

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI

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

PAR
HICHAM TAHIRI

LES EFFETS DES PARAMÈTRES MÉTALLURGIQUES SUR LES
CARACTÉRISTIQUES DES INTERMÉTALLIQUES DE FER ET SUR
LA PHASE SILICIUM EUTECTIQUE DANS LES ALLIAGES
Al-Si-Cu (319)

JUILLET 2003



Mise en garde/Advice

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

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

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

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

RÉSUMÉ

L'alliage hypoeutectique A319 est largement utilisé dans l'industrie de l'automobile grâce à son excellent rapport poids/résistance, à sa facilité de mise en forme et à sa bonne résistance à la corrosion. Ce présent travail a été effectué afin de déterminer les effets de divers paramètres métallurgiques sur les caractéristiques des intermétalliques de fer et sur la phase silicium eutectique dans les alliages Al-Si-Cu (319). Parmi ces paramètres, on cite la surchauffe (950 °C), la surmodification par le strontium (Sr), l'interaction entre le strontium (agent de modification) et le phosphore (agent d'affinage de silicium primaire) et l'addition de $TiAl_3$.

Concernant les essais mécaniques, seules les éprouvettes préparées à 750 °C ont été réalisées. La coulée à haute température (950 °C) était difficile à cause de l'échappement du métal liquide à travers les fermetures du moule. L'analyse de ces essais mécaniques ont prouvé l'effet anormal du phosphore sur la limite ultime (L.U) et sur la limite élastique (L.É). Cet effet s'explique par des réactions entre le strontium et le phosphore produisant, par conséquent, des composés complexes.

La surchauffe a entraîné une augmentation de la surfusion : les alliages coulés à basse température (750 °C) ont montré 1.25 °C de surfusion moyenne et ceux qui sont coulés à haute température (950 °C) en ont montré 3 °C. La surchauffe seule n'a pas prouvé un changement apparent sur la taille des plaquettes de la phase β - Al_5FeSi . L'addition du fer a provoqué un raffinement des particules eutectiques de silicium suite au site de nucléation de la phase β - Al_5FeSi .

En l'absence de phosphore (P), la modification au strontium a été remarquable pour des quantités allant de 100 à 120 ppm Sr. Pour aboutir à une modification convenable en présence de phosphore, des quantités en strontium supérieures à 200 ppm sont exigées, afin de neutraliser la désactivation par le phosphore.

La surmodification au strontium (Sr) a mené à la formation de la phase Al_2SrSi_2 , dont la forme est polyédrique. La précipitation de cette phase se produit sur un intervalle de température s'étalant dès avant le développement du réseau dendritique jusqu'à la fin de la solidification. Dans tous les cas, la modification du silicium eutectique n'a pas été influencée par la précipitation du strontium sous forme Al_2SrSi_2 . Une dose excessive en strontium a déstabilisé la phase β - Al_5FeSi et l'a laissée former à haute température.

La quantité du phosphore a été exagérée (600 ppm) afin qu'il soit détecté par la sonde électronique utilisée dans ce travail. En effet, en l'absence de strontium et avec l'augmentation de la température du métal liquide à 950 °C, le phosphore se précipite sous forme d'oxydes de type $(Al,P)O_2$ agissant comme site de nucléation pour les aiguilles de la phase β - Al_5FeSi .

Des composés complexes P-Sr sont formés lorsque le phosphore est ajouté à l'alliage A319 modifié par le strontium. À l'aide de la technique de spectrométrie des rayons-X par longueurs d'ondes, la formule approchée de ces composés est de la forme $(Al,P,Sr)_2O_5$. Ces composés réduisent d'une manière significative l'efficacité de strontium comme agent de modification. En présence de phosphore, et pour aboutir à une structure convenable de l'alliage, une quantité de strontium supérieure à 200 ppm est exigée. Ce dernier est principalement concentré dans les particules eutectiques de silicium.

L'addition du titane d'aluminium $TiAl_3$ à l'alliage A319 a mené à la précipitation de plaquettes épaisses dont la nature est $Ti(Al, Si)_3$, et a laissé solidifier la phase dendritique α -Al et la phase β - Al_5FeSi à des températures anormalement. Ces plaquettes sont de grande taille puisque leur température de formation est ~ 740 °C. Au moyen de spectrométrie des rayons-X par longueurs d'ondes, la formule suggérée de la phase riche en titane fut identifiée. La précipitation des plaquettes de $Ti(Al, Si)_3$, agissant comme site de nucléation, a causé un raffinement des aiguilles de la phase β - Al_5FeSi .

