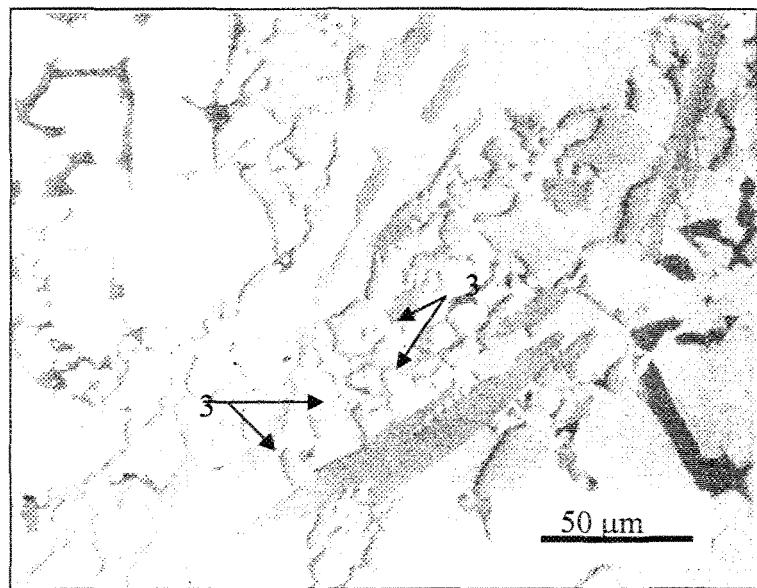


Figure 3.16 Images par électron rétro-diffusé de l'alliage H. Les phases marquées 1 à 6 furent analysées et sont listées dans le Tableau 3.6.  
1-  $\text{Al}_5(\text{MnFe})\text{Si}$ ; 2 & 3-  $\text{Al}_{12}(\text{CrMnFeNiCu})_3\text{Si}_2$ ; 4-  
 $\text{Al}_{11}(\text{MnFeNiCu})_4\text{Si}$ ; 5-  $\text{Al}_3\text{NiCu}$ ; 6-  $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ .



a)



b)

Figure 3.17 Micrographies optiques des intermétalliques contenant du Mg dans a) l'alliage B, et b) l'alliage D.1-Transformation des plaquettes  $\beta$ - $\text{Al}_5\text{FeSi}$  en  $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ ; 2- Précipitation du script noir  $\text{Mg}_2\text{Si}$  sur la partie non transformée des plaquettes  $\beta$ - $\text{Al}_5\text{FeSi}$ ; 3- Phase  $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$  entremêlée dans les régions eutectiques  $\text{Al}$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$ .

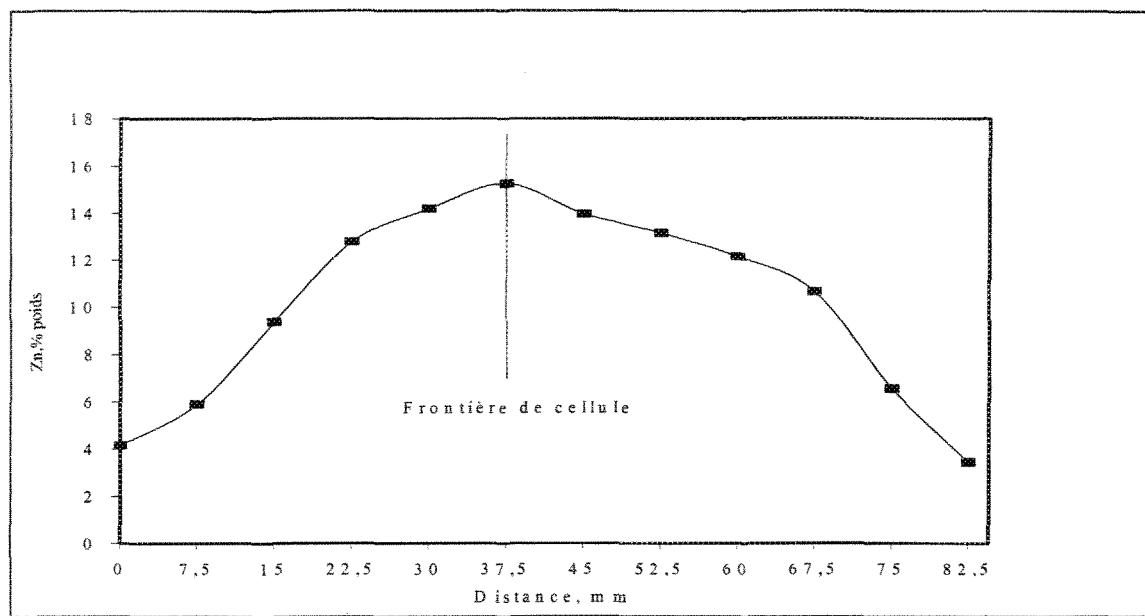
Tableau 3.6 Compositions des phases intermétalliques dans l'alliage H.

Phase no	Éléments	% poids	% atomique	Formule calculée	Forme & couleur	Formule suggérée (stœchiométrie)
1	Al	51,51	60,8	$\text{Al}_8(\text{MnFeNi})_2\text{Si}_3$	Aiguille Grise	$\text{Al}_5(\text{MnFe})\text{Si}$ $\beta\text{-Fe}$ + Si
	Si	20,15	22,85			
	Fe	22,45	12,8			
	Ni	1,22	0,66			
	Mn	4,22	2,444			
	Total	99,55	99,554			
2	Al	57,54	69,499	$\text{Al}_{12}(\text{CrMnFeNiCu})_3\text{Si}_2$	Plaque Grise	$\text{Al}_{12}(\text{CrMnFeNiCu})_3\text{Si}_2$ Zone pâteuse
	Si	9,83	11,404			
	Cu	3,85	1,972			
	Cr	2,54	1,593			
	Fe	13,57	7,917			
	Ni	3,49	1,935			
	Mn	9,45	5,608			
	Total	100,27	99,928			
3	Al	55,93	69,276	$\text{Al}_{12}(\text{CrMnFeNiCu})_3\text{Si}_2$	Plaque Grise	$\text{Al}_{12}(\text{CrMnFeNiCu})_3\text{Si}_2$ Zone pâteuse
	Si	9,65	11,482			
	Cu	3,24	1,704			
	Cr	2,46	1,584			
	Fe	13,98	8,364			
	Ni	3,06	1,741			
	Mn	9,44	5,739			
	Total	97,76	99,89			
4	Al	54,94	69,445	$\text{Al}_{11}(\text{MnFeNiCu})_4\text{Si}$	Type Bloc Blanc	$\text{Al}_{11}(\text{MnFeNiCu})_4\text{Si}$
	Si	5,24	6,364			
	Cu	12,86	6,903			
	Fe	7,44	4,546			
	Ni	18,28	10,621			
	Mn	2,31	1,435			
	Total	101,07	99,314			
5	Al	50,56	66,388	$\text{Al}_4\text{NiCu}$	Script Chinois Blanc	$\text{Al}_3\text{NiCu}$ + Al
	Cu	29,12	16,237			
	Ni	25,56	15,423			
	Total	105,24	98,048			
6	Al	59,67	57,638	$\text{Al}_{24}\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$	Script Chinois Gris	$\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ + excès de Al
	Si	15,12	14,028			
	Cu	12,31	5,049			
	Mg	19,14	20,519			
	Total	106,24	97,234			

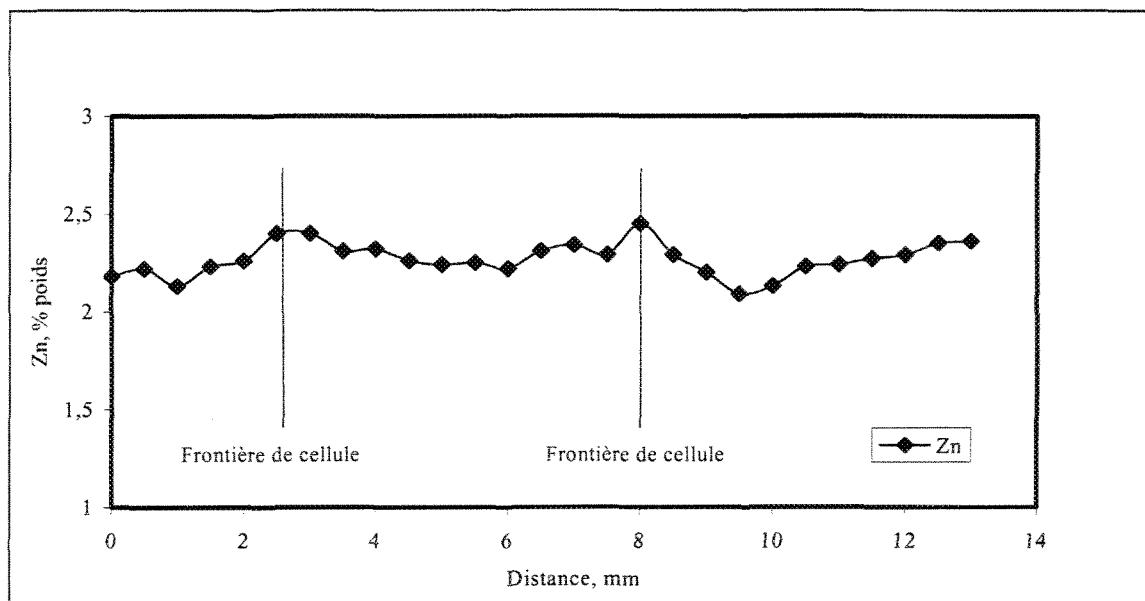
### 3.3.6 Phases intermétalliques contenant du zinc

L'addition de 2,427% de Zn à l'alliage Al-11,7% Si eutectique contenant 2,786% Cu et 0,399% Mg, produit l'alliage G. Il s'avère que l'addition de Zn ne forme pas de phases intermétalliques avec Al, Si, Mg, ou Cu dans la condition après coulée. À partir du diagramme binaire Al-Zn, environ 4% de Zn se dissout dans Al à 100 °C. La courbe de solubilité du Zn dans Al, entre la température ambiante et 100 °C, n'a pas été déterminée. Dans la présente étude, le Zn se sépare aux frontières des cellules de dendrites  $\alpha$ -Al. La concentration en Zn dépend du taux de refroidissement durant la solidification.

Quand l'alliage G a été coulé dans le moule préchauffé en graphite (taux de refroidissement de  $\sim$ 0,8 °C/s, i.e. sous des conditions de refroidissement de quasi-équilibre, la concentration du Zn a atteint un maximum de  $\sim$ 15,26% à la frontière de la cellule de dendrite  $\alpha$ -Al, tel qu'illustré à la figure 3.18 (a). La distribution de Zn est analysée à travers la ligne blanche traversant la frontière de la cellule de l'alliage G, telle que montrée dans l'image par énergie dispersive de la figure 3.19(a). Il doit être mentionné, ici, que l'analyse à travers la ligne a été exécutée en étapes consécutives de  $\sim$  2  $\mu$ m (correspondant à la zone analysée, la dimension du faisceau d'électrons était minimale, près de "zéro"). Cette procédure est suivie afin : i) d'éviter le chevauchement des zones analysées, et ii) d'obtenir un balayage continu le long de la ligne. De toute évidence, cette microanalyse par sonde électronique (EPMA) est plus précise qu'une analyse chimique.



a)



b)

Figure 3.18 Courbes montrant la distribution des % en poids de Zn au travers des cellules des dendrites  $\alpha$ -Al dans les échantillons d'alliage G par a) le moule de graphite, et b) le moule métallique.

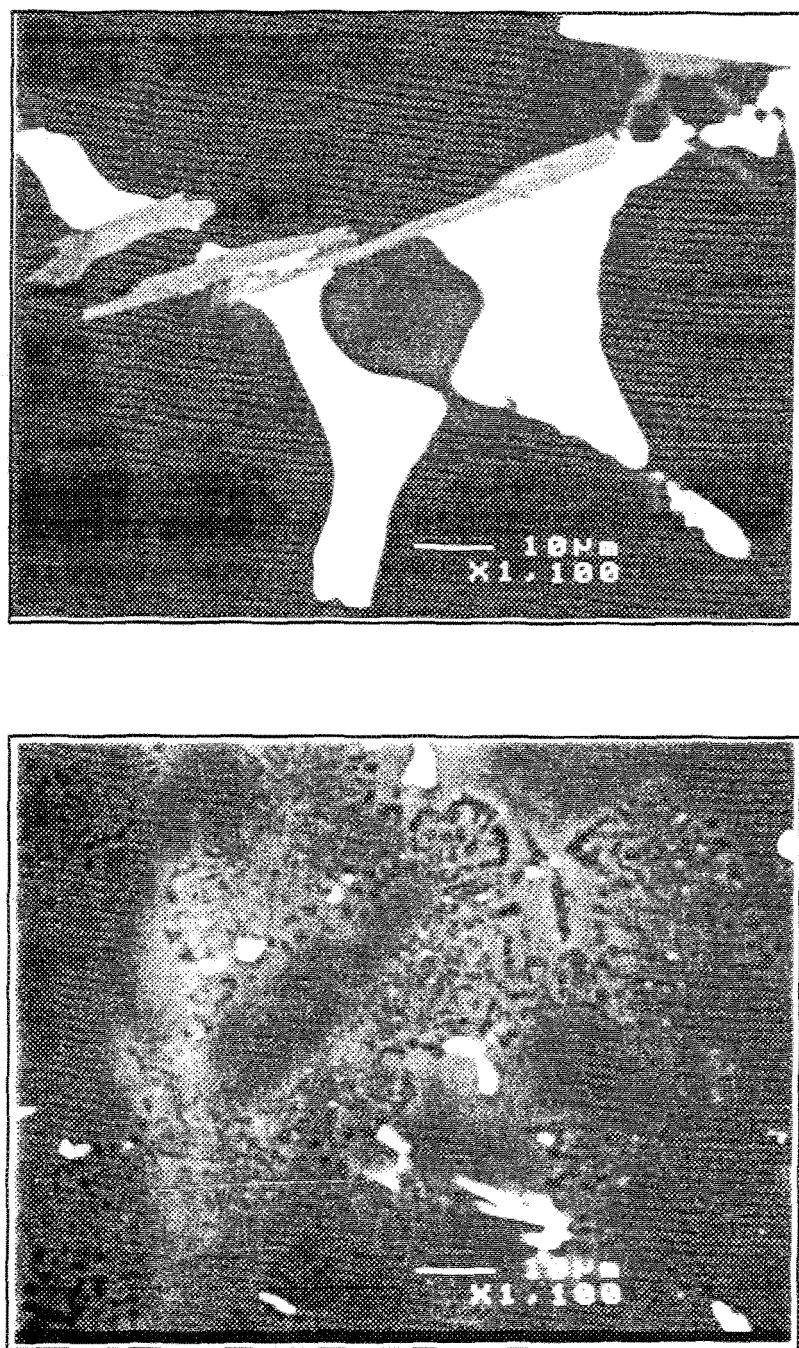


Figure 3.19 Images par électron rétro-diffusé de l'alliage G coulé dans le moule a) en graphite, et b) métallique. Les lignes blanches dans a) et b) correspondent aux chemins au travers desquels la distribution de Zn est analysée.

Dans le cas où l'alliage est coulé dans le moule métallique (taux de refroidissement de  $\sim 8,5$   $^{\circ}\text{C/s}$ ), la concentration de Zn atteint seulement  $\sim 2,45\%$  aux frontières des cellules, comparativement à  $\sim 2,2\%$  à l'intérieur de la cellule, tel que montré à la figure 3.18 (b). Cette différence beaucoup plus petite en concentrations de Zn (comparativement à celles obtenues avec le moule de graphite) est attribuable au temps de solidification obtenu, qui est de beaucoup inférieur avec le moule métallique qu'il ne l'est avec le moule de graphite. En retour, cela raffine l'espace inter-dendritique, i.e. la finesse de la microstructure (espace inter-dendritique de  $\sim 13$   $\mu\text{m}$  pour le moule métallique versus  $\sim 85$   $\mu\text{m}$  pour le moule de graphite). Comme précédemment, la courbe de distribution du Zn montrée en 3.18 (b) correspond au balayage de ligne effectué au travers de la ligne blanche montrée en 3.19(b), qui illustre l'image par électron rétro-diffusé de l'alliage G coulé dans le moule métallique.

La figure 3.20 montre la cartographie au rayon X par énergie dispersive d'un échantillon d'alliage G obtenu de la coulée dans le moule en graphite, et les distributions correspondantes de Al, Cu, et Zn. Comme on peut le voir, le Zn apparaît toujours concentré aux bords des dendrites  $\alpha$ -Al. La figure 3.21 montre la cartographie au rayon X par énergie dispersive et les distributions de Al et Zn dans l'échantillon d'alliage G obtenu à partir de la coulée en moule métallique. On peut constater qu'aucun composé contenant du Zn n'est observé, et que seule la concentration de Zn augmente à un maximum aux frontières des cellules de dendrites  $\alpha$ -Al. La concentration actuelle de Zn dépend, bien sûr, du taux de diffusion du Zn dans Al.

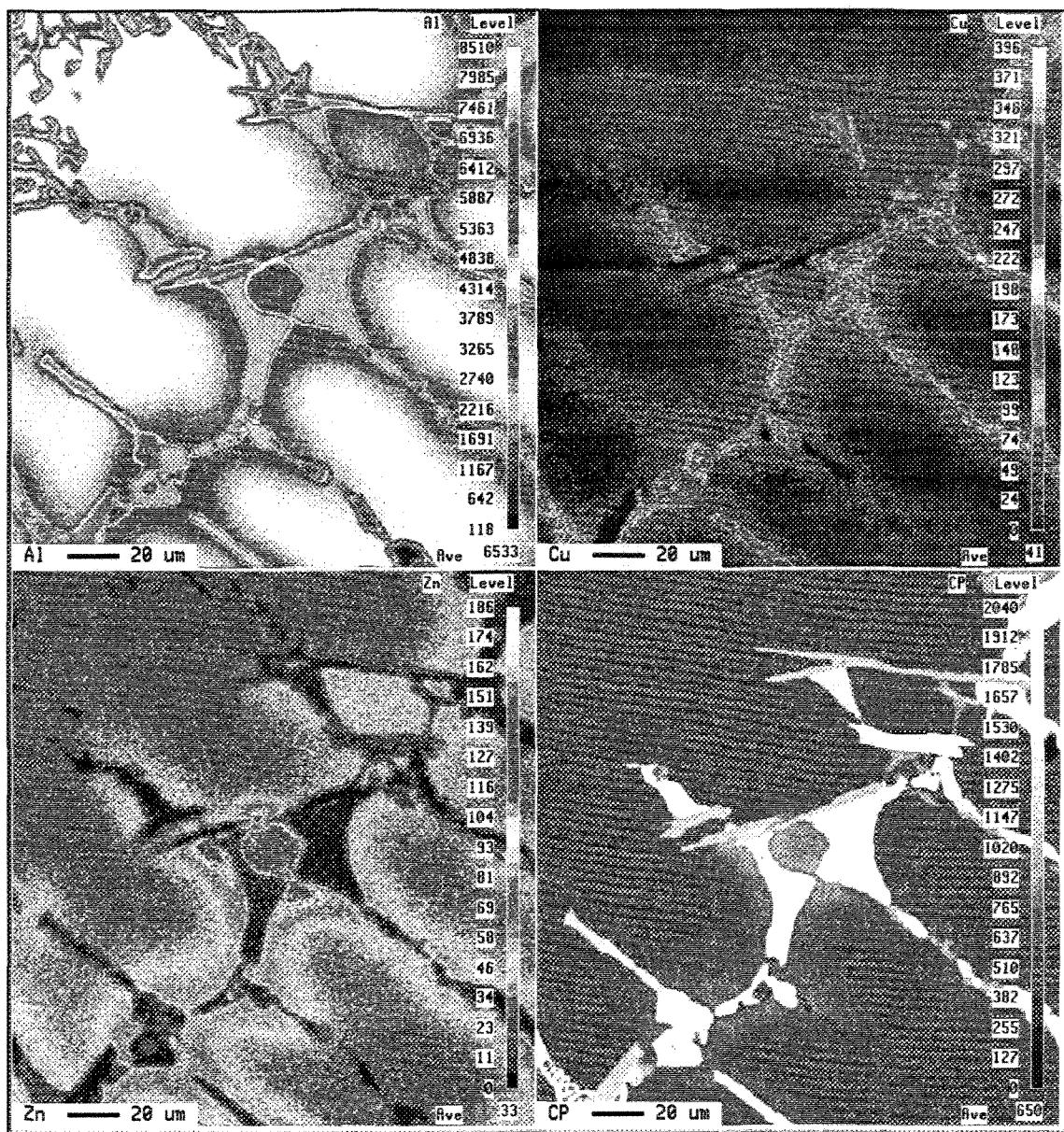


Figure 3.20 Images au rayon X des éléments alliés Al, Cu et Zn obtenues des échantillons d'alliage G coulés dans le moule de graphite.

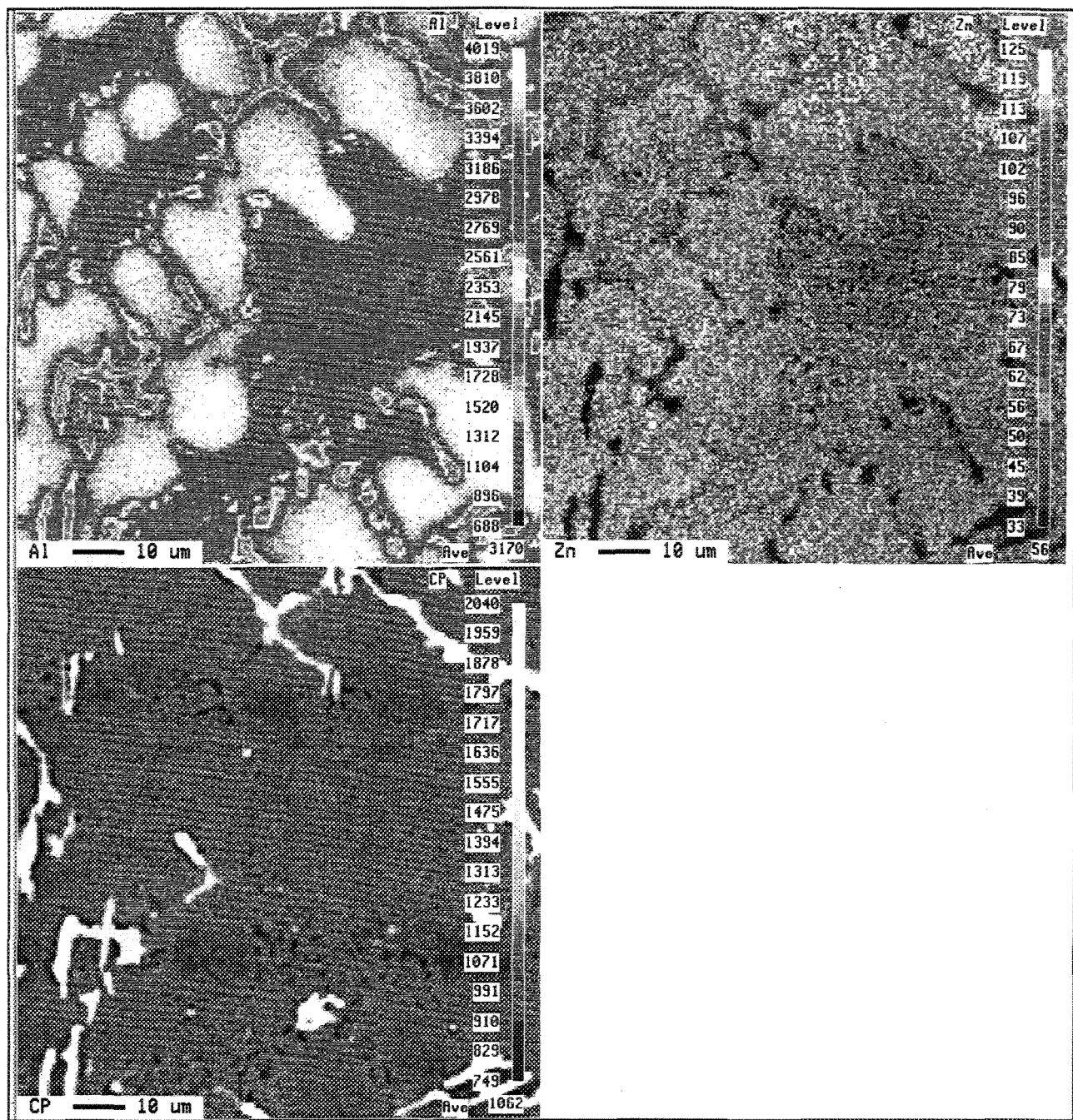


Figure 3.21 Images au rayon X des éléments alliés Al et Zn obtenues des échantillons d'alliage G coulés dans le moule métallique.

### 3.3.7 Phases intermétalliques contenant des métaux terres rares La et Ce

L'addition respectivement, de Ce et La jusqu'à ~0,5%, de Cu jusqu'à ~2,6% et de Mg jusqu'à ~0,4% à l'alliage Al-11,7% Si eutectique de base 413 modifié au Sr (i.e., alliage F), a mené à la formation de  $Mg_2Si$  et à la transformation partielle de la phase  $\beta$ - $Al_5FeSi$  en  $\pi$ - $Al_8Mg_3FeSi_6$ . Un exemple de la phase  $\alpha$ -Al est montré à la figure 3.22. La phase  $Mg_2Si$  apparaît sous la forme de particules de script chinois noires. D'autre part, la phase  $\pi$ - $Al_8Mg_3FeSi_6$  (flèche 1) est connectée aux plaquettes de  $\beta$ - $Al_5FeSi$ , aussi sous forme de script chinois. Les phases intermétalliques Sr-Ce-La (phases 2 et 3 sur la figure 3.22) sont grossies aux figures 3.23 et 3.27 respectivement. Le pic no 3, que l'on retrouve sur la courbe de première dérivée associée à la courbe de refroidissement de l'analyse thermique de l'alliage F (figure 3.10), correspond à la réaction de transformation partielle de la phase  $\beta$ - $Al_5FeSi$  en  $\pi$ - $Al_8Mg_3FeSi_6$ .

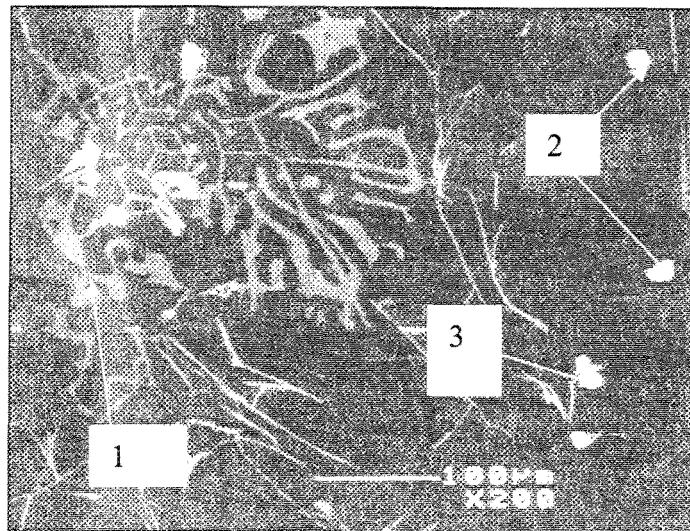


Figure 3.22 Image par électron rétro-diffusé de la phase  $\alpha$ -Al de l'alliage F contenant les métaux terres rares Ce et La et Sr. 1- phase  $\pi$ - $Al_8Mg_3FeSi_6$ ; 2 et 3- Phases intermétalliques Sr-Ce-La.

La figure 3.23 illustre la microstructure obtenue par microsonde électronique, de deux phases intermétalliques constituées d'un noyau (1) et d'un rebord (2) qui apparaissent en raison des modificateurs Ce, La et Sr. La figure 3.24 montre les principaux composés de l'alliage F dans la section du noyau (1), et la figure 3.25 montre ceux dans la section du rebord (2). Ces concentrations sont obtenues au moyen de l'analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde (WDS). Les figures 3.26 et 3.27 montrent la cartographie au rayon X par énergie dispersive d'un échantillon d'alliage F obtenu de la coulée dans le moule en graphite, et les distributions correspondantes de Al, La, Ce, Sr, P, Cu, et Si à l'intérieur du noyau et du rebord. L'analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde des différentes phases de l'alliage F est fournie dans le tableau 3.7.

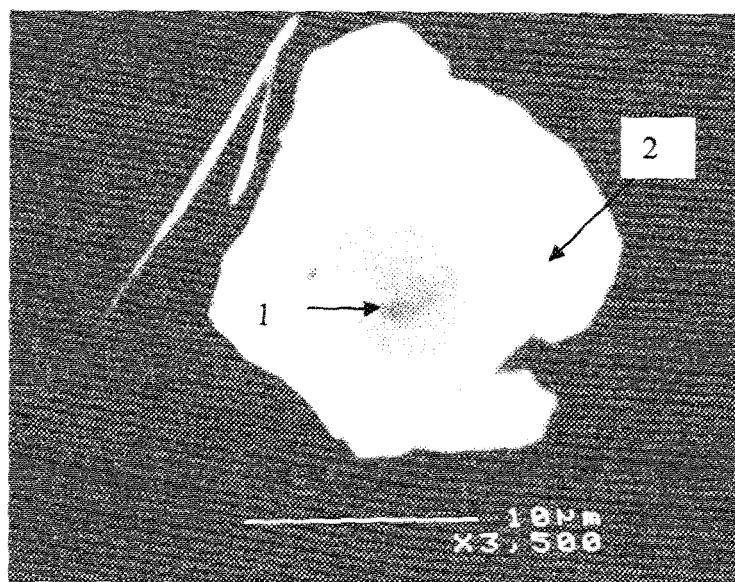


Figure 3.23 Image par électron rétro-diffusé d'une plaque comportant un noyau (1) et un rebord (2) dans l'alliage F contenant Ce et La.

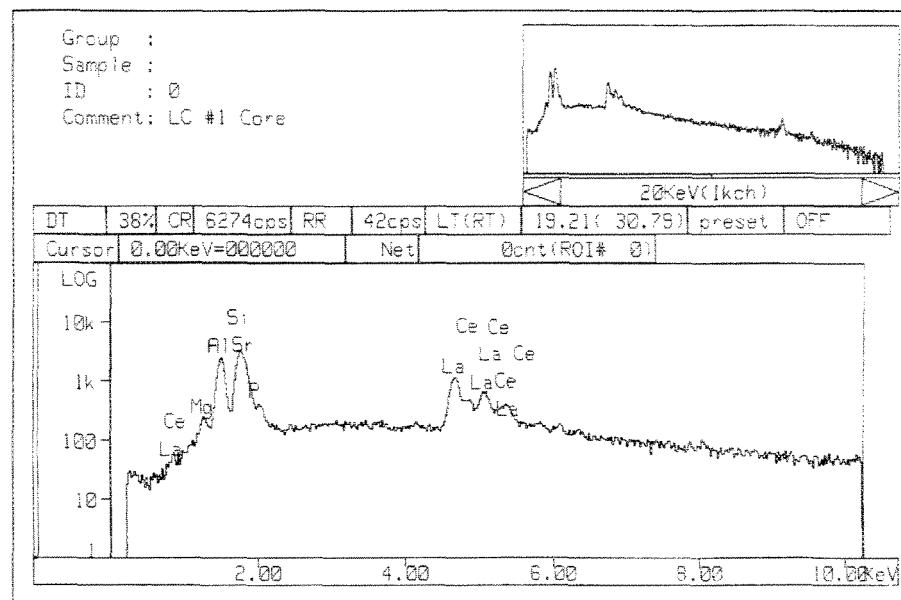


Figure 3.24 Concentrations des principaux composés dans la section du noyau de l'alliage F (fig.3.23) obtenues par rayon X à énergie dispersive.

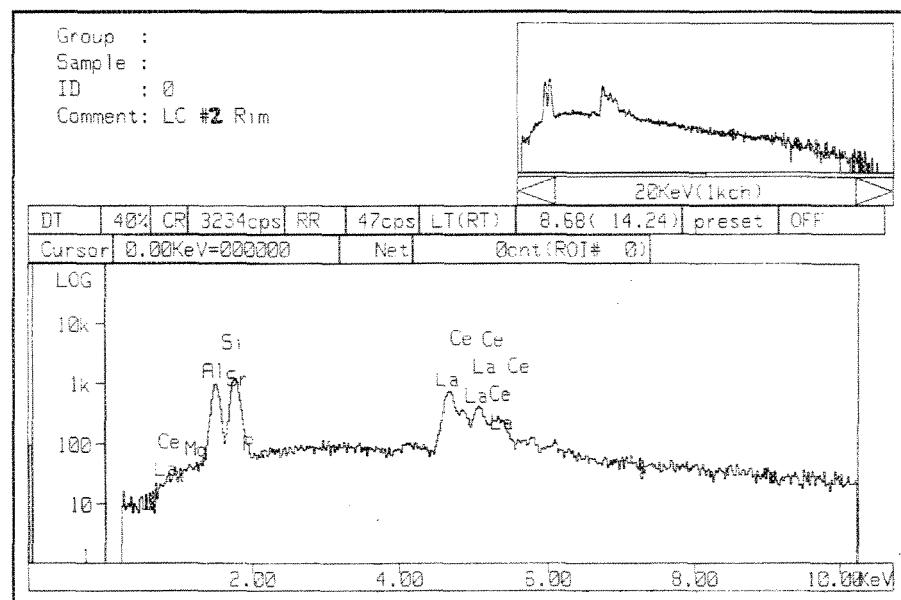


Figure 3.25 Concentrations des principaux composés dans la section du rebord (2) de l'alliage F (fig. 3.23) par rayon X à énergie dispersive.

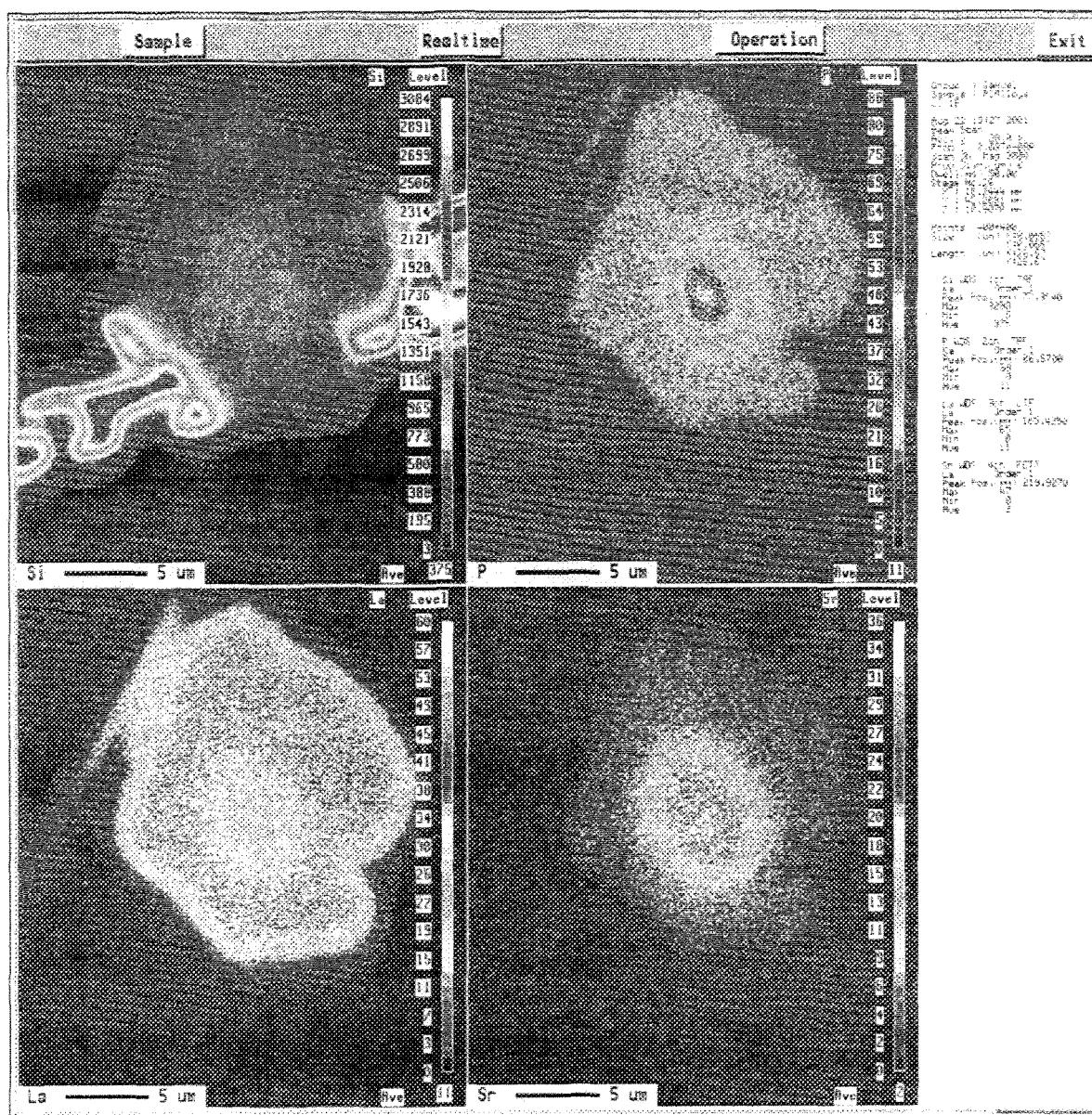


Figure 3.26 Image au rayon X des éléments alliés Si, P, La et Sr obtenues des échantillons d'alliage F coulés dans le moule de graphite.

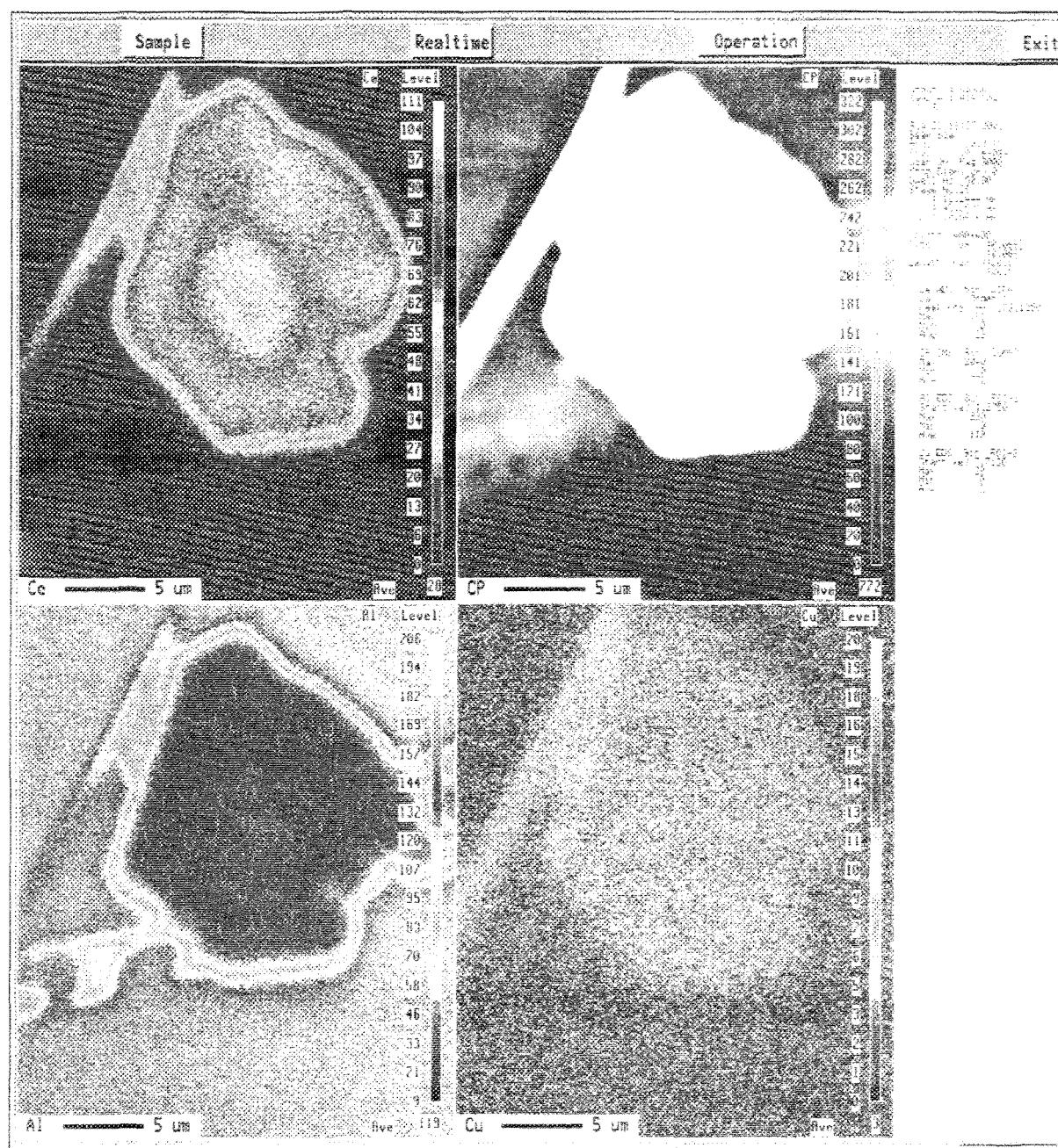


Figure 3.27 Images au rayon X des éléments alliés Al, Cu et Ce obtenues des échantillons d'alliage F coulés dans le moule de graphite.

Tableau 3.7 Compositions des phases intermétalliques observées pour le noyau et le rebord de l'échantillon d'alliage F (figure 3.23) par analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde (WDS).

Phase no	Eléments	% poids	% atomique	Formule calculée	Forme & couleur	Formule suggérée (stœchiométrie)
1 Noyau	Al	22,72	38,3	$Al_{14}CeLa_3MgPSr_3Si_{13}$	Plaque Grise	$Al_{14}CeLa_3MgPSr_3Si_{13}$
	Si	21,90	35,5			
	Sr	16,9	8,8			
	Mg	1,75	3,3			
	P	1,42	2,1			
	Ce	8,44	2,74			
	La	25,7	8,4			
	Total	99,32	100,0			
2 Rebord	Al	23,5	41,8	$Al_{17}La_5Ce_2SrSi_{15}$	Plaque Blanche	$Al_{17}La_5Ce_2SrSi_{15}$
	Si	22,0	37,7			
	Sr	3,9	2,15			
	Ce	14,4	4,94			
	La	35,32	12,23			
	Total	99,8	100,0			

La figure 3.28 illustre la microstructure de deux phases intermétalliques constituées d'une plaque (1) et d'aiguilles (2) qui apparaissent en raison des modificateurs Ce, La et Sr. Les figures 3.29 et 3.30 montrent la cartographie au rayon X par énergie dispersive d'un échantillon d'alliage F obtenu de la coulée dans le moule en graphite, et les distributions correspondantes de Al, La, Ce, Sr, Cu, et Si à l'intérieur de la plaque et des aiguilles. Ces concentrations sont obtenues au moyen de l'analyse de fluorescence par longueur d'onde. L'analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde des différentes phases de l'alliage F est fournie dans le Tableau 3.8.

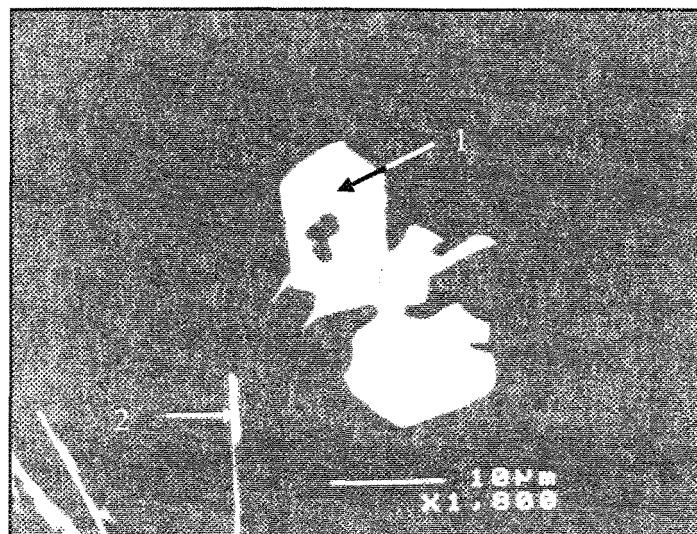


Figure 3.28 Image par électron rétro-diffusé de phases comportant une plaque (1) et des aiguilles (2) dans l'alliage F contenant Ce et La et modifié au Sr.

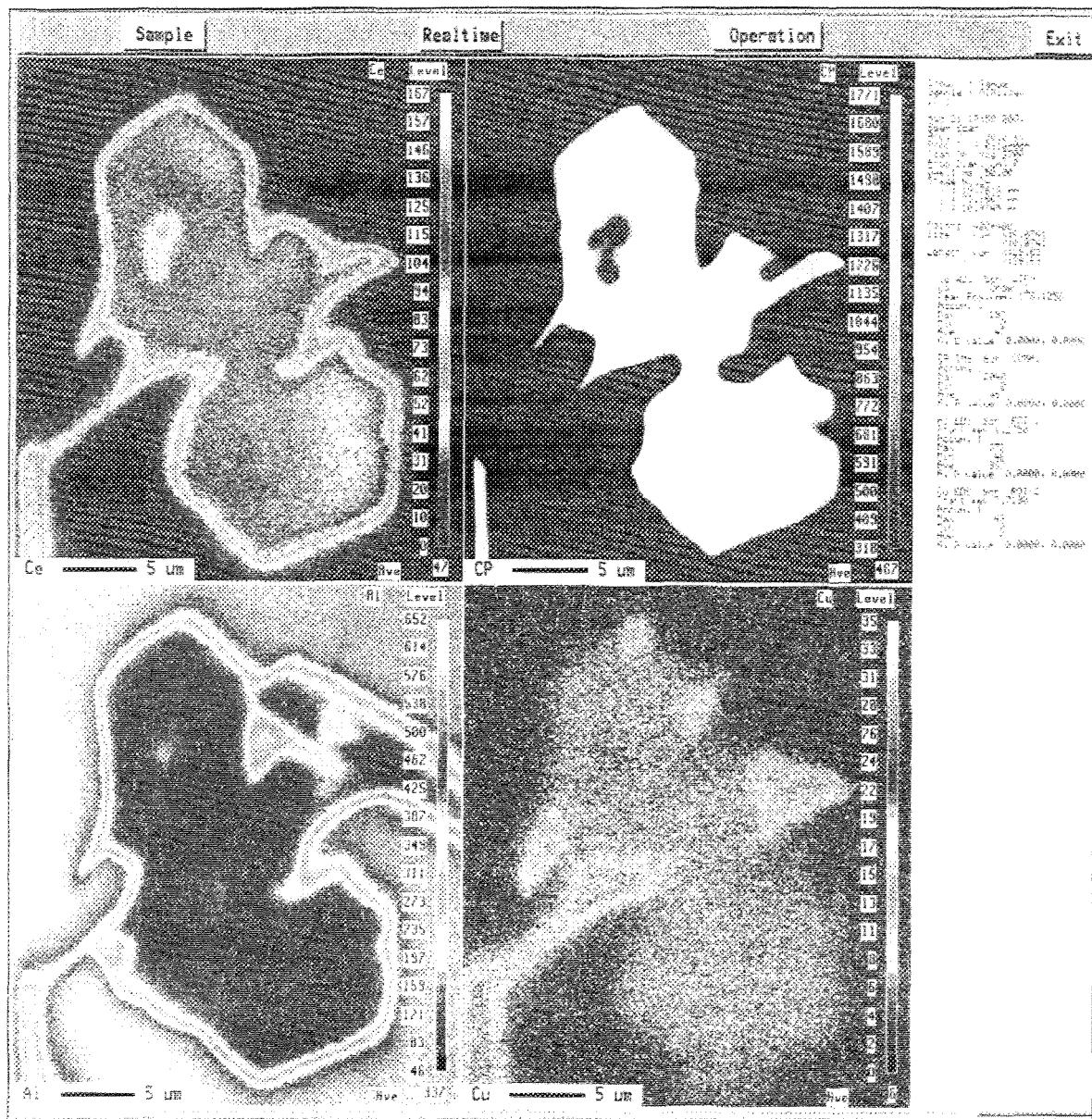


Figure 3.29 Cartographie au rayon X des éléments alliés Al, Ce et Cu obtenue des échantillons d'alliage F coulés dans le moule de graphite.