PUBLICATIONS

Trois articles de recherche sont préparés de ce travail pour soumission aux journaux International Journal of Cast Metals Research et Journal of Materials Science. Les titres de ces articles sont fournis ci-dessous. Le troisième article sera également donné sous forme de présentation au congrès annuel de l'American Foundry Society à Rosemont, IL, aux États-Unis en juin 2004.

1. Effets de la surchauffe et de l'interaction Sr-P sur la température de formation des phases α -Al, β -Al₅FeSi et silicium eutectique dans les alliages Al-Si-Cu (319) contenant du fer.
H. Tahiri, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra.
Int. J. Cast Metals Research (2003), préparé pour soumission.

2. Effets de la surchauffe, du titane d'aluminium TiAl₃, de la surmodification par le strontium et de l'interaction Sr-P sur les intermétalliques de fer dans les alliages Al-Si-Cu (319).
H. Tahiri, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra.
Int. J. Cast Metals Research (2003), préparé pour soumission.

3. Effets de la surmodification et de l'interaction Sr-P sur la phase silicium eutectique dans les alliages Al-Si-Cu (319).
H. Tahiri, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra.
Journal of Materials Science (2003), préparé pour soumission.

Conférence

1. Effects of superheat, grain refining, Sr overmodification and Sr-P interaction on the iron intermetallics in Al-Si-Cu 319 type alloys.
H. Tahiri, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra.
Pour présentation au congrès annuel de l'AFS « *108th Metalcasting Congress* », June 12-15, 2004, Rosemont, IL.

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer mes remerciements à M. F.H. Samuel, professeur à l'Université du Québec à Chicoutimi et titulaire de la chaire industrielle « Technologie avancée des métaux légers pour les applications automobiles », pour son appui et ses judicieux conseils durant ce travail de recherche.

Je remercie également MM. Alain Bérubé et Régis Boucher pour leur travail de fonderie et pour la réussite des expériences. J'exprime aussi ma reconnaissance à Mme A.M. Samuel et M. M. Mustapha pour leurs conseils précieux dans l'utilisation de l'analyseur d'images de type Leco 2001. Je remercie aussi M. Lang Shi (laboratoire des microanalyses, sciences de la terre et des planètes), de l'université McGill, pour l'analyse des alliages au moyen de la microsonde électronique.

Je souhaite exprimer toute ma gratitude aux organismes promoteurs de ce projet de recherche: le Conseil de Recherche en Sciences Naturelles et Génie du Canada (CRSNG), la Fondation de l'Université du Québec à Chicoutimi (FUQAC) et le Centre Québécois de Recherche et de Développement de l'Aluminium (CQRDA). Je tiens à remercier finalement la corporation General Motors (USA et Canada) et la corporation Nemak (Mexique).

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉi
PUBLICATIONSiii
REMERCIEMENTSiv
TABLE DES MATIÈRESv
LISTE DES FIGURESix
LISTE DES TABLEAUXxv

CHAPITRE I

INTRODUCTION

1.1 INTRODUCTION2
1.2 OBJECTIFS4

CHAPITRE II

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1 INTRODUCTION7
2.2 PHASES INTERMÉTALLIQUES DE FER DANS LES ALLIAGES	
Al-Si8
2.2.1 Analyse des principales phases intermétalliques9
2.2.2 Morphologie des intermétalliques13
2.2.3 Diagrammes d'équilibre17
2.2.3.1 Système Al-Si17
2.2.3.2 Système Al-Fe18

2.2.3.3 Système Al-Fe-Si	19
2.2.3.4 Système Al-Cu	20
2.2.3.5 Système Al-Mg	21
2.2.4 Formation des intermétalliques	22
2.2.4.1 Effet du taux de refroidissement	22
2.2.4.2 Effet de la composition chimique	23
2.2.4.3 Effet des rapports stœchiométriques	24
2.3 MODIFICATION/NEUTRALISATION DES INTERMÉTALLIQUES	24
2.3.1 Solidification rapide	24
2.3.2 Effet du strontium	25
2.3.2.1 Effet sur le silicium	26
2.3.2.2 Effet sur les intermétalliques	30
2.3.2.3 Effet sur les porosités	32
2.3.3 Effet du phosphore	32
2.3.4 Influence des éléments d'alliages	35
2.3.4.1 Influence du manganèse	35
2.3.4.2 Influence du beryllium	36
2.3.4.3 Influence du magnésium	37
2.3.5 Traitement thermique hors équilibre	37
2.3.6 Surchauffe	44
2.3.6.1 Effet de l'histoire thermique et le temps de maintien	46
2.3.6.2 Effet de la surchauffe sur les propriétés mécaniques	47

CHAPITRE III

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

3.1 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS	50
3.1.1 Alliage de base	50
3.1.2 Analyse thermique	50