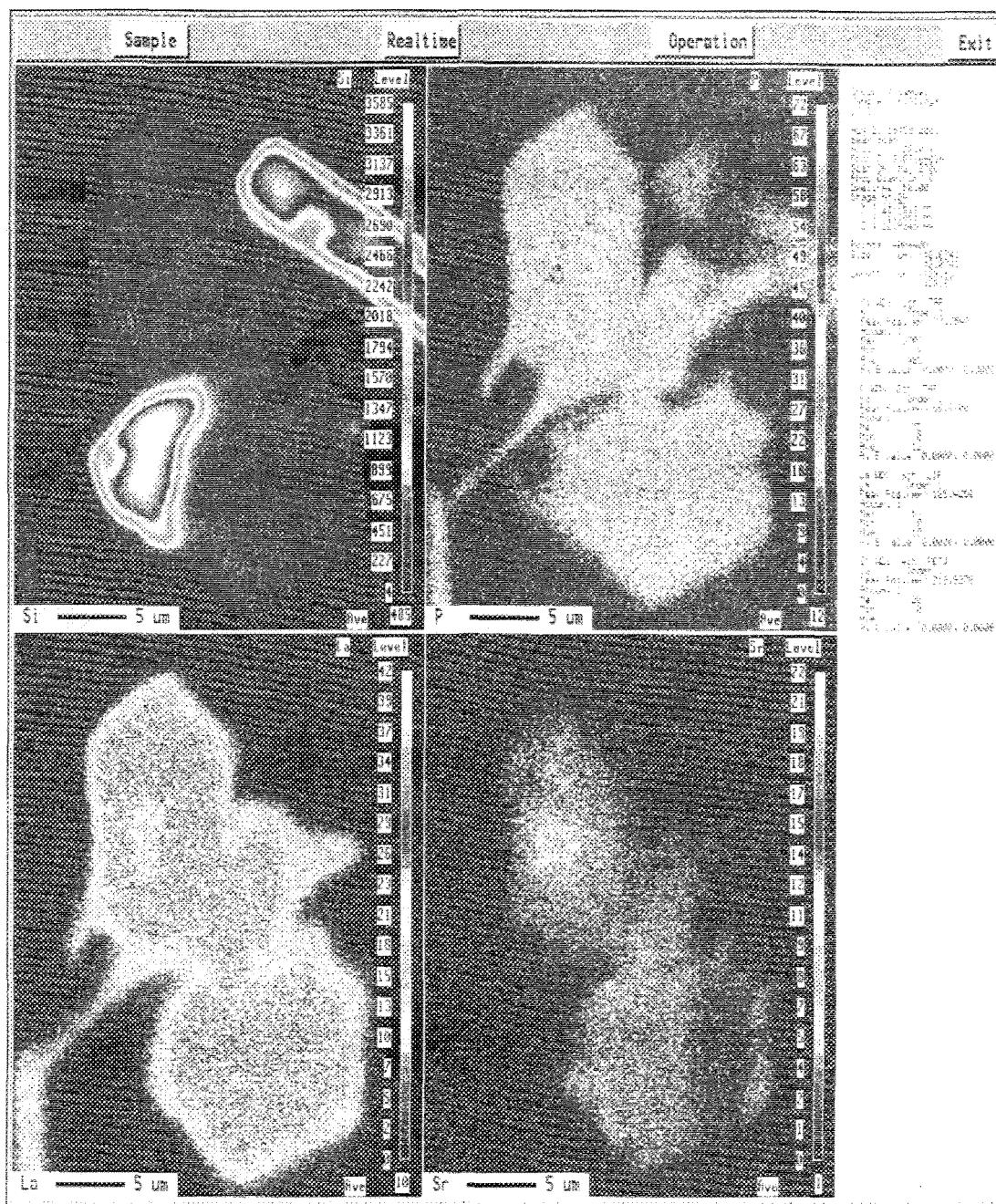


Figure 3.30 Cartographie au rayon X des éléments alliés Si, P, La et Sr obtenue des échantillons d'alliage F coulés dans le moule de graphite.

Tableau 3.8 Compositions des phases intermétalliques observées pour la plaque et les aiguilles de l'échantillon d'alliage F, illustré à la figure 3.28, au moyen de l'analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde (WDS).

Phase no	Éléments	% poids	% atomique	Formule calculée	Forme & couleur	Formule suggérée (stœchiométrie)
1 Plaque	Al	31,10	52,36	$\text{Al}_{22}\text{Si}_{13}\text{Ce}_2\text{La}_3\text{Sr}_2\text{MgP}$	Plaque Grise	$\text{Al}_{22}\text{Si}_{13}\text{Ce}_2\text{La}_3\text{Sr}_2\text{MgP}$
	Si	18,42	29,78			
	Sr	6,88	3,57			
	Mg	0,675	1,26			
	P	0,295	0,4327			
	Ce	14,52	4,71			
	La	21,37	6,99			
	Total	93,26	99,1			
2 Aiguille	Al	40,97	63,55	$\text{Al}_{72}\text{Si}_{15}\text{Ce}_4\text{La}_3\text{Cu}_{16}\text{Fe}$	Aiguille $\beta$	$\text{Al}_{72}\text{Si}_{15}\text{Ce}_4\text{La}_3\text{Cu}_{16}\text{Fe}$
	Si	8,68	12,94			
	Fe	1,17	0,8752			
	Ce	12,64	3,77			
	La	10,59	3,19			
	Cu	20,99	13,82			
	Total	95,04	98,15			

### 3.3.8 Interactions phosphore-strontium (P-Sr)

#### 3.3.8.1 Caractéristiques du silicium primaire

La figure 3.31 illustre la microstructure de l'alliage II (alliage A avec 43 ppm P et 103 ppm Sr, inclus dans le tableau 3.2) constituée de particules de silicium primaire ségrégées (flèches). La figure 3.32 montre la microstructure de l'alliage V contenant 61 ppm P et modifié avec 184 ppm Sr (voir tableau 3.2). On y retrouve des plaquettes intermétalliques ségrégées contenant un précipité de la phase  $\text{Al}_3\text{P}$  (2) qui s'est fixé au silicium primaire (1) lors de la germination. La figure 3.33 illustre la microstructure obtenue par énergie dispersive des phases intermétalliques (tache noire) comprises à l'intérieur d'une particule de silicium primaire (1). Ces phases intermétalliques, notamment  $\text{AlPSrO}$  (flèche 2),  $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$  (flèche 3) et  $\text{AlSiPO}$  (flèche 4), apparaissent en raison des interactions P-Sr. La figure 3.34 montre les concentrations des principaux composés de l'alliage V. Les figures 3.35 et 3.36, quant à elles, présentent l'image électronique d'un échantillon d'alliage V obtenu de la coulée dans le moule en graphite, et les distributions correspondantes de Al, Si, P, Sr et O. Ces concentrations sont obtenues au moyen de la microanalyse par sonde électronique et de l'analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde. L'analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde des différentes phases de l'alliage V est fournie dans le Tableau 3.9.

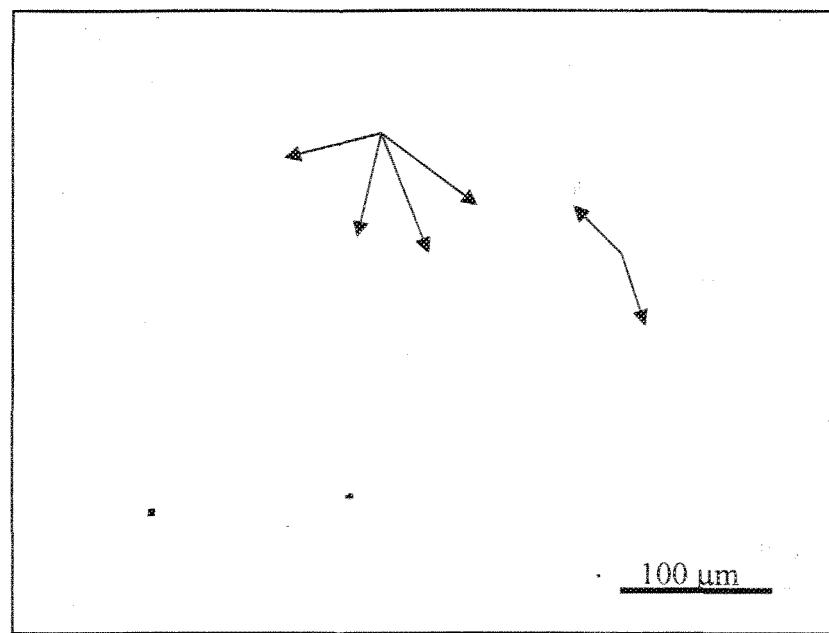


Figure 3.31 Micrographie optique montrant la ségrégation des particules de silicium primaire (flèches) dans l'alliage II.

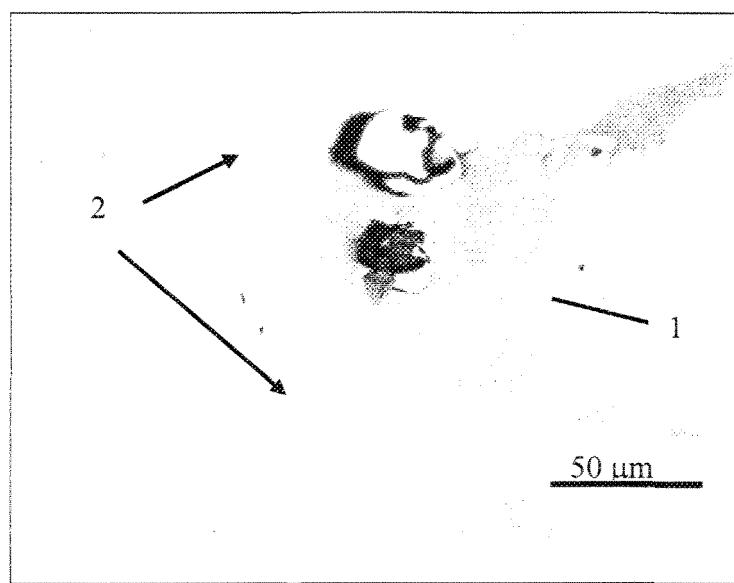


Figure 3.32 Micrographie optique montrant des plaquettes ségrégées contenant la phase  $\text{Al}_3\text{P}$  (2) fixée au silicium primaire (1) (alliage V).

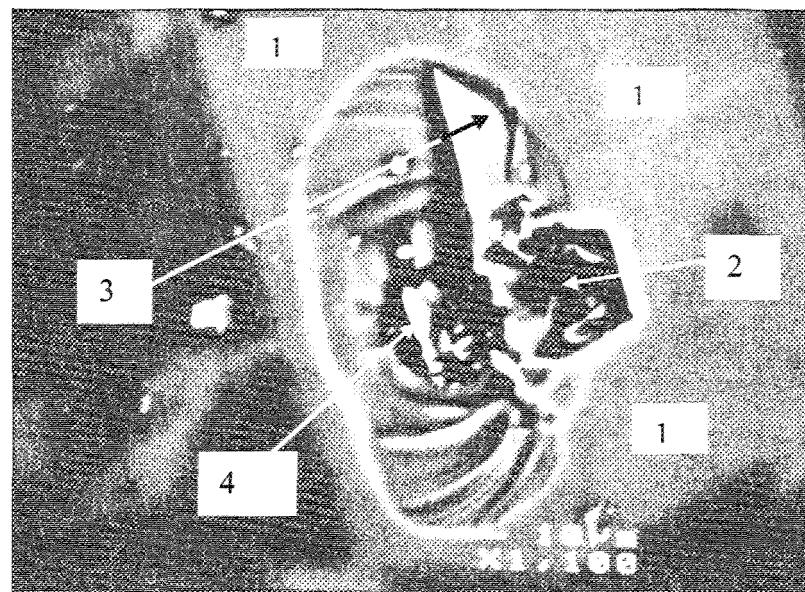


Figure 3.33 Image par électron rétro-diffusé des phases comprises dans le silicium primaire (1) de l'alliage V.

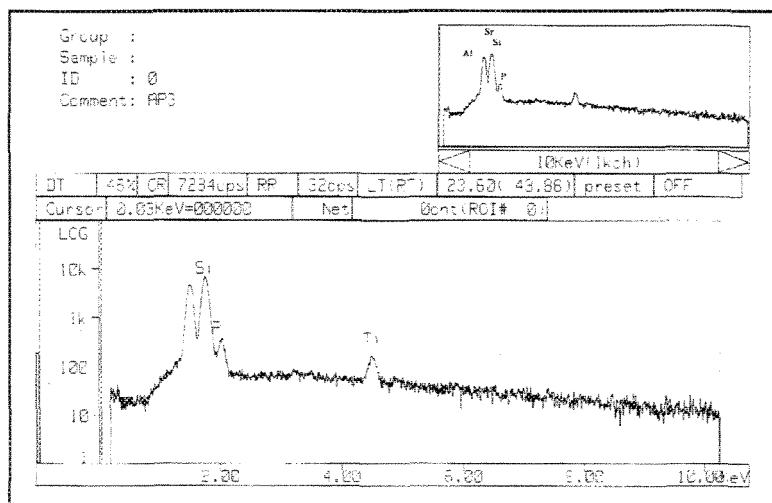


Figure 3.34 Concentrations des principaux composés dans une particule de silicium primaire de l'alliage V obtenues par rayon X à énergie dispersive.

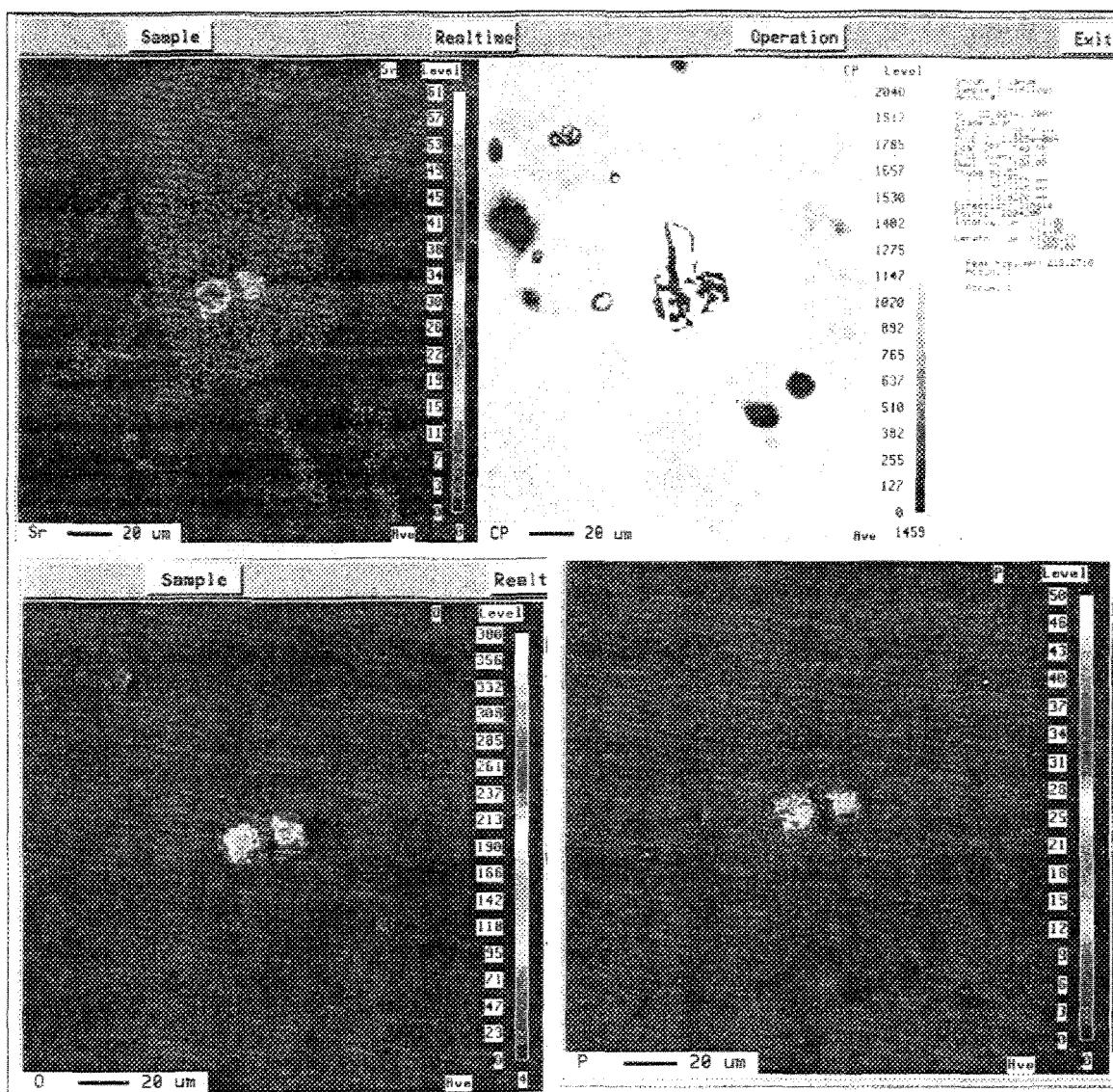


Figure 3.35 Cartographie au rayon X par énergie dispersive des éléments alliés P, O et Sr obtenue des échantillons d'alliage V coulés dans le moule de graphite.

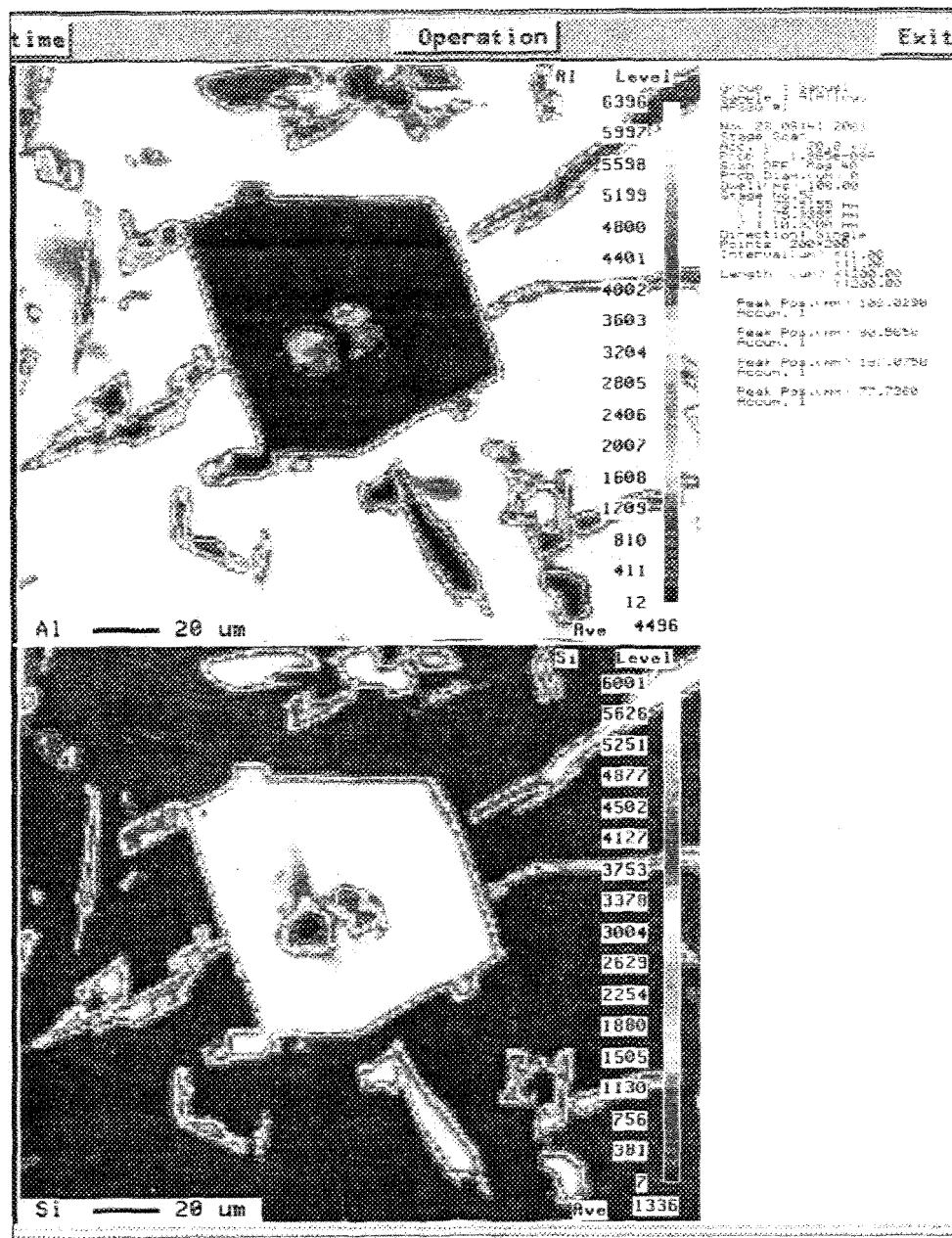


Figure 3.36 Cartographie au rayon X par énergie dispersive des éléments alliés Al et Si obtenue des échantillons d'alliage V coulés dans le moule de graphite.

Tableau 3.9 Compositions des phases intermétalliques observées pour la plaque et les aiguilles de l'échantillon d'alliage V (analyse de fluorescence au rayon X par longueur d'onde).

Phase no	Éléments	% poids	% atomique	Forme & couleur	Formules suggérées (stœchiométrie)
1	Al	59,09	45,67	Tache noire	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +
	Si	9,76	7,25		AlPSrO +
	Sr	10,01	2,38		AlSiPO +
	P	1,7	1,15		β-Al <sub>5</sub> FeSi
	O	32,18	41,94		
	Total	112,73	99,1		
2	Al	4,09	4,231	Plaque grise	Si
	Si	96,22	95,6		
	Total	100,31	99,83		

### 3.3.8.2 Caractéristiques du silicium eutectique

La figure 3.37 illustre la microstructure de l'alliage A, dont la modification des particules de silicium eutectique (flèches) est complète en raison de la quantité négligeable de phosphore (~15 ppm P) qui, en présence d'un excès suffisant de strontium (171 ppm Sr), ne donne pas lieu à des interactions P-Sr significatives. La figure 3.38 illustre la façon dont le phosphore fait obstruction à l'effet modificateur du Sr. On peut y voir la microstructure de l'alliage I (alliage A avec 36 ppm P et 98 ppm Sr, inclus dans le tableau 3.2) dont la modification des particules de silicium eutectique est effectivement partielle dans la région 1 et complète dans la région 2. Cette modification hétérogène est causée par les interactions P-Sr en raison de la présence d'une quantité significative de phosphore qui réagit avec une grande partie du strontium, créant ainsi un déficit de Sr, qui n'est plus disponible en quantité suffisante pour modifier complètement le silicium eutectique de l'alliage I. La figure 3.39 illustre la microstructure de l'alliage III (alliage A avec 46 ppm P et 56 ppm Sr, inclus dans le tableau 3.2) dont la modification des particules de silicium eutectique est négligeable en raison des interactions P-Sr qui occasionnent un déficit important en strontium qui, étant en concentration faible (56 ppm), ne produit pas de modification.

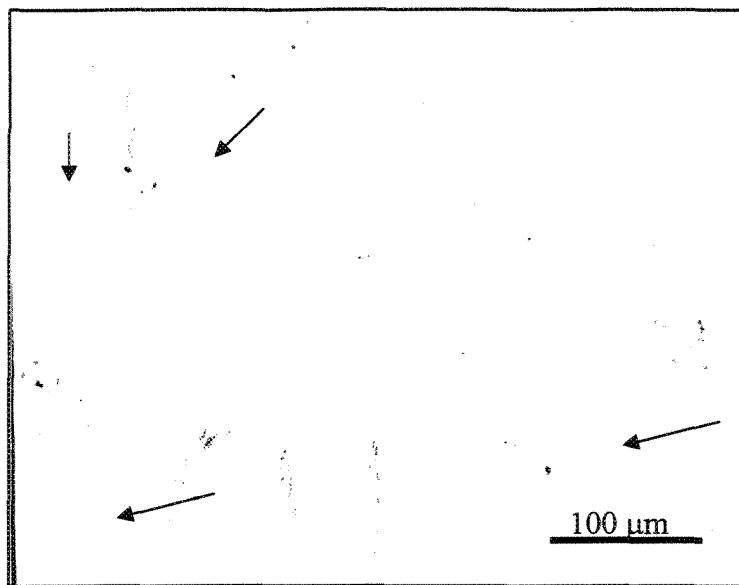


Figure 3.37 Micrographie optique montrant la modification au Sr des particules de silicium eutectique (flèches) dans l'alliage A ( $\sim 15$  ppm P).

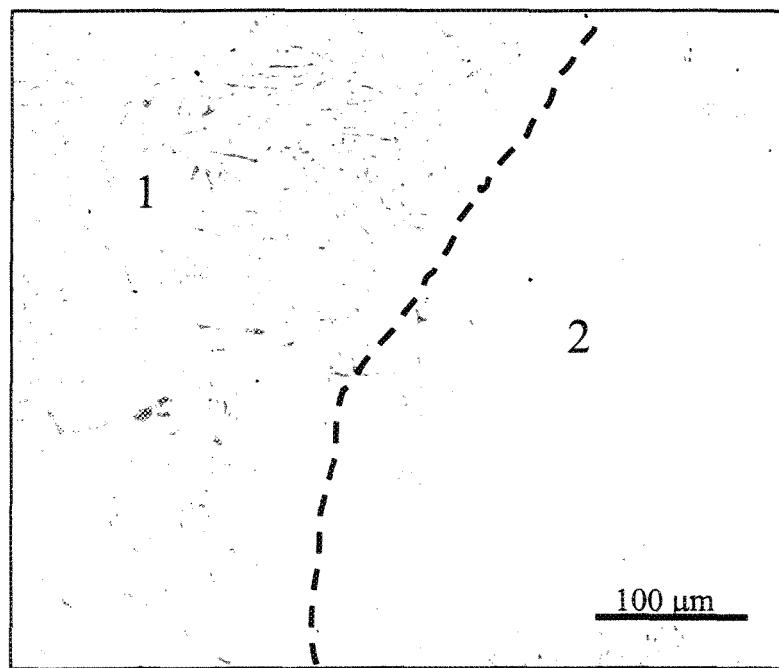


Figure 3.38 Micrographie optique illustrant une modification hétérogène au Sr des particules de silicium eutectique dans l'alliage I.

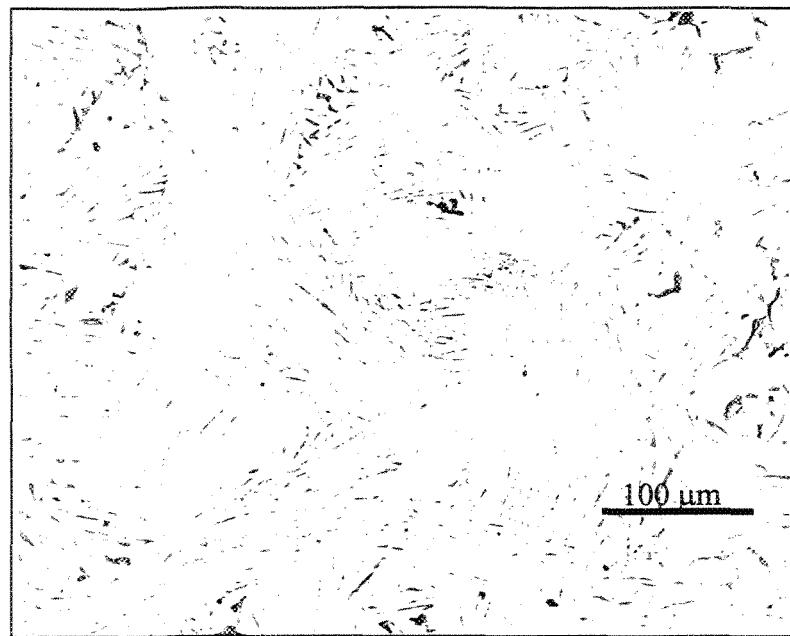


Figure 3.39 Micrographie optique montrant l'absence de modification des particules de silicium eutectique dans l'alliage III.

La figure 3.40 illustre la microstructure de l'alliage II (alliage A avec 43 ppm P et 103 ppm Sr, inclus dans le tableau 3.2). On peut y voir une certaine modification des particules de silicium eutectique (2), qui a lieu au voisinage des particules  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi (1) et qui est négligeable loin de celles-ci (3) malgré un excès important de Sr. On peut donc conclure que la concentration de strontium autour des plaquettes de  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi est plus élevée qu'ailleurs. Les mécanismes impliqués dans cette modification particulière, ayant lieu près des particules  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, sont toutefois hors du cadre de ce travail de recherche.

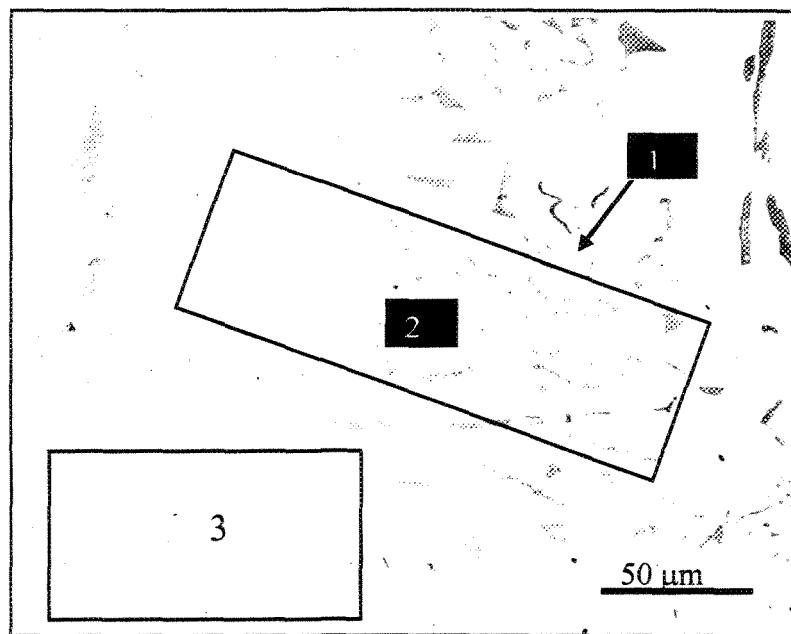


Figure 3.40 Micrographie optique montrant une modification au Sr dans une section (encadré 2) située près des aiguilles  $\beta$  (1) dans l'alliage II.

### 3.3.9 Analyse des particules de silicium eutectique

Le tableau 3.10 résume les caractéristiques des particules de silicium obtenues pour les alliages de la série phosphore. Comme il apparaît dans ce tableau, la modification avec le strontium transforme les particules de silicium de l'alliage 413P (alliage de base contenant 38 ppm P), de leur forme aciculaire en une forme globulaire pour la majorité des alliages, à l'exception des alliages I et III. En effet, les facteurs de forme sont respectivement 3,273 et 2,797 pour les alliages I et III alors que le facteur de forme de l'alliage 413P est 2,692, ce dernier étant ainsi inférieur à celui des deux alliages I et III.

Par ailleurs, les rondeurs moyennes sont respectivement 54,6% et 58% pour les alliages I et III alors que la rondeur moyenne de l'alliage 413P est 58,1%, cette dernière étant ainsi supérieure à celles des deux alliages I et III. De même la longueur moyenne, la surface moyenne des particules de silicium et la densité moyenne de l'alliage 413P sont supérieures à celles de tous les autres alliages I à IX, les écarts étant beaucoup plus accentués à partir de l'alliage IV. Ce phénomène s'explique par le fait que les interactions phosphore-strontium (P-Sr) sont significatives pour les alliages ayant des concentrations plus faibles en strontium et relativement fortes en phosphore, comme c'est le cas pour les alliages 413P, I, II et III, alors qu'il y a un excès de strontium dans les alliages IV à IX.

Tableau 3.10 Analyse de silicium (Alliages série phosphore).

Alliage	Surface $\mu\text{m}^2$	Longueur $\mu\text{m}$	Rondeur %	Facteur de forme	Densité Particules/ $\text{mm}^2$	Surface moyenne
<b>413P</b>	$\mu=30,44$ $\sigma=58,99$	$\mu=10,64$ $\sigma=14,89$	$\mu=58,10$ $\sigma=33,43$	$\mu=2,692$ $\sigma=1,662$	3 515	$\mu=13,74$ $\sigma=1,451$
<b>I</b>	$\mu=10,45$ $\sigma=26,26$	$\mu=7,229$ $\sigma=10,21$	$\mu=54,55$ $\sigma=31,42$	$\mu=3,273$ $\sigma=1,919$	9 063	$\mu=10,21$ $\sigma=2,033$
<b>II</b>	$\mu=4,587$ $\sigma=17,70$	$\mu=3,098$ $\sigma=5,299$	$\mu=74,16$ $\sigma=24,27$	$\mu=2,078$ $\sigma=0,9795$	20 396	$\mu=9,975$ $\sigma=2,509$
<b>III</b>	$\mu=20,77$ $\sigma=43,02$	$\mu=8,977$ $\sigma=13,05$	$\mu=58,04$ $\sigma=32,96$	$\mu=2,797$ $\sigma=1,705$	5 390	$\mu=11,76$ $\sigma=1,495$
<b>IV</b>	$\mu=0,87$ $\sigma=7,19$	$\mu=1,46$ $\sigma=1,27$	$\mu=75,2$ $\sigma=22,3$	$\mu=1,903$ $\sigma=0,776$	144000	$\mu=12,68$ $\sigma=1,839$
<b>V</b>	$\mu=0,76$ $\sigma=7,28$	$\mu=1,46$ $\sigma=1,27$	$\mu=78,30$ $\sigma=20,61$	$\mu=1,868$ $\sigma=0,762$	143500	$\mu=10,75$ $\sigma=1,521$
<b>VI</b>	$\mu=0,73$ $\sigma=7,29$	$\mu=1,28$ $\sigma=1,06$	$\mu=78,6$ $\sigma=20,3$	$\mu=1,892$ $\sigma=0,804$	145900	$\mu=10,41$ $\sigma=1,969$
<b>VII</b>	$\mu=0,80$ $\sigma=7,33$	$\mu=1,33$ $\sigma=1,19$	$\mu=78,6$ $\sigma=20,2$	$\mu=1,907$ $\sigma=0,806$	135100	$\mu=10,57$ $\sigma=2,052$
<b>VIII</b>	$\mu=0,77$ $\sigma=7,26$	$\mu=1,38$ $\sigma=1,17$	$\mu=76,2$ $\sigma=21,4$	$\mu=1,97$ $\sigma=0,848$	148200	$\mu=11,2$ $\sigma=2,061$
<b>IX</b>	$\mu=0,88$ $\sigma=7,17$	$\mu=1,47$ $\sigma=1,29$	$\mu=75,7$ $\sigma=21,9$	$\mu=1,972$ $\sigma=0,856$	125000	$\mu=10,81$ $\sigma=3,243$

On peut voir dans les tableaux 3.11, 3.12, 3.13 et 3.14 que pour les alliages I et III, et dans une moindre mesure pour l'alliage II, les surface et longueur moyennes des particules de silicium sont plus élevées que pour les alliages IV à IX. Par ailleurs, les densités moyennes des alliages IV à IX sont beaucoup plus élevées que celles des alliages I, II et III. La rondeur moyenne est, pour sa part, plus faible pour les alliages I et III que pour les alliages IV à IX et II.

Par conséquent, les interactions P-Sr sont plus importantes pour les alliages I, II et III (partiellement modifiés), ayant respectivement des concentrations en strontium de 98 ppm, 103 ppm et 56 ppm et des concentrations en phosphore de 36 ppm, 43 ppm et 46 ppm, que pour les alliages IV à IX.

Ainsi, tous les alliages dont les concentrations en strontium sont de l'ordre de 150 ppm Sr et plus (alliages IV à IX) sont complètement modifiés, quelle que soit la concentration en phosphore. Le rôle du phosphore est donc négligeable lorsque la concentration en Sr excède 150 ppm.

Les observations de Gruzleski et al.<sup>7</sup> rapportent qu'aucune modification additionnelle significative n'est observée au-delà d'une concentration d'environ 60 ppm en phosphore et ce malgré un grand excès de Sr, cela en raison d'une saturation en phosphore. En comparant les caractéristiques du silicium de l'alliage de base 413 (15 ppm P) à celles de l'alliage 413P (38 ppm P), on constate que le phosphore en lui-même produit un affinage du silicium.

En effet, la surface moyenne des particules de silicium diminue de 37  $\mu\text{m}^2$  pour l'alliage 413 de base à 30  $\mu\text{m}^2$  pour l'alliage 413P, et la longueur moyenne des particules de silicium diminue de 12,7  $\mu\text{m}$  pour l'alliage 413 de base à 10,7  $\mu\text{m}^2$  pour l'alliage 413P. De même, la densité moyenne des particules de silicium augmente de 2500 pour l'alliage 413 de base à 3500 pour l'alliage 413P.

Tableau 3.11 Surface moyenne ( $\mu$ ) des particules de Si ( $\mu\text{m}^2$ ) et écart-type ( $\sigma$ ).

Sr (ppm)	P (ppm)	15	34	36	38	40	43	46	47	50	61
<2		$\mu=37,3$ $\sigma=15,4$			$\mu=30,4$ $\sigma=59,0$						
56								$\mu=20,8$ $\sigma=43,0$			
98				$\mu=10,5$ $\sigma=26,3$							
103							$\mu=4,6$ $\sigma=17,7$				
149										$\mu=0,88$ $\sigma=7,17$	
159						$\mu=0,77$ $\sigma=7,26$					
171		$\mu=0,83$ $\sigma=7,26$									
172				$\mu=0,80$ $\sigma=7,33$							
184			$\mu=0,73$ $\sigma=7,29$								
233									$\mu=0,87$ $\sigma=7,19$		
270										$\mu=0,76$ $\sigma=7,28$	

Tableau 3.12 Longueur moyenne ( $\mu$ ) des particules de Si ( $\mu\text{m}$ ) et écart-type ( $\sigma$ ).

<b>P (ppm)</b>	<b>15</b>	<b>34</b>	<b>36</b>	<b>38</b>	<b>40</b>	<b>43</b>	<b>46</b>	<b>47</b>	<b>50</b>	<b>61</b>
<b>Sr (ppm)</b>										
<b>&lt;2</b>	$\mu=12,7$ $\sigma=14,6$			$\mu=10,6$ $\sigma=14,9$						
<b>56</b>							$\mu=8,9$ $\sigma=13,1$			
<b>98</b>			$\mu=7,23$ $\sigma=10,2$							
<b>103</b>						$\mu=3,10$ $\sigma=5,3$				
<b>149</b>									$\mu=1,47$ $\sigma=1,29$	
<b>159</b>					$\mu=1,38$ $\sigma=1,17$					
<b>171</b>	$\mu=1,41$ $\sigma=1,33$									
<b>172</b>			$\mu=1,33$ $\sigma=1,19$							
<b>184</b>		$\mu=1,28$ $\sigma=1,06$								
<b>233</b>							$\mu=1,46$ $\sigma=1,27$			
<b>270</b>									$\mu=1,31$ $\sigma=1,09$	

Tableau 3.13 Rondeur moyenne ( $\mu$ ) des particules de Si (ratio) et écart-type ( $\sigma$ ).

<b>Sr (ppm)</b>	<b>P (ppm)</b>	<b>15</b>	<b>34</b>	<b>36</b>	<b>38</b>	<b>40</b>	<b>43</b>	<b>46</b>	<b>47</b>	<b>50</b>	<b>61</b>
<b>&lt;2</b>		$\mu=57,2$ $\sigma=31,3$			$\mu=58,1$ $\sigma=33,1$						
<b>56</b>								$\mu=58,0$ $\sigma=33,0$			
<b>98</b>				$\mu=54,6$ $\sigma=31,4$							
<b>103</b>							$\mu=74,2$ $\sigma=24,3$				
<b>149</b>										$\mu=75,7$ $\sigma=21,9$	
<b>159</b>						$\mu=76,2$ $\sigma=21,4$					
<b>171</b>		$\mu=74,2$ $\sigma=23,3$									
<b>172</b>				$\mu=78,6$ $\sigma=20,2$							
<b>184</b>			$\mu=78,6$ $\sigma=20,3$								
<b>233</b>									$\mu=75,2$ $\sigma=22,3$		
<b>270</b>										$\mu=78,3$ $\sigma=20,6$	

Tableau 3.14 Densité moyenne ( $\mu \times 10^3$ ) du Si (no particules de Si/ surface).

## **CHAPITRE 4**

# **PROPRIÉTÉS DE TRACTION**

## CHAPITRE 4

# PROPRIÉTÉS DE TRACTION

### 4.1 INTRODUCTION

Les alliages Al-Si de fonderie sont communément utilisés dans les applications automobiles et dans l'aérospatiale en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques et de leur excellente coulabilité. Les alliages Al-Si de fonderie contiennent normalement entre 2 et 25% de silicium (Si) et leur composition eutectique est de l'ordre de 11 à 12% en silicium. Parmi les alliages Al-Si eutectiques, on retrouve les alliages de type 413.0. qui sont étudiés dans ce travail de recherche. Ce chapitre présente les aspects de l'étude liés aux propriétés de traction des alliages de type 413.0. La composition chimique de chacun des alliages étudiés est indiquée dans les tableaux 3.1 et 3.2 du chapitre précédent.

Les propriétés de traction de chacun des alliages étudiés sont affectées à différents degrés en fonction des éléments alliés en présence, soient les magnésium (Mg), cuivre (Cu), argent (Ag), nickel (Ni) et zinc (Zn), et des éléments modificateurs tels le strontium (Sr) et les métaux terres rares, notamment les lanthane (La) et cérium (Ce).

Les propriétés de traction étudiées sont la contrainte ultime, la limite d'élasticité et l'allongement à la rupture (déformation). La contrainte ultime est la contrainte maximale atteinte durant l'essai de traction. La limite d'élasticité est la contrainte à partir de laquelle apparaît la première déformation plastique irréversible. L'allongement à la rupture (déformation) est l'elongation maximale atteinte au moment de la rupture; elle est aussi une mesure de la ductilité.

Les éléments alliés Mg, Cu, Ni, Zn et Ag, suivant leur composition dans les divers alliages, contribuent au renforcement de la contrainte ultime et de la limite d'élasticité, auxquelles correspond généralement une diminution de l'allongement à la rupture (déformation). En effet, plus la contrainte ultime et la limite d'élasticité sont élevées, et plus l'allongement à la rupture (déformation) a tendance à s'affaiblir. Ainsi, des compromis sont faits entre la nécessité d'obtenir des valeurs élevées de contrainte ultime et de limite d'élasticité d'une part, et celle d'obtenir une déformation ou une ductilité qui soit suffisante d'autre part. Les courbes de contrainte-déformation obtenues pour l'ensemble des alliages étudiés permettent de déterminer les alliages dont les propriétés de traction sont optimales. Dans le cas de l'alliage 413.0 de base modifié au Sr, une valeur minimale de l'allongement à la rupture (déformation) de l'ordre d'un minimum de 2% est ciblée dans le cadre de ce travail de recherche.

## 4.2 EFFET DES ÉLÉMENTS ALLIÉS ET DES MODIFICATEURS

### 4.2.1 Effet des éléments alliés

Dans une récente étude, l'effet de l'augmentation des contenus en Mg et en Cu sur les propriétés de traction des alliages eutectiques modifiés Al-Si, a été étudié<sup>67</sup>. Haque *et al*<sup>69</sup> ont étudié l'effet de l'ajout de silicium et de magnésium sur la modification, par le strontium des alliages Al-Si eutectiques de base. Ils ont observé que l'addition de 0,4% Mg à l'alliage Al-12,2% Si résulte en une augmentation maximale de la résistance en traction, toutefois au détriment de la ductilité. Gowri et Samuel<sup>70</sup> ont émis l'hypothèse suivante : le changement dans les propriétés de traction se produit en raison des changements d'apparence et de dimensions des intermétalliques contenant du Fe (soit les phases  $\alpha$ -Fe ou  $\beta$ -Fe), lorsque le contenu en Mg est de 0,23% ou plus.

Par ailleurs, le cuivre ajouté aux alliages d'aluminium dans une gamme de concentrations variant entre 2 et 10%, permet d'augmenter leur réponse au traitement de mise en solution et au vieillissement artificiel subséquent. Une augmentation de la résistance mécanique et de la dureté de l'alliage, et une diminution de l'allongement à la rupture (déformation) sont normalement observées<sup>68,72</sup>.

De petites additions (0,1 à 0,6% Ag) sont efficaces pour améliorer la résistance mécanique et la résistance à la corrosion de contrainte des alliages Al-Zn-Mg<sup>68</sup>. Le nickel (jusqu'à 2%) augmente la résistance mécanique des alliages d'aluminium de haute pureté, mais réduit leur ductilité. Il est aussi ajouté aux alliages Al-Cu et Al-Si pour améliorer leur dureté et leur résistance mécanique, aux températures élevées, et pour réduire leur coefficient d'expansion thermique.

L'addition de zinc à l'aluminium, en présence d'autres éléments, offre des avantages remarquables en ce qui concerne la résistance mécanique, c'est-à-dire qu'en présence de Mg, le zinc forme la phase MgZn<sub>2</sub> qui produit une réponse de beaucoup supérieure aux traitements thermiques comparativement à celle obtenue avec les systèmes d'alliages binaires. Bien que les alliages Al-Zn-Mg aient des caractéristiques inférieures à celles des alliages Al-Si, leurs propriétés de traction dans les conditions après coulée sont élevées<sup>68</sup>. Le cuivre ajouté aux alliages Al-Zn-Mg, en combinaison avec de petites (mais significatives) quantités de Cr et Mn, résulte en des alliages d'aluminium commercialement disponibles ayant les plus hautes résistances mécaniques.

#### **4.2.2      Effet du strontium (Sr)**

Le strontium (Sr), suivant sa composition dans les divers alliages, contribue généralement à effectuer une modification des phases en présence car il réagit avec les phases de précipitation du silicium. Le silicium contenu dans les alliages de composition eutectique est normalement de forme aciculaire (aiguille), et une addition de Sr transforme celle-ci en une morphologie globulaire.

Les alliages possédant une microstructure du type aciculaire présentent généralement des propriétés mécaniques et une ductilité (mesurée en pourcentage de déformation) moindres que les alliages ayant une microstructure plus arrondie ou globulaire. La microstructure globulaire contribue à diminuer les concentrations de contraintes. Ainsi, l'ajout de Sr, conjointement avec les traitements thermiques appropriés de mise en solution, trempe et vieillissement artificiel, favorise l'obtention de meilleures propriétés de traction des différents alliages.

#### **4.2.3     Interactions phosphore-strontium (P-Sr)**

L'effet du strontium comme agent de modification est atténué par la présence de phosphore qui réagit avec Sr. Ainsi, les alliages contenant des concentrations élevées de phosphore requièrent de plus grandes quantités de strontium pour produire une structure acceptable. Les gros cristaux primaires de silicium affectent défavorablement les propriétés mécaniques des alliages Al-Si. Des nombreuses recherches ont été effectuées dans le but de réduire la taille des cristaux de silicium primaire. Il s'est avéré que le phosphore, lorsqu'il est incorporé au métal en fusion, permet de réduire de façon substantielle la taille du silicium primaire<sup>20,22</sup>.

#### **4.2.4     Effet des métaux terres rares**

Les propriétés mécaniques des alliages Al-Si peuvent être améliorées par l'ajout de métaux terres rares. Des métaux terres rares ont donc été ajoutés aux alliages Al-Si sous la forme de métaux purs dont, entre autres, le cérium (Ce) et le lanthane (La). Les effets bénéfiques individuels de ces métaux terres rares sur les propriétés de contrainte en traction peuvent être attribués, en partie, aux effets de renforcement produits par la fine dispersion des composés intermétalliques et aux effets de modification<sup>32,34,45</sup>.

### 4.3 EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES

Les propriétés de traction de chacun des alliages étudiés dépendent, à divers degrés, des traitements thermiques qui leur sont appliqués. Ces divers traitements thermiques sont, respectivement : la mise en solution, la trempe et le vieillissement artificiel.