3.1.3 Préparation des éprouvettes de traction	54
3.2 TRAITEMENT THERMIQUE	56
3.3 ESSAIS DE TRACTION	58
3.4 MÉTALLOGRAPHIE	58
3.4.1 Analyse de la phase silicium eutectique	59
3.4.2 Analyse de la phase β -Al ₅ FeSi	59

CHAPITRE IV

MESURE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES PAR ESSAIS DE TRACTION

4.1 INTRODUCTION	63
4.2 PRÉPARATION DES BARREAUX DE TRACTION	63
4.3 ANALYSE DES ESSAIS DE TRACTION	65

CHAPITRE V

ANALYSE THERMIQUE

5.1 INTRODUCTION	71
5.1.1 Germination homogène	72
5.1.2 Germination hétérogène	72
5.2 RÉSULTATS ET DISCUSSION	75
5.2.1 Phase α -Al	75
5.2.2 Phase β -Al ₅ FeSi	95
5.2.3 Phase silicium eutectique	101

CHAPITRE VI

CARACTÉRISTIQUES MÉTALLOGRAPHIQUES DE LA PHASE β -Al₅FeSi

6.1 INTRODUCTION	109
6.2 ANALYSE QUANTITATIVE	110
6.2.1 Surchauffe	110
6.2.2 Effet de TiAl ₃	114
6.2.3 Effet de la surmodification	122
6.2.4 Longueur maximale moyenne de la phase β -Al ₅ FeSi	130
6.2.5 Densité de la phase β -Al ₅ FeSi	141

CHAPITRE VII

CARACTÉRISTIQUES MÉTALLOGRAPHIQUES DE LA PHASE SILICIUM

EUTECTIQUE

7.1 INTRODUCTION	147
7.2 ANALYSE QUANTITATIVE DE LA PHASE SILICIUM EUTECTIQUE	150
7.2.1 Longueur moyenne de la phase silicium	150
7.2.2 Densité de la phase silicium	155
7.3 ANALYSE MÉTALLOGRAPHIQUE	159
7.3.1 Modification par le strontium	159
7.3.2 Interaction Sr-P	165

CHAPITRE VIII

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

CONCLUSIONS	171
RECOMMANDATIONS	175
BIBLIOGRAPHIE	179

LISTE DES FIGURES

Figure 1. Analyse thermique de l'alliage 319.1 ⁷11
Figure 2. Taille moyenne des grains vs T_L-T_U d'après la courbe de l'analyse thermique de l'alliage A319 ⁸12
Figure 3. Morphologie de la phase β ⁷13
Figure 4. Dépendance du pourcentage de la phase β en fonction du contenu de fer ⁹14
Figure 5. Morphologie de la phase α ⁷15
Figure 6. Microstructure des plaquettes ségrégées ¹⁰15
Figure 7. Microstructure de l'alliage de base 319 (particules de silicium) ¹¹16
Figure 8. Microstructure de l'alliage de base 319 (particules de Mg_2Si) ¹¹16
Figure 9. Phase Al_2Cu ¹¹17
Figure 10. Diagramme de phase Al-Si ¹³18
Figure 11. Diagramme de phase Al-Fe ¹⁴19
Figure 12. Diagramme de phase Al-Fe-Si ¹⁴20
Figure 13. Diagramme de phase Al-Cu ¹⁵21
Figure 14. Diagramme de phase Al-Mg ¹⁵21
Figure 15. Effet du taux de refroidissement sur la formation des intermétalliques ¹⁷22
Figure 16. Effet du fer et du manganèse sur la formation des intermétalliques ¹⁸23
Figure 17. Variations de la température eutectique moyenne en fonction du strontium contenu dans l'alliage d'aluminium 319 ²⁹28
Figure 18. Teneurs en strontium en fonction du maintien à l'état liquide ³⁰29
Figure 19. Effet du strontium sur la longueur moyenne des aiguilles ³¹31