La mise en solution consiste à chauffer un alliage à une température à laquelle tous les éléments alliés seront dissous dans l'aluminium et ce, pendant un temps suffisamment long pour que la dissolution soit complète, de façon à obtenir une solution solide homogène. La mise en solution doit toujours s'effectuer à une température inférieure à la température de début de fusion (courbe solidus). La trempe consiste à procéder à un refroidissement plus ou moins rapide de l'alliage, à partir de la température de mise en solution des alliages jusqu'à la température ambiante; cela, de manière à ce que les atomes des éléments alliés n'aient pas le temps de diffuser mais forment plutôt une solution sursaturée en éléments alliés.

Le vieillissement artificiel consiste à éléver, pendant une durée suffisante, la température des alliages en solution solide de façon à permettre un retour vers l'équilibre de la solution sursaturée obtenue lors de la trempe, via la précipitation des éléments alliés. La précipitation produite par le vieillissement artificiel se présente à travers la formation de zones de Guinier-Preston et de précipités très fins de la phase  $Mg_2Si$ . Ces derniers confèrent tous deux une augmentation de la résistance mécanique sans diminuer indûment la ductilité des alliages<sup>68</sup>.

#### 4.4 EXPÉRIMENTATION

La composition chimique de l'alliage de base 413.0 tel que reçu est montrée dans le tableau 3.1. Différents éléments d'addition sont incorporés, en diverses combinaisons et proportions, à l'alliage de base 413.0. Parmi ceux-ci on retrouve les éléments alliés, notamment les Cu, Mg, Ni, Zn, Ag et Sr, et les métaux terres rares Ce et La qui améliorent les propriétés de traction, et le phosphore (P) pour l'affinage du silicium primaire. L'alliage est fondu à l'aide d'une fournaise électrique, dans un creuset de carbure de calcium d'une capacité de 28 kg.

La température du métal est amenée à  $735 \pm 5$  °C et est maintenue pour le reste de la procédure de fusion, notamment pour l'addition des différents éléments alliés, la modification au strontium, l'affinage de la taille du grain, le dégazage et la mise en forme. L'affinage de la taille du grain est effectué par l'addition de  $\text{TiB}_2$  sous forme de morceau d'alliage maître Al-5%Ti-1%B, et la quantité de titane requise est calculée sur une base de 0,02% de poids de titane.

Par la suite le métal liquide est dégazé par injection d'argon pur, à l'aide d'un agitateur de graphite tournant à une vitesse de 150 RPM pour diminuer la quantité d'hydrogène soluble dans le métal. Afin d'éviter la formation de vortex, une plaque réfractaire est placée dans le bain de métal liquide et orientée de manière à former un angle de 45 degrés par rapport au courant. Une analyse chimique est effectuée à trois endroits différents pour chaque alliage coulé, afin d'établir un échantillonnage de concentrations représentatif de tous les éléments présents.

Les alliages ainsi obtenus sont mis en forme dans un moule permanent (type ASTM B-108) préchauffé à une température de 400°C. Ce moule est fait de fonte et est placé sous pression gravitationnelle. L'intérieur est recouvert d'un enduit spécial de type «Stahl coat» pour en faciliter le démoulage. Ce moule permet de couler 2 éprouvettes de traction à la fois, éprouvettes qui doivent être séparées au moyen d'une scie à ruban. La figure 4.1 illustre la pièce obtenue, avec les dimensions critiques des éprouvettes de traction qui sont testées à l'aide de la presse mécanique «Instron» à une vitesse de chargement de 5 mm/min (0,2 po/min). Tous les essais de traction ont été réalisés conformément à la norme ASTM B557, à température ambiante et en utilisant des éprouvettes de 50 mm (2 po) de longueur par 13 mm (0,50 po) de diamètre.

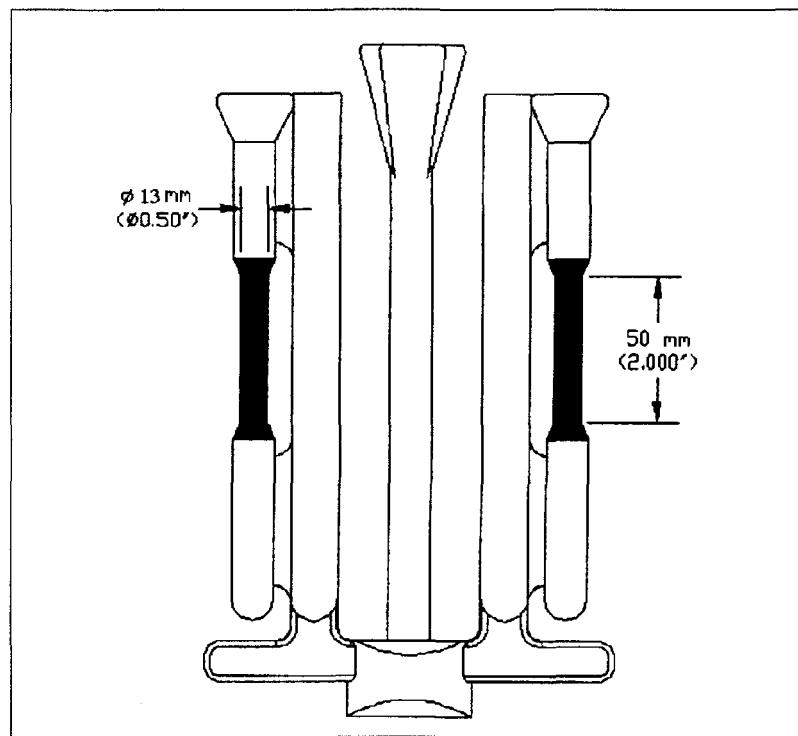


Figure 4.1 Éprouvettes de traction (2) formées par le moule «Stahl».

Les valeurs des courbes contrainte-déformation des éprouvettes de traction de chacun des alliages ont été recueillies au moyen d'un système d'acquisition de données, relié à un extensomètre (d'une longueur de 2 po.) fixé directement sur l'échantillon d'alliage sollicité en traction sur la presse hydraulique de modèle « Instron ». Ces données sont traitées par un logiciel éprouvé qui transforme l'allongement en déformation et la force, en contrainte. Pour chaque éprouvette, une mesure précise du diamètre à la section critique (moyenne de 3 lectures) fut prise et enregistrée par le logiciel. La figure 4.2 illustre une courbe contrainte-déformation typique d'un alliage donné; la mesure en est donnée selon le système d'unités impériales. La contrainte est présentée en ordonnée (Lbs/po<sup>2</sup>) et la déformation (%) est en abscisse. On y trouve, en outre, des spécifications complémentaires telles que la limite de proportionnalité, le module de Young, l'allongement à la rupture et la surface de section transversale des éprouvettes de traction.

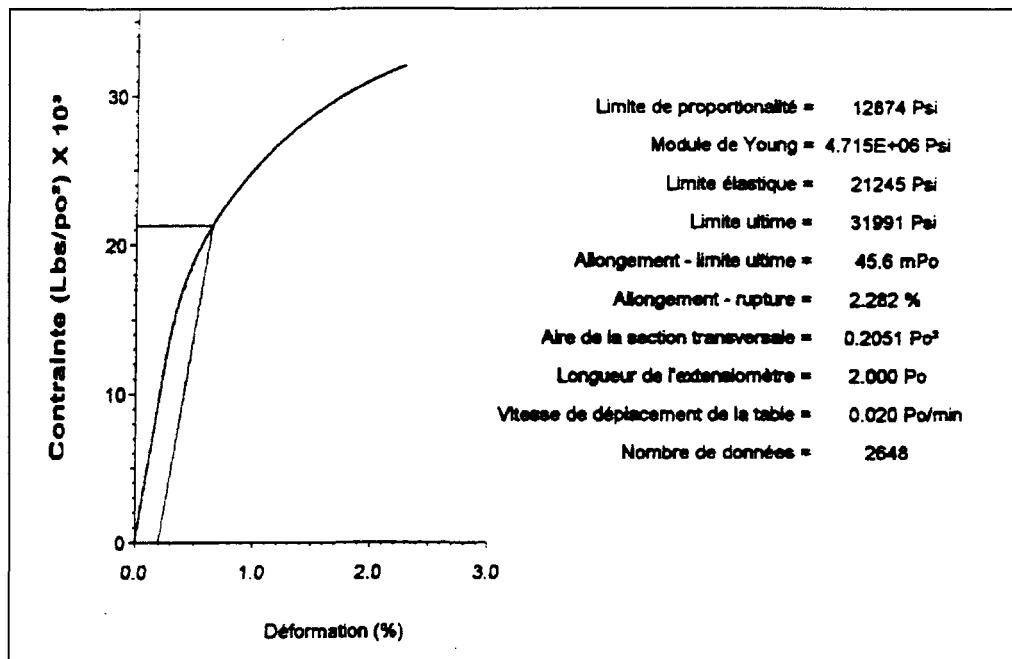


Figure 4.2 Courbe contrainte-déformation typique.

Afin de s'assurer de la précision des résultats fournis par l'extensomètre de la presse et recueillies par le logiciel, les valeurs moyennes des contrainte ultime, limite d'élasticité et allongement à la rupture (déformation) de 5 éprouvettes d'un même alliage furent utilisées dans les calculs. Dans le cas des alliages A à H (voir Tableau 3.1), des essais de traction sont tout d'abord effectués sur 5 éprouvettes de chacun des 9 alliages après coulée et sur 5 éprouvettes de chacun des 9 alliages après mise en solution. Ainsi, 90 éprouvettes sont utilisées pour ces deux premières séries d'essais de traction. De plus, des traitements thermiques sont effectués au moyen d'un four « Pyradia » dans lequel est mis une fournée de 45 éprouvettes, soient 5 éprouvettes pour chacun des 9 alliages. Chaque fournée d'éprouvettes est soumise à divers traitements thermiques tels la mise en solution, la trempe et le vieillissement artificiel. Les traitements thermiques sont effectués selon deux modes, à savoir un mode de mise en solution et un mode de trempe auxquels correspondent pour chacun, 5 modes de vieillissement artificiel, résultant en un total de 5 modes de traitements thermiques. À ces 5 modes de traitements thermiques correspondent 5 fournées contenant chacune 45 éprouvettes, résultant en un ensemble de 225 éprouvettes des divers alliages, qui seront soumises aux traitements thermiques et aux essais de traction. Dans la mise en solution, le four susmentionné est préprogrammé selon un cycle tel que, pour chaque fournée d'éprouvettes, la température est portée à 495 °C en une période de 2 heures à partir de la température de la pièce. Cette température de mise en solution de 495°C est alors maintenue durant une période de 4 heures. Une fois la mise en solution complétée, le refroidissement des éprouvettes, c'est-à-dire la trempe, est effectué à partir de la température de 495°C jusqu'à la température ambiante.

Le montage pour effectuer la trempe à l'eau consiste en un bac d'eau dont la température est voisine de 60 °C et dans lequel seront plongées les éprouvettes sortant du four. Une fois le refroidissement par la trempe terminé, les éprouvettes sont réchauffées dans le four selon l'un des 5 modes choisi de vieillissement artificiel (préprogrammé dans le four susmentionné). Ces modes de vieillissement artificiel consistent à porter à tour de rôle la température d'une fournée d'éprouvettes à l'une ou l'autre des 5 températures de vieillissement artificiel, soient 155 °C, 180 °C, 200 °C, 220 °C et 240 °C et ce, en une période de  $\frac{1}{2}$  heure à partir de la température de la pièce. Chacune de ces 5 températures de vieillissement artificiel est maintenue durant une période de 5 heures. Le refroidissement, au terme du vieillissement artificiel, est alors effectué à l'air ambiant. On obtient ainsi 45 éprouvettes après coulée, 45 éprouvettes après mise en solution seule et 225 éprouvettes traitées thermiquement. Ce qui donne un total de 315 éprouvettes de la série d'alliages A à H et 413.0 de base, sur lesquelles seront effectués les essais de traction en utilisant une presse hydraulique de traction « Instron ».

Dans le cas des alliages de la série phosphore (voir tableau 3.2), des essais de traction sont effectués sur 5 éprouvettes de chacun des 6 alliages I à V et DP, après coulée et après traitements thermiques à 5 différentes températures de vieillissement, soient sur 175 éprouvettes de traction. De plus, des essais de traction sont effectués sur 5 éprouvettes de chacun des 4 alliages VI à IX, après coulée et après traitements thermiques à une température de vieillissement unique de 240 °C, soient sur 40 éprouvettes additionnelles. Ce qui donne un total de 240 éprouvettes pour la série phosphore, sur lesquelles seront effectués les essais de traction en utilisant la presse hydraulique de traction « Instron ».

## 4.5 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Dans cette section, les résultats obtenus lors des essais de traction des alliages étudiés sont discutés et présentés sous forme de tableaux et de graphiques des valeurs moyennes de contrainte ultime, de limite d'élasticité et de déformation.

### 4.5.1 Essais de traction des alliages après coulée

Le tableau 4.1 montre les valeurs des propriétés de traction des alliages A à H et 413.0 après coulée. On constate que les valeurs de la contrainte ultime ( $S_u$ ) et de limite d'élasticité ( $R_e$ ) des alliages A à H (après coulée) sont supérieures, dans tous les cas, à celles de l'alliage de base 413.0. On voit que les valeurs de la déformation (%EL) des alliages A à H (après coulée) sont inférieures, dans tous les cas, à celles de l'alliage 413.0. Le tableau 4.2 montre les écarts entre les valeurs des propriétés de traction des alliages A à H (après coulée) et celles de l'alliage 413.0. Les écarts entre les valeurs de contrainte ultime ( $\Delta S_u$ ) des alliages A à H et celles de l'alliage 413.0 passent d'un maximum de 47,16 MPa pour l'alliage B et vont en décroissant, dans l'ordre pour les alliages A, E, H, G, C, D et F, ce dernier ayant la valeur minimale : 32,42 Mpa. Les écarts entre les valeurs de limite d'élasticité ( $\Delta R_e$ ) des alliages A à H et celles de l'alliage 413.0 passent d'un maximum de 62,75 MPa (alliage G) et vont en décroissant, dans l'ordre pour les alliages H, E, F, D, C, B, et A, ce dernier ayant la valeur minimale : 14,52 Mpa. Finalement, les écarts entre les valeurs de la déformation ( $\Delta \%EL$ ) des alliages A à H et celles de l'alliage 413.0 passent d'un minimum de -3,48% pour l'alliage G à une valeur maximale de -0,86% pour l'alliage A, et vont en croissant, dans l'ordre pour les alliages E, H, F, D, C et B.

Tableau 4.1 Propriétés de traction des alliages après coulée.

Alliages	S <sub>u</sub> (Mpa)	R <sub>e</sub> (Mpa)	E <sub>L</sub> (%)
A	231,17	129,77	3,39
B	234,84	136,87	2,64
C	223,16	145,99	1,60
D	222,80	161,86	1,05
E	228,95	175,90	0,88
F	220,10	162,24	0,97
G	224,01	177,99	0,77
H	230,56	176,42	0,92
413.0	187,68	115,24	4,26

Tableau 4.2 Effet de l'ajout d'éléments alliés à l'alliage 413.0 de base sur les propriétés de traction des alliages après coulée.

Alliages	ΔS <sub>u</sub> (Mpa)	ΔR <sub>e</sub> (Mpa)	Δ%EL
A	43,48	14,52	-0,86
B	47,16	21,63	-1,61
C	35,48	30,75	-2,66
D	35,12	46,62	-3,21
E	41,27	60,66	-3,38
F	32,42	47,00	-3,28
G	36,33	62,75	-3,48
H	42,88	61,18	-3,34

#### 4.5.2 Essais de traction après mise en solution

Le tableau 4.3 montre les valeurs des propriétés de traction des alliages A à H et de l'alliage de base 413.0 après mise en solution. On peut constater que les valeurs de la contrainte ultime ( $S_u$ ) et de la limite d'élasticité ( $R_e$ ) des alliages A à H sont supérieures, dans tous les cas, aux valeurs correspondantes de contrainte ultime et de limite d'élasticité de l'alliage de base 413.0 après mise en solution. Par ailleurs, on constate que les valeurs d'allongement à la rupture ou déformation (%EL) des alliages A à H (après mise en solution) sont inférieures, dans tous les cas, à l'exception de l'alliage A, aux valeurs de déformation correspondantes de l'alliage de base 413.0.

Le tableau 4.4 montre les écarts entre les valeurs des propriétés de traction des alliages A à H (après mise en solution) et celles de l'alliage de base 413.0. Les écarts de valeurs de la contrainte ultime des alliages passent d'un maximum de 81,53 MPa pour l'alliage H et vont en décroissant, dans l'ordre pour les alliages G, E, C, D, F, B et A, ce dernier ayant la valeur minimale : 23,82 Mpa. Les écarts de valeurs de la limite d'élasticité des alliages passent d'un maximum de 101,38 MPa pour l'alliage G et vont en décroissant, dans l'ordre pour les alliages H, E, D, F, C, B et A, ce dernier ayant la valeur minimale : 14,52 Mpa. Enfin, les écarts de valeurs de l'allongement à la rupture (déformation) des alliages passent d'un minimum de -3,68% pour l'alliage F et vont en croissant, dans l'ordre pour les alliages G, E, D, H, C, B et A, ce dernier alliage ayant la valeur maximale : 4,30%.

Tableau 4.3 Propriétés de traction des alliages après mise en solution.

Alliages	S <sub>u</sub> (Mpa)	R <sub>e</sub> (Mpa)	%EL
A	235,20	134,49	9,06
B	259,95	160,26	3,46
C	283,02	196,26	2,01
D	281,41	207,86	1,46
E	288,23	208,55	1,44
F	268,07	200,95	1,08
G	291,64	221,06	1,17
H	292,92	209,23	1,57
413.0	211,38	119,68	4,76

Tableau 4.4 Effet de l'ajout d'éléments alliés à l'alliage 413.0 de base sur les propriétés de traction des alliages après mise en solution.

Alliages	ΔS <sub>u</sub> (Mpa)	ΔR <sub>e</sub> (Mpa)	Δ%EL
A	23,82	14,81	4,30
B	48,56	40,58	-1,30
C	71,63	76,58	-2,75
D	70,03	88,18	-3,30
E	76,85	88,87	-3,32
F	56,69	81,28	-3,68
G	80,25	101,38	-3,59
H	81,53	89,55	-3,19

#### **4.5.3      Essais de traction après traitements thermiques (série A à H)**

Le tableau 4.5 montre les valeurs des propriétés de traction des alliages de la série A à H et de l'alliage de base 413.0, suite à l'application des différents traitements thermiques de mise en solution, trempe et de vieillissement artificiel selon 5 conditions de température différentes : 155 °C, 180 °C, 200 °C, 220 °C et 240 °C. On peut constater que les valeurs de la contrainte ultime (Su) et de la limite d'élasticité (Re) des alliages A à H (après traitements thermiques) sont supérieures, dans tous les cas, aux valeurs correspondantes de contrainte ultime et de limite d'élasticité de l'alliage de base 413.0. Comme il est montré aux figures 4.3 à 4.11 illustrant les courbes des propriétés de traction des alliages A à H, les contraintes ultimes et les limites d'élasticité atteignent une valeur maximale à une température de vieillissement de 180 °C pour tous ces alliages. Il est à noter que, pour l'alliage A, les valeurs de limite d'élasticité à 200 °C sont très voisines de celles à 180 °C. On voit aussi que les valeurs de déformation (%EL) des alliages A à H (après traitements thermiques) sont nettement inférieures, dans tous les cas, aux valeurs de déformation correspondantes de l'alliage de base 413.0. Il est à noter que les valeurs de déformation (%EL) de l'alliage A sont du même ordre de grandeur que celles de l'alliage 413. Comme il est indiqué aux figures 4.3 à 4.11 illustrant les courbes des propriétés de traction des alliages, la déformation atteint une valeur minimale à une température de vieillissement artificiel de 180 °C pour les alliages B, D, G et H, et à une température de vieillissement artificiel de 200 °C pour les alliages de base 413.0, C et E. La déformation atteint une valeur minimale à une température de vieillissement artificiel de 155 °C pour l'alliage A.

Tableau 4.5 Propriétés de traction des alliages A à H après traitements thermiques.

Alliages	Température Vieillissement	Contrainte ultime (MPa)	Limite d'élasticité (MPa)	Déformation (%)
413.0 base	155 °C	207,08	113,75	6,41
	180 °C	218,24	122,92	6,21
	200 °C	206,03	119,52	4,97
	220 °C	196,56	113,97	6,3
	240 °C	187,92	108,42	6,72
	Après coulée	187,68	115,24	4,25
A	155 °C	235,29	124,26	5,09
	180 °C	242,48	127,84	5,53
	200 °C	228,05	128,95	5,64
	220 °C	220,74	125,56	5,65
	240 °C	206,52	115,64	6,02
	Après coulée	231,17	129,76	3,4
B	155 °C	316,12	259,29	1,46
	180 °C	345,76	296,78	1,21
	200 °C	327,55	278,39	1,34
	220 °C	292,60	248,04	1,55
	240 °C	256,16	206,12	1,62
	Après coulée	234,84	136,87	2,64
C	155 °C	283,49	204,34	1,83
	180 °C	332,88	283,96	1,27
	200 °C	306,24	246,34	1,53
	220 °C	279,27	204,77	1,9
	240 °C	225,65	160,99	1,68
	Après coulée	223,16	145,99	1,6
D	155 °C	288,45	243,21	1
	180 °C	329,38	322,33	0,63
	200 °C	305,37	295,17	0,56
	220 °C	282,72	267,38	0,71
	240 °C	258,31	229,56	0,9
	Après coulée	222,80	161,86	1,05
E	155 °C	315,34	283,18	0,79
	180 °C	345,66	344,62	0,63
	200 °C	321,61	322,75	0,53
	220 °C	296,23	296,02	0,55
	240 °C	261,54	238,51	0,73
	Après coulée	228,95	175,89	0,88

Tableau 4.5 (Suite) Propriétés de traction des alliages A à H après traitements thermiques.

Alliages	Température Vieillissement	Contrainte ultime (MPa)	Limite d'élasticité (MPa)	Déformation (%)
F	155 °C	268,49	242,72	0,68
	180 °C	304,53	304,53	0,45
	200 °C	297,90	297,90	0,48
	220 °C	266,27	266,27	0,38
	240 °C	240,95	220,64	0,74
	Après coulée	220,10	162,24	0,97
G	155 °C	318,14	282,92	0,83
	180 °C	349,96	344,47	0,63
	200 °C	335,50	327,99	0,65
	220 °C	301,55	289,56	0,69
	240 °C	274,69	240,61	0,92
	Après coulée	224,01	177,99	0,77
H	155 °C	301,17	277,08	0,76
	180 °C	332,26	331,42	0,54
	200 °C	311,31	310,28	0,56
	220 °C	291,42	286,90	0,59
	240 °C	259,31	239,66	0,68
	Après coulée	230,56	176,42	0,92

Tableau 4.6 Effet de l'ajout d'éléments alliés à l'alliage 413.0 sur les propriétés de traction après traitements thermiques.

Alliages	Température Vieillissement	Variation contrainte ultime (MPa)	Variation limite d'élasticité (MPa)	Variation déformation (%)
A	155 °C	28,21	10,51	-1,32
	180 °C	24,24	4,92	-0,68
	200 °C	22,02	9,43	0,67
	220 °C	24,17	11,59	-0,65
	240 °C	18,60	7,23	-0,70
	Après coulée	43,49	14,52	-0,85
B	155 °C	109,03	145,54	-4,95
	180 °C	127,52	173,86	-5,00
	200 °C	121,52	158,87	-3,63
	220 °C	96,03	134,07	-4,75
	240 °C	68,24	97,70	-5,10
	Après coulée	47,16	21,63	-1,61
C	155 °C	76,40	90,59	-4,58
	180 °C	114,64	161,04	-4,94
	200 °C	100,21	126,83	-3,44
	220 °C	82,71	90,79	-4,40
	240 °C	37,73	52,57	-5,04
	Après coulée	35,47	30,74	-2,65
D	155 °C	81,37	129,46	-5,41
	180 °C	111,14	199,41	-5,58
	200 °C	99,34	175,65	-4,41
	220 °C	86,16	153,41	-5,59
	240 °C	70,39	121,14	-5,82
	Après coulée	35,12	46,62	-3,20
E	155 °C	108,26	169,43	-5,62
	180 °C	127,42	221,70	-5,58
	200 °C	115,58	203,23	-4,44
	220 °C	99,67	182,05	-5,75
	240 °C	73,62	130,09	-5,99
	Après coulée	41,27	60,65	-3,37

Tableau 4.6 (Suite) Effet de l'ajout d'éléments alliés à l'alliage 413.0 sur les propriétés de traction après traitements thermiques.

Alliages	Température Vieillissement	Variation contrainte ultime (MPa)	Variation limite d'élasticité (MPa)	Variation déformation (%)
F	155 °C	61,41	128,96	-5,73
	180 °C	86,29	181,61	-5,76
	200 °C	91,87	178,38	-4,49
	220 °C	69,71	152,30	-5,92
	240 °C	53,04	112,22	-5,98
	Après coulée	32,42	47,00	-3,28
G	155 °C	111,05	169,17	-5,58
	180 °C	131,72	221,56	-5,58
	200 °C	129,47	208,47	-4,32
	220 °C	104,98	175,58	-5,61
	240 °C	86,77	132,20	-5,80
	Après coulée	36,33	62,75	-3,48
H	155 °C	94,08	163,33	-5,65
	180 °C	114,02	208,50	-5,67
	200 °C	105,28	190,76	-4,41
	220 °C	94,86	172,93	-5,71
	240 °C	71,39	131,25	-6,04
	Après coulée	42,88	61,17	-3,33

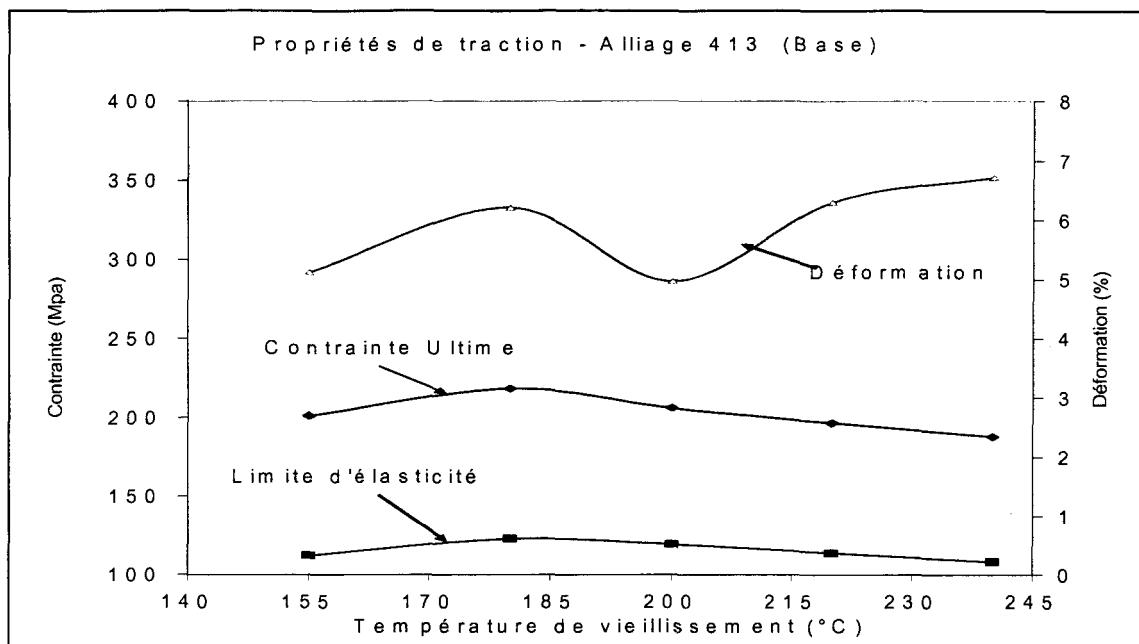


Figure 4.3 Propriétés de traction de l'alliage de base 413 en fonction de la température de vieillissement artificiel.

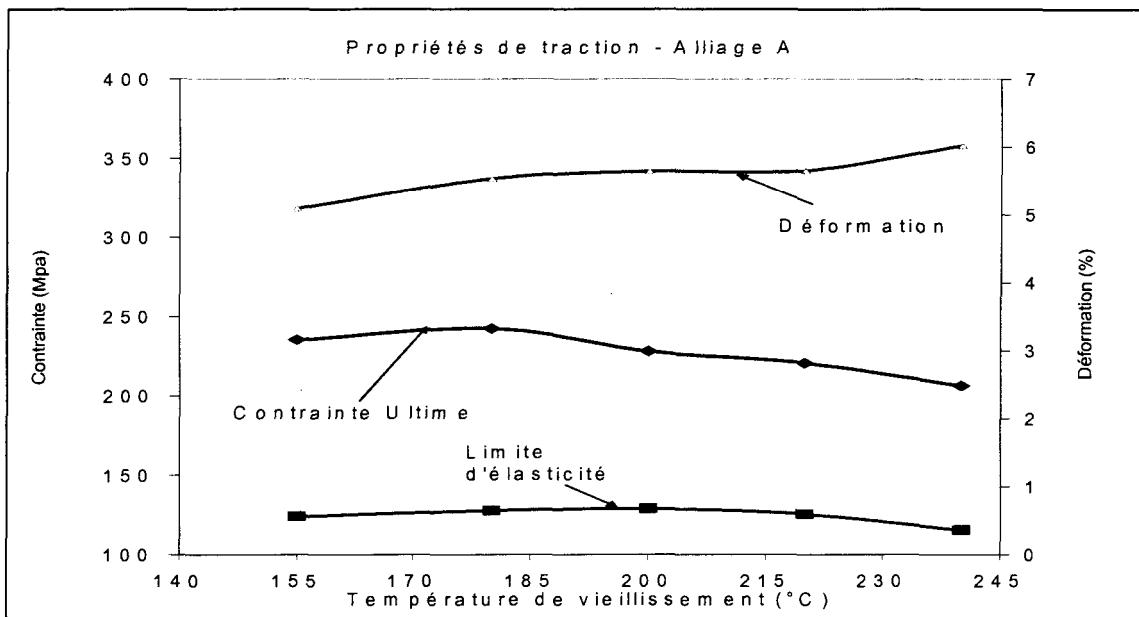


Figure 4.4 Propriétés de traction de l'alliage A en fonction de la température de vieillissement artificiel.

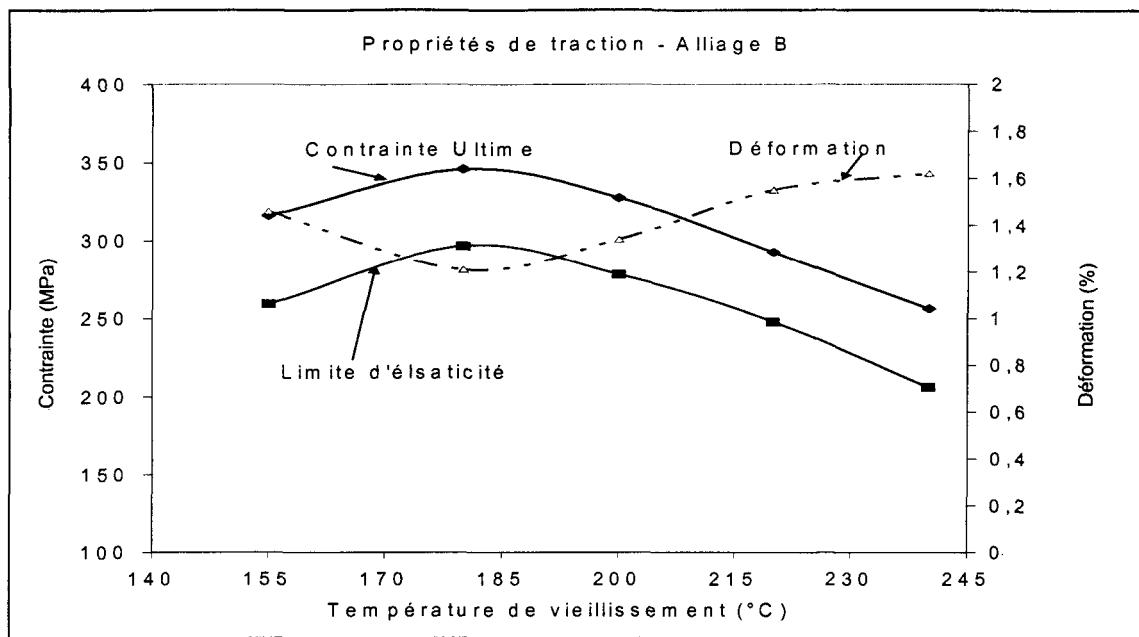


Figure 4.5 Propriétés de traction de l'alliage B en fonction de la température de vieillissement artificiel.

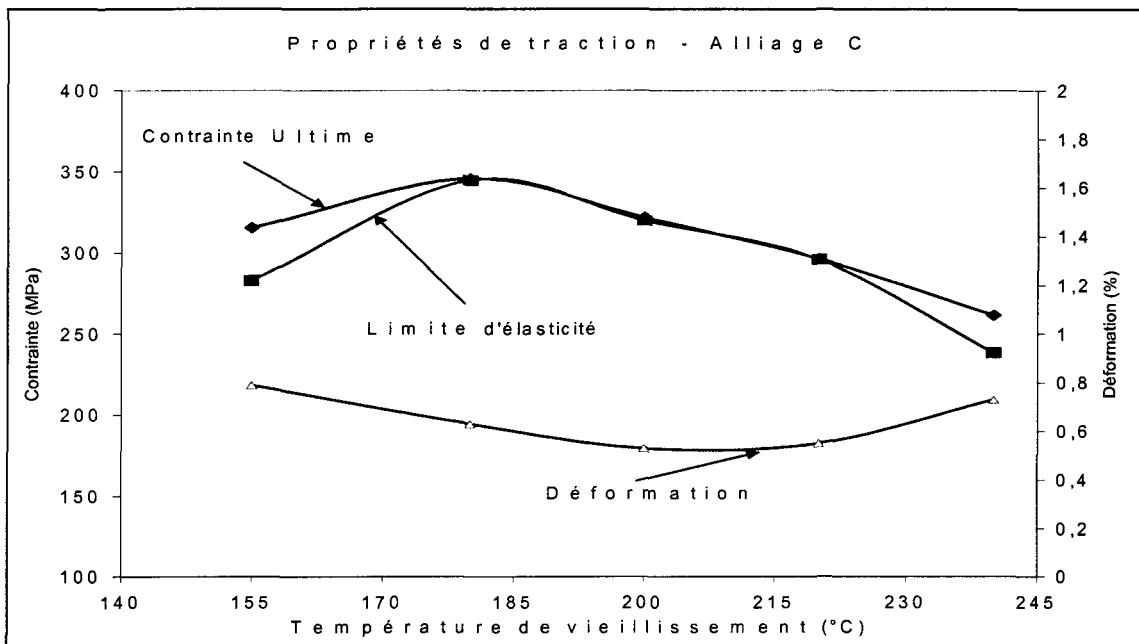


Figure 4.6 Propriétés de traction de l'alliage C en fonction de la température de vieillissement artificiel.

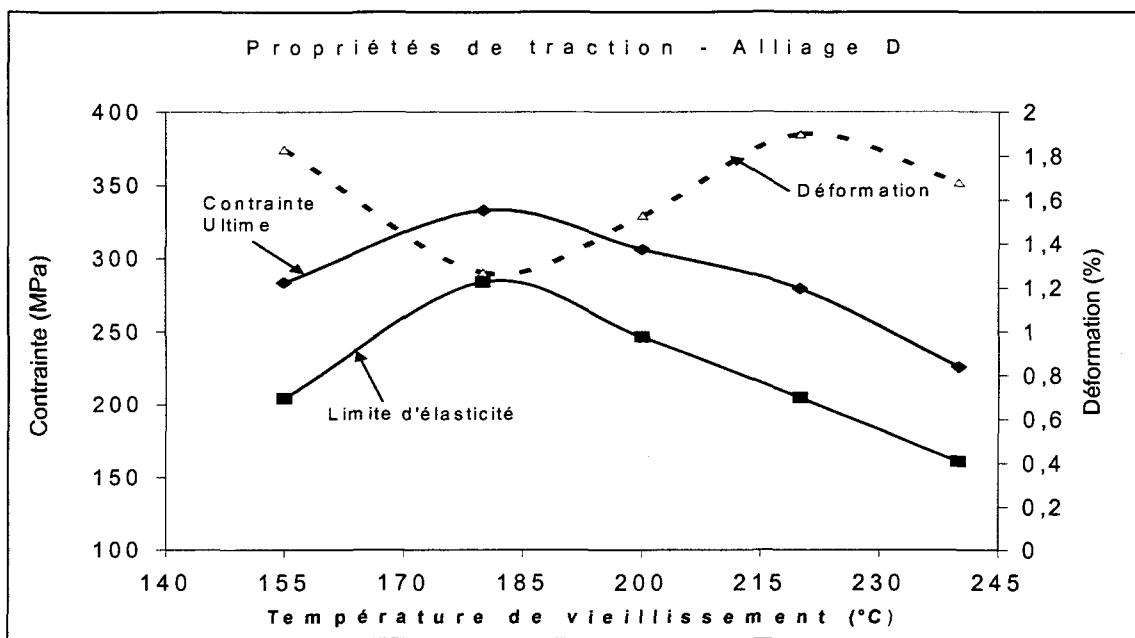


Figure 4.7 Propriétés de traction de l'alliage D en fonction de la température de vieillissement artificiel.

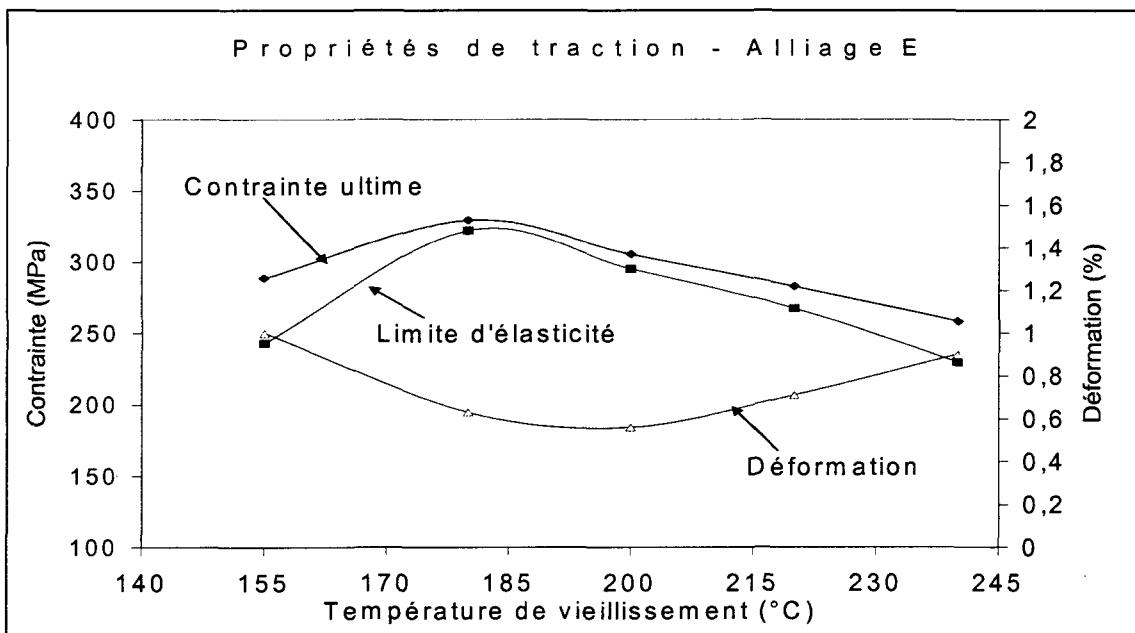


Figure 4.8 Propriétés de traction de l'alliage E en fonction de la température de vieillissement artificiel.

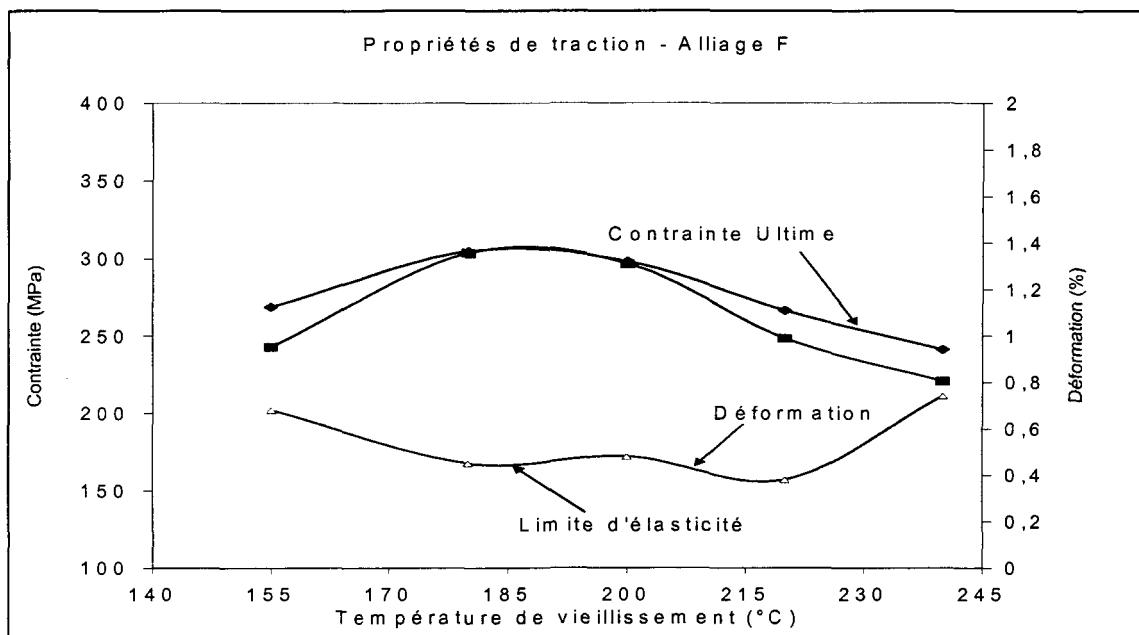


Figure 4.9 Propriétés de traction de l'alliage F en fonction de la température de vieillissement artificiel.

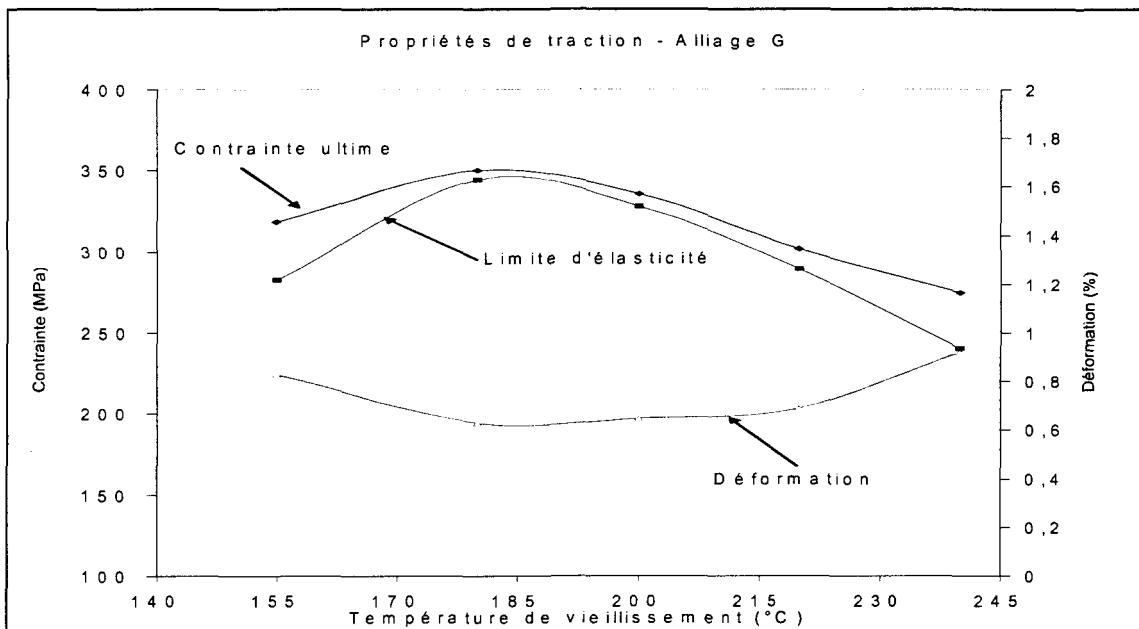


Figure 4.10 Propriétés de traction de l'alliage G en fonction de la température de vieillissement artificiel.

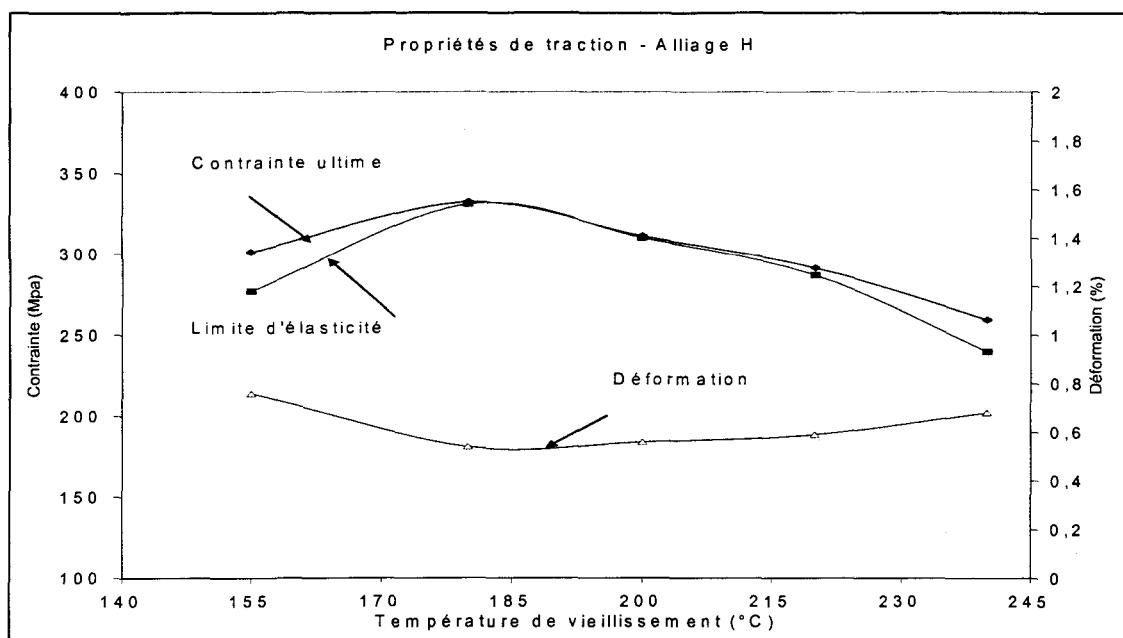


Figure 4.11 Propriétés de traction de l'alliage H en fonction de la température de vieillissement artificiel.

#### 4.5.4 Essais de traction après traitements thermiques (série phosphore)

Le tableau 4.7 montre les valeurs des propriétés de traction des alliages de la série phosphore I à IX, DP et de l'alliage de base 413P, suite à l'application des différents traitements thermiques de mise en solution, trempe et de vieillissement artificiel selon 5 conditions de température différentes : 155 °C, 180 °C, 200 °C, 220 °C et 240 °C. Les courbes des figures 4.12 à 4.18 révèlent les tendances de variations dans les propriétés de traction des alliages de la série phosphore, notamment la contrainte ultime, la limite d'élasticité et l'allongement à la rupture (déformation), en fonction des températures de vieillissement artificiel.

On constate que la contrainte ultime diminue au fur et à mesure que la température de vieillissement augmente de 155 °C à 240 °C, dans le cas des alliages 413P, II, III, et IV. Pour ce qui est des alliages I et V, on voit que, bien que la contrainte ultime diminue globalement lorsque la température de vieillissement passe de 155 °C à 240 °C, celle-ci passe par différents maxima et minima relatifs. Pour l'alliage DP, la contrainte ultime atteint une valeur maximale à une température de vieillissement artificiel de 180 °C. En ce qui a trait à la limite d'élasticité, elle diminue globalement (mais passe par différents maxima et minima relatifs) lorsque la température de vieillissement augmente de 155 °C à 240 °C, dans le cas des alliages 413P, I, III, IV et V. Pour ce qui est de l'alliage II, on voit que sa limite d'élasticité diminue au fur et à mesure que la température de vieillissement augmente de 155 °C à 240 °C. Pour l'alliage DP, la limite d'élasticité atteint une valeur maximale à une température de vieillissement artificiel de 180 °C.

D'autre part, on voit que l'allongement à la rupture (déformation) diminue globalement dans le cas des alliages 413P, II et IV lorsque la température de vieillissement artificiel augmente de 155 °C à 240 °C, mais avec des maxima et minima relatifs. Dans le cas des alliages I et V, l'allongement à la rupture (déformation) augmente globalement mais avec des maxima et minima plus ou moins marqués, alors que la déformation demeure relativement constante dans le cas de l'alliage III. Pour l'alliage DP, l'allongement à la rupture (déformation) atteint une valeur minimale à une température de vieillissement artificiel de 200 °C. Il est à noter que tous les alliages de la série phosphore possèdent des valeurs d'allongement à la rupture (déformation) de l'ordre de 4 à 12%, ce qui est bien supérieur à la valeur de déformation minimale de 2% ciblée dans le cadre de ce travail de recherche.

Par ailleurs, on peut voir l'effet des interactions phosphore-strontium sur les propriétés de traction des alliages II, III et IV qui contiennent sensiblement la même quantité de phosphore, soit respectivement 43 ppm, 46 ppm et 47 ppm P. En effet, la contrainte ultime et la limite d'élasticité des alliages II et IV, qui contiennent un grand excès de strontium, soit respectivement 103 ppm et 233 ppm Sr, sont relativement plus élevées que celles de l'alliage III qui ne contient que 56 ppm de Sr.

Tableau 4.7 Propriétés de traction des alliages I à IX, DP après traitements thermiques.

Alliage	Température Vieillissement	Contrainte ultime (MPa)	Limite d'élasticité (MPa)	Déformation (%)
413P	155 °C	213,83	117,59	6,42
	180 °C	208,69	115,26	5,40
	200 °C	203,14	119,57	4,13
	220 °C	195,93	120,20	3,23
	240 °C	189,08	116,64	3,43
	Après coulée	184,99	115,13	3,29
I	155 °C	200,57	111,64	4,64
	180 °C	201,04	112,06	4,71
	200 °C	204,66	111,00	6,49
	220 °C	201,35	109,44	6,82
	240 °C	195,24	107,60	7,00
	Après coulée	182,56	111,37	3,09
II	155 °C	220,61	114,17	10,76
	180 °C	217,30	113,91	11,13
	200 °C	213,69	112,72	9,18
	220 °C	201,66	112,66	5,52
	240 °C	195,07	110,32	6,41
	Après coulée	202,93	116,37	5,22
III	155 °C	207,21	115,08	5,95
	180 °C	205,35	115,22	5,40
	200 °C	201,67	112,58	6,65
	220 °C	196,92	112,64	5,98
	240 °C	190,67	112,50	5,96
	Après coulée	176,70	108,70	2,83
DP	155 °C	331,28	286,15	1,00
	180 °C	332,17	304,71	0,73
	200 °C	325,48	302,97	0,68
	220 °C	319,31	281,65	0,81
	240 °C	283,95	227,17	1,31
	Après coulée	218,96	154,37	1,26

Tableau 4.7

(Suite) Propriétés de traction des alliages I à IX et DP après traitements thermiques.

Alliage	Température Vieillissement	Contrainte ultime (MPa)	Limite d'élasticité (MPa)	Déformation (%)
IV	155 °C	225,61	116,35	12,35
	180 °C	213,49	114,88	6,57
	200 °C	212,40	114,77	8,38
	220 °C	210,99	117,02	9,00
	240 °C	200,69	109,95	10,27
	Après coulée	221,76	122,72	6,75
V	155 °C	214,65	113,47	6,36
	180 °C	215,85	113,35	8,06
	200 °C	204,72	110,89	5,97
	220 °C	213,19	114,77	8,66
	240 °C	201,95	106,71	11,94
	Après coulée	203,07	116,30	4,04
VI	Après coulée	210,17	116,90	6,52
	240 °C	179,12	102,50	10,91
VII	Après coulée	212,15	119,32	7,07
	240 °C	192,59	106,54	11,00
VIII	Après coulée	204,24	117,78	4,10
	240 °C	197,87	108,81	8,79
IX	Après coulée	204,36	113,42	4,11
	240 °C	193,85	107,09	6,70

Le tableau 4.8 montre les variations entre les valeurs des propriétés de traction de l'alliage 413P et celles des alliages de la série phosphore I à IX et DP (après traitements thermiques). Les variations de valeurs de contrainte ultime des alliages II, IV, V et DP sont positives à toutes les températures, reflétant ainsi une amélioration globale de leur contrainte ultime. Les variations de valeurs de contrainte ultime des alliages I et III sont positives à partir des températures de 200 °C et 220 °C respectivement, reflétant ainsi une amélioration globale de leur contrainte ultime au-delà de ces températures.

Les variations de valeurs de limite d'élasticité des alliages I à IX sont négatives à toutes les températures, reflétant ainsi une diminution globale de leur limite d'élasticité. Les variations de valeurs de limite d'élasticité de l'alliage DP sont positives à toutes les températures, reflétant ainsi une amélioration globale de sa limite d'élasticité.

Les variations de valeurs de l'allongement à la rupture (déformation) des alliages II et IV sont positives à toutes les températures, reflétant ainsi une amélioration globale de leur allongement à la rupture (déformation). Les variations de valeurs de l'allongement à la rupture (déformation) sont positives à partir de la température de 200 °C pour les alliages I et III, et de la température de 180 °C pour l'alliage V, reflétant ainsi une amélioration globale de leur contrainte ultime au-delà de ces températures.

Tableau 4.8 Comparaison entre les propriétés de traction des alliages I à IX, DP et l'alliage de base 413P après traitements thermiques.

Alliage	Température Vieillissement	Variation contrainte ultime (MPa)	Variation limite d'élasticité (MPa)	Variation déformation (%)
I	155 °C	-13,3	-6,0	-1,78
	180 °C	-7,7	-3,2	-0,69
	200 °C	1,5	-8,6	2,36
	220 °C	5,4	-10,8	3,59
	240 °C	6,2	-9,0	3,57
	Après coulée	-2,4	-3,8	-0,20
II	155 °C	6,8	-3,4	4,34
	180 °C	8,6	-1,4	5,73
	200 °C	10,5	-6,8	5,05
	220 °C	5,7	-7,5	2,29
	240 °C	6,0	-6,3	2,98
	Après coulée	17,9	1,2	1,93
III	155 °C	-6,6	-2,5	-0,47
	180 °C	-3,3	0,0	0,00
	200 °C	-1,5	-7,0	2,52
	220 °C	1,0	-7,6	2,75
	240 °C	1,6	-4,1	2,53
	Après coulée	-8,3	-6,4	-0,46
DP	155 °C	117,5	168,6	-5,42
	180 °C	123,5	189,5	-4,67
	200 °C	122,3	183,4	-3,45
	220 °C	123,4	161,4	-2,42
	240 °C	94,9	110,5	-2,12
	Après coulée	34,0	39,2	-2,03

Tableau 4.8

(Suite) Comparaison entre les propriétés de traction des alliages I à IX, DP et l'alliage de base 413P après traitements thermiques.

Alliage	Température Vieillissement	Variation contrainte ultime (MPa)	Variation limite d'élasticité (MPa)	Variation déformation (%)
IV	155 °C	11,8	-1,2	5,93
	180 °C	4,8	-0,4	1,17
	200 °C	9,3	-4,8	4,25
	220 °C	15,1	-3,2	5,77
	240 °C	11,6	-6,7	6,84
	Après coulée	36,8	7,6	3,46
V	155 °C	0,8	-4,1	-0,06
	180 °C	7,2	-1,9	2,66
	200 °C	1,6	-8,7	1,84
	220 °C	17,3	-5,4	5,43
	240 °C	12,9	-9,9	8,51
	Après coulée	18,1	1,2	0,75
VI	Après coulée	-3,7	-0,7	0,10
	240 °C	-29,6	-12,8	5,51
VII	Après coulée	9,0	-0,2	2,94
	240 °C	-3,3	-13,7	7,77
VIII	Après coulée	15,2	1,1	0,67
	240 °C	12,9	-6,3	5,50
IX	Après coulée	-9,5	-4,2	-2,31
	240 °C	-14,8	-8,2	1,30

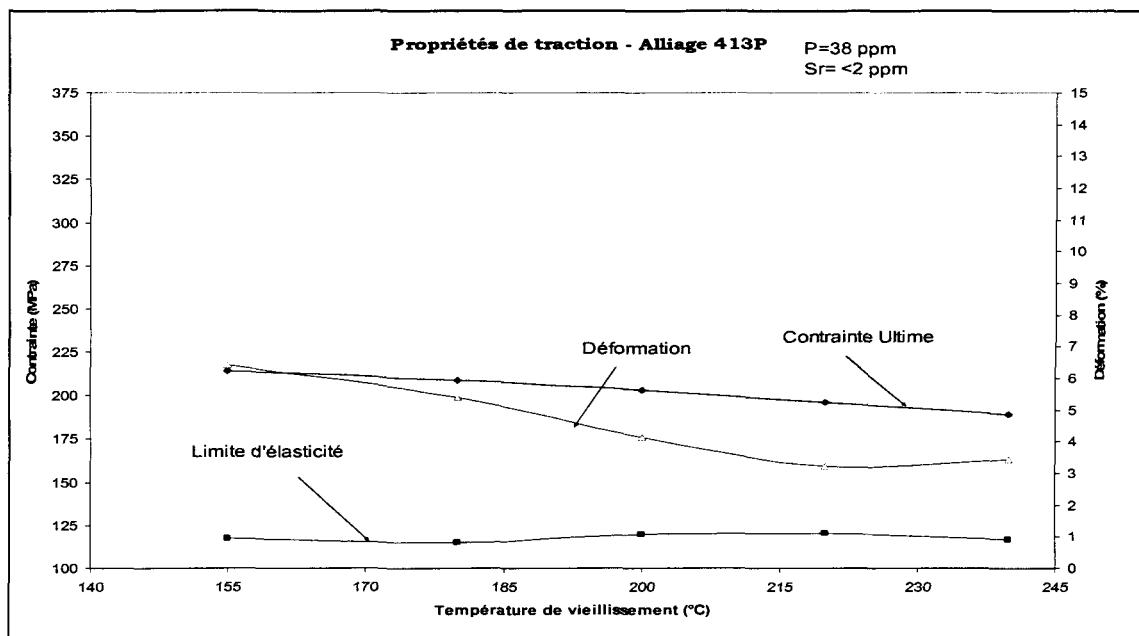


Figure 4.12 Propriétés de traction de l'alliage 413P en fonction de la température de vieillissement artificiel.

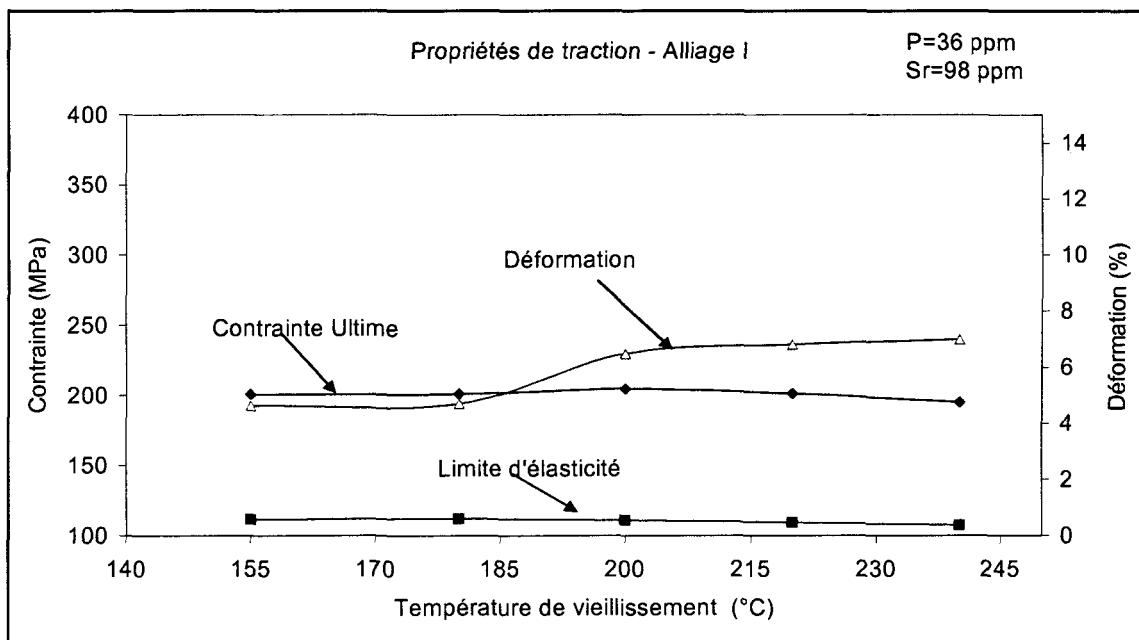


Figure 4.13 Propriétés de traction de l'alliage I en fonction de la température de vieillissement artificiel.

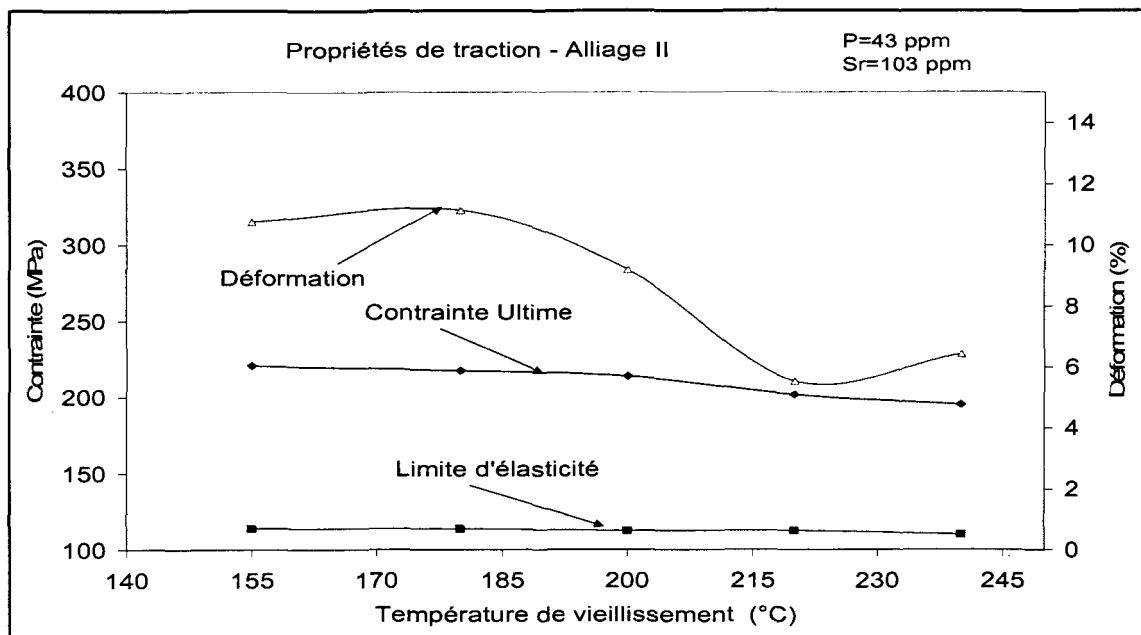


Figure 4.14 Propriétés de traction de l'alliage II en fonction de la température de vieillissement artificiel.

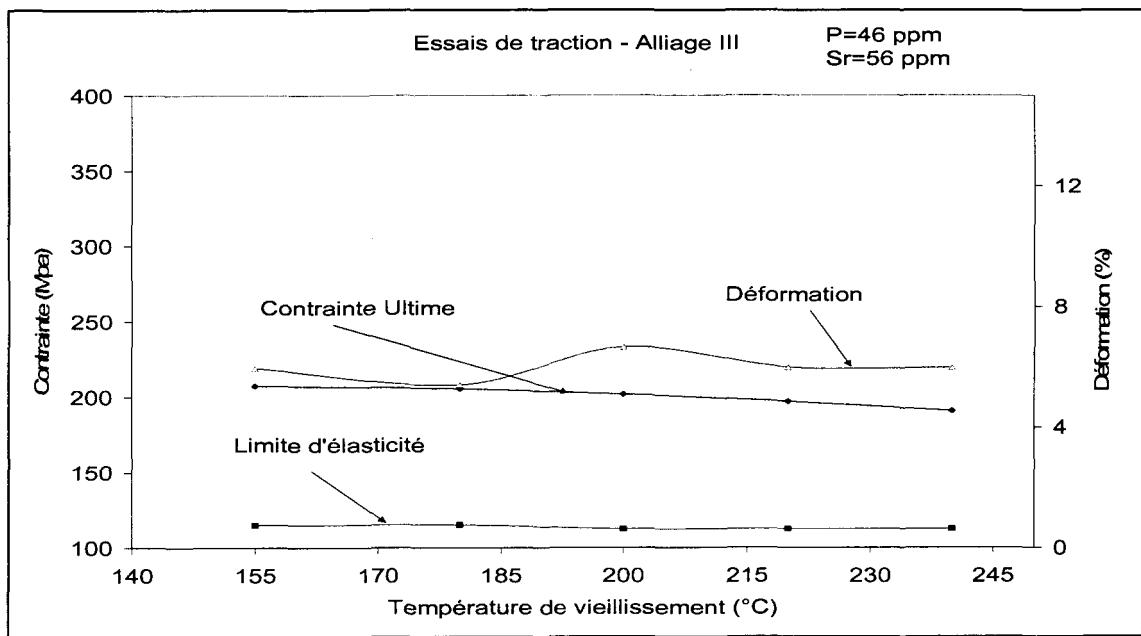


Figure 4.15 Propriétés de traction de l'alliage III en fonction de la température de vieillissement artificiel.

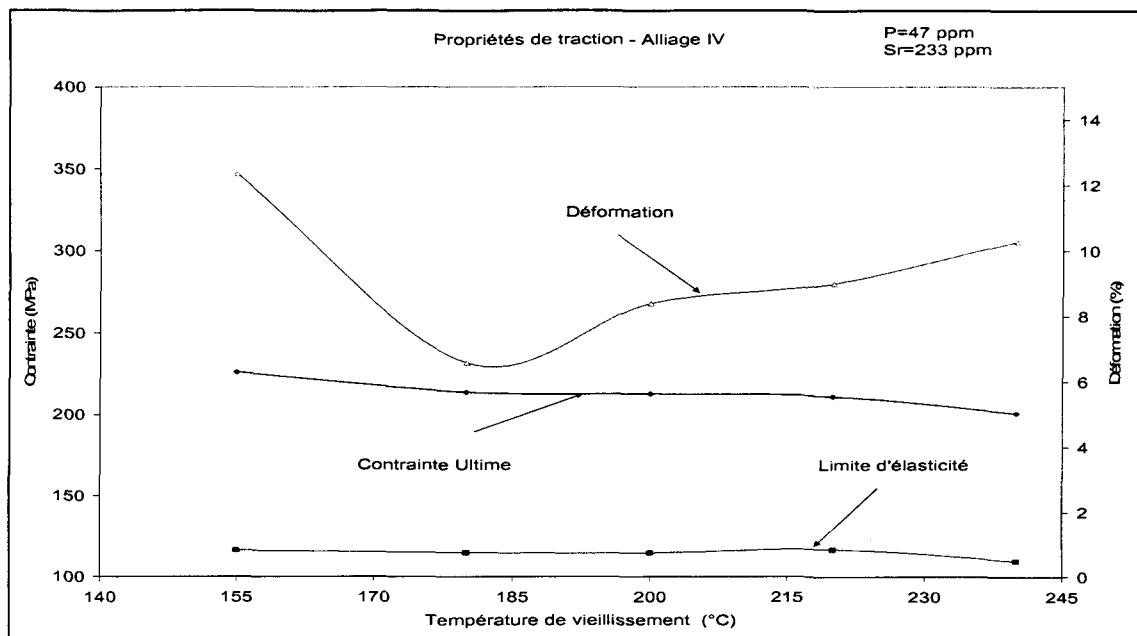


Figure 4.16 Propriétés de traction de l'alliage IV en fonction de la température de vieillissement artificiel.

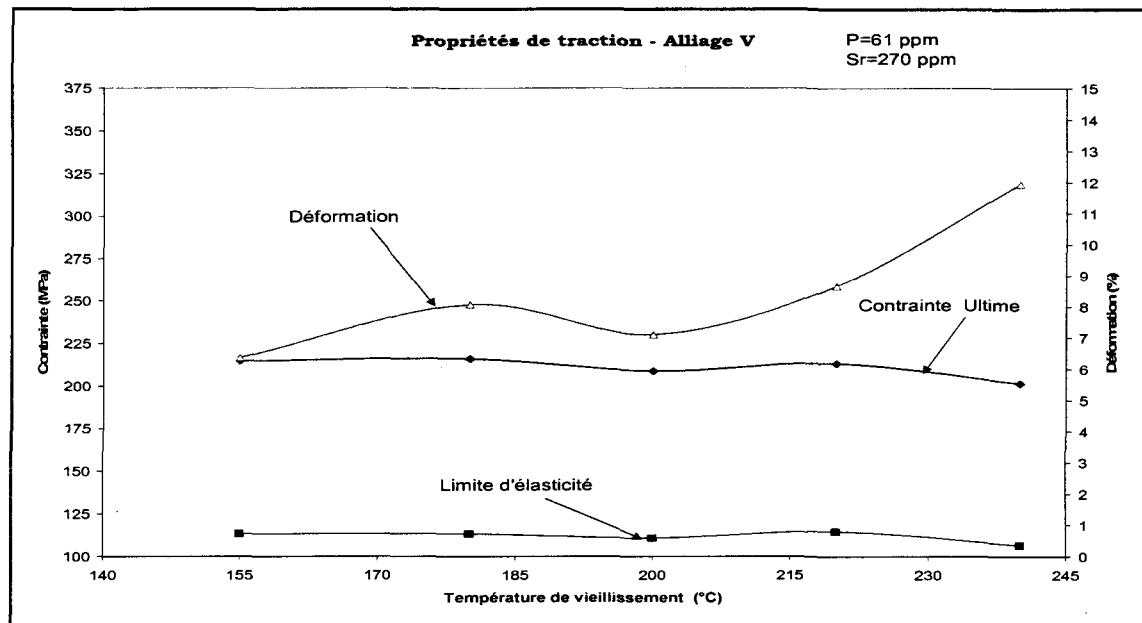


Figure 4.17 Propriétés de traction de l'alliage V en fonction de la température de vieillissement artificiel.

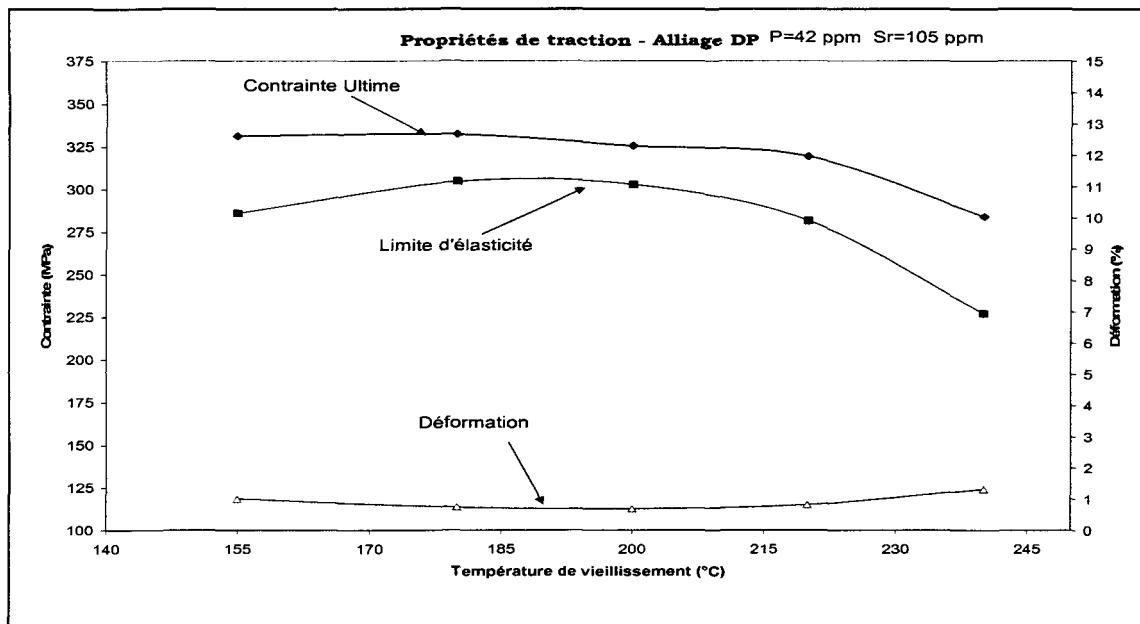


Figure 4.18 Propriétés de traction de l'alliage DP en fonction de la température de vieillissement artificiel.

## **CHAPITRE 5**

## **CONCLUSIONS**

## **CHAPITRE 5**

## **CONCLUSIONS**

Sur la base des résultats obtenus concernant les changements de microstructure et les variations dans les propriétés de traction des alliages aluminium-silicium eutectiques Al-11,3%Si 413.0 modifiés au Sr; suite à l'ajout d'éléments alliés, notamment les Mg, Cu, Ag, Ni, Zn, Ce, La et P, et à l'application des traitements thermiques de mise en solution, trempe et vieillissement artificiel, les conclusions suivantes peuvent être tirées sur les effets des éléments alliés et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages :

### **5.1 MICROSTRUCTURE**

1. L'ajout des éléments alliés Ag, Ni, Ce, La et Zn à l'alliage de base 413 modifié au Sr contenant ~2,3%-2,8% Cu et ~0,33%-0,45% Mg (alliages E, F, G et H) améliore le processus de modification. L'argent (Ag) augmente d'avantage la densité des particules de silicium (Si) que ne le font les éléments alliés Ce, La, Ni et/ou Zn, indiquant l'effet plus prononcé de Ag sur le raffinage des particules de Si.

2. La combinaison de l'alliage eutectique Al-11,3%Si avec ~0,9% Ni et ~2,6% Cu, produit des composés intermétalliques à composants multiples incluant  $\text{Al}_{11}(\text{MnFeNiCu})_4\text{Si}$ ,  $\text{Al}_{12}(\text{CrMnFeNiCu})_3\text{Si}_2$  (normalement classé en tant que type d'intermétallique  $\alpha$ - $\text{Al}_{12}$  Fe) et  $\text{Al}_3\text{NiCu}$ , des phases apparaissant toutes sous la forme de scripts chinois. De plus, un champs d'intermétalliques Al-Ni-Cu est aussi formé avec des ratios variables de Al:Ni:Cu et Al<sub>2</sub>(Cu, Ni). Tout le cuivre résiduel précipite en tant que phase  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , principalement en forme de bloc.
3. L'ajout de Zn jusqu'à 2,2%-2,4% ne mène pas à la formation de composés dans les conditions après coulée. Le Zn est ségrégué aux frontières des cellules de dendrites  $\alpha$ -Al. L'ampleur de la ségrégation est déterminée par les conditions de solidification de l'alliage.
4. La phase  $\beta$ - $\text{Al}_5\text{FeSi}$  ne contient pas de Cu, mais peut contenir des traces négligeables de Ni (< 0,66% atomique ou 1,22% en poids).
5. L'ajout de Mg, Cu, Ag, Ni et Zn à l'alliage 413.0 de base modifié au Sr, individuellement ou en combinaison, réduit l'effet de modification du strontium.

## 5.2 PROPRIÉTÉS DE TRACTION

1. L'ajout d'éléments alliés, notamment les Mg, Cu, Ag, Ni, Zn, Sr, Ce et La, résulte en une augmentation des valeurs de contrainte ultime et de limite d'élasticité et en une diminution des valeurs de déformation de l'alliage de base 413.0, suite aux traitements thermiques de mise en solution, trempe et vieillissement artificiel.

2. Les valeurs de contrainte ultime et de limite d'élasticité atteignent un maximum à la température de vieillissement de 180 °C pour tous les alliages de la série A à H. Ce qui peut s'expliquer par les changements de microstructure de ces alliages, dont les particules de silicium sont sous-modifiées aux températures inférieures à 180 °C, et sur-modifiées à celles excédant 180 °C. Il est à noter que, pour l'alliage A, les valeurs de limite d'élasticité à 180 °C sont très voisines de celles à 200 °C.
3. La contrainte ultime et la limite d'élasticité des alliages II et IV, qui contiennent un excès important de strontium (respectivement 103 ppm et 233 ppm Sr), sont relativement plus élevées que celles de l'alliage III qui ne contient que 56 ppm de Sr. Ceci se produit en raison de l'effet des interactions phosphore-strontium sur les propriétés de traction des alliages II, III et IV, qui contiennent sensiblement la même quantité de phosphore (respectivement 43 ppm, 46 ppm et 47 ppm P).
4. Tous les alliages modifiés au Sr auxquels du phosphore (P) a été ajouté, possèdent des valeurs de déformation de l'ordre de 4 à 12%, ce qui est bien supérieur à la déformation minimale de 2% ciblée pour l'alliage de base 413.0 modifié au Sr.
5. Tous les alliages modifiés au strontium montrent des valeurs élevées de contrainte ultime, de limite d'élasticité et de ductilité, en raison du changement de morphologie des particules de silicium eutectiques, à partir d'une forme grossière de flocon jusqu'à une forme fibreuse fine.

## **RECOMMANDATIONS**

## RECOMMANDATIONS

Suite aux résultats obtenus dans ce mémoire, on peut recommander d'entreprendre une étude plus élaborée sur l'effet des éléments alliés Sr, Mg, Cu, Ag, Ni, Zn, Ce, La et P et des traitements thermiques de mise en solution, trempe et vieillissement artificiel sur les propriétés de résistance en fatigue, d'usinabilité et d'impact des alliages aluminium-silicium eutectiques Al-11,3%Si 413.0, afin de permettre un choix judicieux de matériaux dans les applications automobiles. En ce qui a trait à la fatigue, on pourrait également traiter de l'incidence de la porosité sur l'initiation et la propagation des fissures.

D'autre part, un projet de recherche consécutif à ce travail a été entrepris. Il consiste à étudier l'effet de traitements thermiques spécifiques sur les propriétés mécaniques des alliages A à H et 413.0. Ces traitements thermiques sont effectués selon différents modes : deux modes de mise en solution, l'un étant sur une période de 4 heures et l'autre de 24 heures; quatre modes de trempe, chacun utilisant un médium de refroidissement différent : air, eau, jets d'eau chaude et jets d'eau froide; et trois modes de vieillissement artificiel, chacun étant effectué à une température différente : 155 °C, 180 °C et 240 °C.

## **BIBLIOGRAPHIE**

## BIBLIOGRAPHIE

1. J.M. Dorlot, J.P. Baillon et J. Masounave, *Des Matériaux*, Édition de l'École Polytechnique de Montréal, 1986, 467 p.
2. L.F. Mondolfo et O. Zmeskal, *Engineering Metallurgy*, McGraw-Hill, 1955.
3. R.F. Smart, "Metallurgical aspects of aluminium-silicon eutectic alloys", *The British Foundryman*, novembre 1971, pp. 430-446.
4. J. Paul et H.E. Exner, "Microstructure and mechanical properties of the age-hardening eutectic aluminum-silicon alloy G-AlSi12(CuMgNi)", *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 81, no. 11, 1990, pp. 816-825.
5. M. Murayama, K. Hono, W.F. Miao et D.E. Laughlin, "The effect of Cu additions on the precipitation kinetics in an Al-Mg-Si alloy with excess Si", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32A, février 2001, pp. 239-246.
6. M.A. Moustafa, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra, "Effect of Mg and Cu additions on the microstructural characteristics and tensile properties of Sr-modified Al-Si eutectic alloys", *International Journal of Cast Metals Research*, 2002, vol. 14, pp. 235-253.
7. J.E. Gruzleski et B.M. Closset, *The Treatment of Liquid Aluminum-Silicon Alloys*, American Foundrymen's Society Inc., Des Plaines, IL, 1990, pp. 142-164.
8. P. Ouellet et F.H. Samuel, "Effect of Mg on ageing behaviour of Al-Si-Cu 319 type aluminum casting alloys", *Journal of Materials Science*, vol. 34, 1999, pp. 4671-4697.
9. John E. Hatch (ed.), *Aluminum - Properties and Physical Metallurgy*, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984, pp. 84-115.
10. John A. Vaccari, "Optimizing Al-Si-Mg Castings", *American Machinist*, vol. 125, août 1981, pp. 122-126.
11. F. Paray et J.E. Gruzleski, "Effect of modification on aluminum matrix of Al-Si-Mg alloys", *Materials Science and Technology*, 1994, pp. 757-761.
12. L.M. Hogan, K.F. Kobayashi et M. Shamsuzzoha, "Discussion of the mechanism of silicon modification in aluminum-silicon alloys", *Metallurgical Transactions A*, vol. 20A, juillet 1999, pp. 186-1290.
13. S.M. D. Glenister et R. Elliot, "Strontium modification of Al-12.7wt%Si alloys", *Metal Science*, vol. 15, no. 4, avril 1981, pp. 181-184.

14. Y. Shimizu, Y. Kato, S. Hashimoto et N. Tsuchiya, "Modification of hypereutectic Al-Si alloys by simultaneous addition of phosphate flux and sodium halide flux", *Journal of Japan Institute of Light Metals*, vol. 34, no. 12, 1984, pp. 682-688.
15. Y. Tsumura, A. Sakakibara, K. Toyoda et M. Ishikawa, "On the mechanism of incubation period of modification effect on Al-Si alloy", *Journal of Japan Institute of Light Metals*, vol. 30, no. 5, 1980, pp. 239-245.
16. H. Liangyu, W. Yucong, Z. Chunquan et D. Wenjiang, "Influence of additive Sr or Sb on modification of Al-Si alloys", *Advanced Casting Technologies*, vols. 12-14, novembre 1986, pp. 187-195.
17. W. Wang et J.E. Gruzleski, "Modification of Al-7Si-0.3Mg alloy by sodium and strontium in presence of antimony", *Materials Science and Technology*, vol. 5, mai 1989, pp. 471-475.
18. H.J. Li, S. Shivkumar, X.J. Luo et D. Apelian, "Influence of modification on the Solution heat treatment response of cast Al-Si-Mg Alloys", *Cast Metals*, vol. 1, no. 4, 1989, pp. 227-234.
19. F. Paray et J.E. Gruzleski, "Microstructure-mechanical property relationships in a 356 alloy, Part 1: Microstructure", *Cast Metals*, vol. 7, no. 1, 1994, pp. 29-40.
20. F.L. Arnold et J.S. Prestley, "Hypereutectic aluminum-silicon casting alloys phosphorus refinement", *AFS Transactions*, vol. 69, 1961, pp. 129-137.
21. K. Oka et M. Yoshida, "Refinement of primary silicon of hypereutectic Al-Si alloy in DC continuous casting", *Sumitomo Light Metals Technical Reports*, vol. 28, no. 1, 1987, pp. 1-6.
22. S. Ghosh et W.J. Mott, "Some Aspects of Refinement of Hypereutectic Aluminum-Silicon Alloys", *AFS Transactions*, vol. 27, 1964, pp. 721-731.
23. J.C. Weiss et C.R. Loper, Jr., "Primary Silicon in Hypereutectic Aluminum-Silicon Casting Alloys", *AFS Transactions*, vol. 95, 1987, pp. 51-62.
24. A.J. Clegg et A. A. Das, "The influence of structural modifiers on the refinement of the primary silicon in a hypereutectic aluminium silicon alloy", *The British Foundryman*, vol. 70, 1977, pp. 56-63.
25. A.P. Bates et D. S. Calvert, "Refinement and foundry characteristics of hypereutectic aluminum-silicon alloys", *The British Foundryman*, vol. 59, mars 1966, pp. 119-133.
26. Y.P. Telang, "Process Variables in Al-21 Si Alloys Refinement", *Modern Casting*, vol. 43, 1963, pp. 232-240.
27. S. Takemoto, H. Takeuchi, S. Uchida et M. Sugiyama, "Refining of Primary Silicon Crystals in Al-20%Si Alloys by Addition of Diphosphorous Pentasulfide and Sodium Chloride", *Imono*, vol. 53, no. 10, 1981, pp. 570-575.

28. Y. Shimizu, T. Matsumori, M. Kato et M. Satoh, "Effect of phosphate flux and sulphur additions on refinement of primary silicon crystals in hypereutectic Al-Si casting alloys", *Journal of Japan Institute of Light Metals*, vol. 37, no. 8, 1987, pp. 517-523.
29. E. Kato, H. Nomura, N. Oshiro, "Effect of phosphorus on solidified structure of hypoeutectic Al-Si alloys", *Journal of Japan Institute of Light Metals*, vol. 47, no. 12, 1997, pp. 667-671.
30. G.A. Colligan et M.A. Gunes, "Some Experimental Observations of Al-Si Hypereutectic Alloys", *AFS Transactions*, vol. 81, 1973, pp. 359-365.
31. S. Tripkovic, S. Markovic, S. Matijasevic, B. Jordovic et M. Martinovic, "A Study of the Use of Secondary Silumin in the Production of Castings for the Automobile Industry" *Cast Metals*, vol. 4 no. 1, 1991, pp. 25-30.
32. R. Sharan, "Influence of the rare earth additions on the machinability and mechanical properties of aluminium alloys", *International Foundry Congress*, Liege, Belgique, 1974, pp. 1-14.
33. J. M. Mahajan et R. Sharan, "Effects of misch metal additions on the machinability and mechanical properties of aluminium alloys", *Transactions of the Indian Institute of Metals*, septembre 1966, pp. 135-140.
34. F. Pan, D.V. Edmonds et X. Yang, "Effect of rare earth additions on the as-cast microstructure and intermetallic compounds in commercial purity aluminum", *Proc. Intl. Symposium on "Advances in Production and Fabrication of Light Metals and Metal Matrix Composites"*, The Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, Montréal 1992, pp. 361-369.
35. R. Sharan et N.P. Saksena, "Rare earth additions to aluminum silicon alloys", *Castings*, 1978, pp. 37-41.
36. B.J. Ye, C.R. Loper Jr., D.Y. Lu et C.S. Kang, "An assessment of the role of rare earth metals in the eutectic modification of cast aluminum-silicon alloys", *AFS Transactions*, vol. 93, 1985, pp. 533-544.
37. Y. Chen, Q. Li et Z. Jiang, "Influence of cerium and mishmetals on the hardness and brightness of Al-Mg-Si alloys", *Journal of the Less Common Metals*, vol. 110, 1985, pp. 175-178.
38. M. Ravi, U.T.S. Pillai, B.C. Pai, A.D. Damodaran et E.S. Dwarakadasa, "A study of the influence of mishmetals additions to Al-7Si-.3Mg (LM 25/356) alloy", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27A, mai 1996, pp. 1283-1292.
39. J. Chang, I. Moon et C. Choi, "Refinement of cast microstructure of hypereutectic Al-Si alloys through the addition of rare earth metals", *Journal of Materials Science*, vol. 33, 1998, pp. 5015-5023.

40. C. Zhanyi, S. Daren, D. Weixi et Z. Junjie, "The modification effect of pressure and rare earth element on the iron-rich phase in Al-Si-Cu-Mg alloy", pp. 312-314.
41. B. Grieb, "The Al-Ce-Fe system (aluminum-cerium-iron)", *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, vol. 10, no. 6, 1989, pp. 669-671.
42. C. A. Hampel, *Rare Metals Handbook*, Reinhold Publishing Corporation, London, 1961, pp. 393-414.
43. R. Sharan et N.P. Saksena, "Rare Earth Additions as Modifiers of Aluminum-Silicon Alloys", *AFS International Cast Metals Journal*, 1978, pp.29-33.
44. S. N. Prasad et R. Sharan, "Rare-earth additions as modifier to hypereutectic aluminum-silicon alloys", *Indian Foundry Journal*, vol. 31, no. 6, 1985, pp. 15-18.
45. R. Sharan et T.R. Anantharaman, "Modification of aluminum-silicon alloys by misch metal additions", *Current Science*, vol. 36, no. 21, novembre 1967, pp. 568-570.
46. C.W. Meyers, "Solution Heat Treatment Effects on Ultimate Tensile Strength and Uniform Elongation in A357 Aluminum Alloys", *AFS Transactions*, vol 94, 1986, pp. 511-518.
47. N. Crowell et S. Shivkumar, "Solution Treatment Effects in Cast Al-Si-Cu Alloys", *AFS Transactions*, vol. 103, 1995, pp. 721-726.
48. C. W. Meyers, "Solution Heat Treatment Effects in A357 Alloys", *AFS Transactions*, vol. 93, 1985, pp. 741-750.
49. K. Mizuno, E. Fan, Y. Komamura, N. Yokota, S. Furutani et T. Fukosako, "Influence of solution treatment T6 on mass effect of cylindrical aluminum alloy casting", *Environmental and Energy Efficient Heat Treatment Technologies*, vol. 672, 1993, pp. 109-118.
50. L. Pederson et L. Arnberg "The effect of solution heat treatment and quenching rates on mechanical properties and microstructures in AlSiMg foundry alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32A, mars 2001, pp. 525-532.
51. G.E. Totten et D.S. Mackenzie, "Aluminum quenching technology: A review", *Materials Science Forum*, vols. 331-337, 2000, pp. 589-594.
52. G.W. Lorimer et R.B. Nicholson, "The mechanism of phase transformations in crystalline solid", Conference Process, 1968, pp. 36-42.
53. *Metals Handbook, Ninth Edition*, American Society for Metals, Metals Park, OH, 1979, pp. 220-232.
54. C.W. Meyers, K.H. Hinton et J.S. Chou, "Toward the optimization of heat treatment in alumunium alloys", *Materials Science Forum*, vols. 102-104, 1992, pp. 75-84.

55. W.F. Miao et D.E. Laughlin, "Effects of Cu content on pre-aging and precipitation characteristics in Aluminum Alloy 6022", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 31A, février 2000, pp. 361-371.
56. M. Tamizifar et G. Lorimer, "Aluminum Alloys: Their Physical and Mechanical Properties", *Proc. 3<sup>rd</sup> Int. Conf. on Aluminium Alloys*, vol. 1, 1992, pp. 220-225.
57. T. Sakurai et T. Eto, "Aluminum Alloys: Their Physical and Mechanical Properties", *Proc. 3<sup>rd</sup> Int. Conf. on Aluminium Alloys*, vol. 1, 1992, pp. 208-213.
58. M.S. Misra et K.J. Oswalt, "Aging Characteristics of Titanium-Refined A356 and A357 Aluminum Castings", *AFS Transactions*, vol. 90, 1982, pp. 1-10.
59. D. Mitlin, V. Radmilovic, U. Dahmen et J.W. Morris Jr., "Precipitation and ageing in Al-Si-Ge-Cu", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32A, 2001, pp. 197-199.
60. S. Murali, K.S. Raman et K.S.S. Murthy, "Effect of iron impurity and a Cd trace addition on the delayed ageing of Al-7Si-.3Mg casting alloy", *Cast Metals*, vol. 4, no. 1, 1991, pp. 31-36.
61. S. Fujiki, M. Tsukuda, S. Koike et I. Fukui, "Effect of two-step ageing on mechanical properties of Al-7%-Mg casting alloys", *Journal of Japan Institute of Light Metals*, vol. 33, no. 12, 1983, pp. 712-717.
62. J. Lackner et N. Sillinger, "Effect of Fe on ageing of AlSi8Cu3 alloys", *Key Engineering Materials*, vols. 44-45, 1990, pp. 365-371.
63. S.L. Backerud et G.K. Sigworth, "Recent Developments in Thermal Analysis of Aluminum Casting Alloys", *AFS Transactions*, vol. 97, 1989, pp. 459-464.
64. L. Backerud, G. Chai et J. Tamminen, "Solidification Characteristics of Aluminum Alloys, Vol. 2: Foundry Alloys", AFS/SKANALUMINIUM, Des Plaines, IL, U.S.A., 1990, pp. 223-229.
65. Shu-Zu Lu et A. Hellawell, "Modification of Al-Si Alloys: Microstructure, Thermal Analysis, and Mechanisms", *JOM*, février 1995, pp. 38-40.
66. J. Moulin et D. Adenis, "Contribution à l'étude de la microstructure de l'alliage d'aluminium résistant à chaud A-U2GN", *Mémoires Scientifiques -Revue Métallurgique*, vol. 65, no. 6, 1968, pp. 505-519.
67. J.F. Mondolfo, "Aluminum Alloys: Structure and Properties", Butterworth and Co., London, 1976.
68. J.E. Hatch (ed.), "Aluminum: Properties and Physical Metallurgy", American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984, pp. 224-240.
69. M.M. Haque, G.H.J. Bennett et V. Kondic, *Foundry Trade Journal*, vol. 24, 1983, pp. 387-390.

86. S. Venkateswaran, R.M. Mallya et M.R. Seshadri, "Effect of Trace Elements on the Fluidity of Eutectic Al-Si Alloy Using the Vacuum Suction Technique", *AFS Transactions*, vol. 94, 1986, pp. 701-708.
87. S. Floreen et D.V. Ragone, *AFS Transactions*, vol. 65, 1957, pp. 391-393.
88. J.E. Gruzleski et B.M. Closset, *The Treatment of Liquid Aluminum-Silicon Alloys*, The American Foundrymen's Society, Inc., Des Plaines, IL, U.S.A., 1990, pp. 92-93.
89. A.T. Joenoes et J.E. Gruzleski, "Magnesium Effects on the Microstructure of Unmodified and Modified Al-Si Alloys", *Cast Metals*, vol. 4, no. 2, 1991, pp. 62-71.
90. R.E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*, Van Nostrand Co., New York, 1973, pp. 220-236.
91. J.G. Barlock et L.F. Mondolfo, "Structure of Some Aluminum-Iron-Magnesium-Manganese-Silicon Alloys", *Zeitschrift fur Metallkunde*, vol. 60, 1975, pp. 605-608.
92. A.M. Samuel, F.H. Samuel, C. Villeneuve, H.W. Doty et S. Valtierra, "Effect of trace elements on  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi characteristics, porosity and tensile properties of Al-Si-Cu (319) cast alloys", *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 14, 2001, pp. 97-120.
93. S. Murali, K.S. Raman et K.S.S. Murthy, "The formation of  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi and Be-Fe phases in Al-7Si-0.3Mg alloy containing Be", *Materials Science and Engineering A*, vol. A190, 1995, pp. 165-172.
94. S. Murali, A. Trivedi, K.S. Shamanna et K.S.S. Murthy, "Effect of Iron and Combined Iron and Beryllium Addition on the Fracture Toughness and Microstructures of Squeeze-Cast Al-7Si-0.3Mg Alloy", *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 5, no. 4, 1996, pp. 462-468.
95. Max Hansen, *Constitution of Binary Alloys*, Second Edition, McGraw-Hill Book Co., Inc, New York, 1958, pp. 84-88.
96. F.H. Samuel, A.M. Samuel et H.W. Doty, "Factors Controlling the Type and Morphology of Copper-Containing Phases in 319 Aluminum Alloy", *AFS Transactions*, vol. 104, 1996, pp. 893-901.
97. T-S. Shih et F-S. Shih, *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 10, 1998, pp 273.
98. A.M. Samuel, P. Ouellet, F.H. Samuel et H.W. Doty, "Microstructural Interpretation of Thermal Analysis of Commercial 319 Aluminum Alloy With Mg and Sr Additions", *AFS Transactions*, vol. 105, 1997, pp. 951-962.

99. H. De la Sablonnière et F. H. Samuel, "Solution Heat Treatment of 319 Aluminium Alloy Containing ~0.5 wt% Mg-(0-0.02) wt% Sr Casting Alloys: Part I – Solidification and Tensile Properties", *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 9, 1996, pp. 195-211. (Part II – Microstructure and Fractography, pp. 213-225).
100. P. Ouellet, F.H. Samuel, D. Gloria et S. Valtierra, "Effect of Mg content on the dimensional stability and tensile properties of heat treated Al-Si-Cu (319) type alloys", *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 10, 1997, pp. 147-157.