Figure 20. Variations de l'espace interdendritique (EID) avec ou sans phosphore dans l'alliage Al-10%Si ³⁵	33
Figure 21. Diminution de la surfusion en fonction du phosphore dans l'alliage Al-12.5%Si ³⁴	33
Figure 22. Interaction strontium – phosphore dans l'alliage A356 ³⁶	35
Figure 23. Température de la mise en solution à l'équilibre et hors-équilibre ¹	39
Figure 24. Illustration schématique du mécanisme de fragmentation et de dissolution de la phase β -Al ₅ FeSi ¹	42
Figure 25. Représentation schématique de la décomposition de la phase β -Al ₅ FeSi durant le traitement thermique de mise en solution ⁴⁷	43
Figure 26. Effet du traitement thermique hors-équilibre sur la limite ultime de l'alliage 319 ¹	44
Figure 27. Effet de la surchauffe et du fer sur les structures cristallisées des intermétalliques de fer pour l'alliage hypoeutectique Al-Si ²²	46
Figure 28. Effet du fer sur les propriétés mécaniques des barreaux de traction après traitement thermique T6 de l'alliage Al-7%Si-0.3%Mg, surchauffé à 750 °C et 850 °C ²²	48
Figure 29. Moule graphite	51
Figure 30. Procédure de préparation des alliages	52
Figure 31. Schéma de montage pour l'opération de dégazage	54
Figure 32. Schéma de la pièce obtenue avec le moule Stahl	55
Figure 33. Paramètres du traitement thermique T6	57
Figure 34. Photo de la microsonde électronique utilisée	61
Figure 35. Solubilité estimée de l'hydrogène dans les alliages 319 et 356 comparativement à celle de l'aluminium pur ¹³	64
Figure 36. Forme des barreaux de traction (a) alliages coulés à 750 °C, (b) alliages coulés à 950 °C	65
Figure 37. (a) Variations de la limite élastique dans les alliages coulés à 750 °C (b) Variations de la limite ultime dans les alliages coulés à 750 °C	66

Figure 38. Variations de l'allongement à la rupture dans les alliages coulés à 750 °C	68
Figure 39. Germination hétérogène sur un substrat solide	73
Figure 40. Évolution de la température au cours de la solidification	74
Figure 41. Courbe de refroidissement typique (aluminium pur ou alliage eutectique) ⁴⁹	76
Figure 42. Variations du taux de solidification en fonction de la surchauffe ⁴⁹	77
Figure 43. Phénomène de surfusion en fonction du taux de refroidissement ⁴⁹	77
Figure 44. (a) Surfusion nulle dans l'alliage H3T1 (b) Surfusion maximale (3 °C) dans l'alliage H18T1	81
Figure 45. Cartographie de l'alliage H3T1	83
Figure 46. Cartographie de l'alliage H18T2	84
Figure 47. Courbes de solidification des alliages 0.2% Fe coulés à $T_1 = 750$ °C	87
Figure 48. Courbes de solidification des alliages 0.4% Fe coulés à $T_1 = 750$ °C	88
Figure 49. Courbes de solidification des alliages 0.8% Fe coulés à $T_1 = 750$ °C	89
Figure 50. Courbes de solidification des alliages 1.2% Fe coulés à $T_1 = 750$ °C	90
Figure 50. Courbes de solidification des alliages 0.2% Fe coulés à $T_2 = 950$ °C	91
Figure 52. Courbes de solidification des alliages 0.4% Fe coulés à $T_2 = 950$ °C	92
Figure 53. Courbes de solidification des alliages 0.8% Fe coulés à $T_2 = 950$ °C	93
Figure 54. Courbes de solidification des alliages 1.2% Fe coulés à $T_2 = 950$ °C	94
Figure 55. Variations de la température de la phase β pré-eutectique en fonction de % de fer	98
Figure 56. Microstructure de l'alliage H19T2	98
Figure 57. Courbe d'analyse thermique de l'alliage H1T1	99
Figure 58. Courbe d'analyse thermique de l'alliage H16T1	99

Figure 59. Courbe d'analyse thermique de l'alliage H1T2	100
Figure 60. Courbe d'analyse thermique de l'alliage H16T2	100
Figure 61. Diagramme de phase du système binaire Al-Si ⁵²	101
Figure 62. Variations de la température de l'eutectique en fonction de la concentration en strontium	103
Figure 63. Microstructure de l'alliage H1T1 non modifié	106
Figure 64. Microstructure de l'alliage H2T1 modifié	106
Figure 65. Microstructure de l'alliage H1T2 non modifié	106
Figure 66. Microstructure de l'alliage H2T2 modifié	106
Figure 67. Variations de la densité de silicium en fonction du % de fer (alliages de base)	107
Figure 68. Effet du fer et de la surchauffe sur la morphologie des intermétalliques de fer ⁵⁶	111
Figure 69. Transformation de morphologie des intermétalliques de fer ⁵⁶	112
Figure 70. Nucléation par la réaction péritectique dans le système Al-Ti ¹³	113
Figure 71. (a) Noyau du composé de fer. (b) Réflexion des éléments de la zone A (Al,Ti), EDXS. (c) Réflexion des éléments de la zone B (Al,Si,Ti,Mn,Fe), EDXS ⁵⁸	113
Figure 72. Microstructure de l'alliage commercial mère Al-10% Ti	115
Figure 73. Courbes d'analyses thermiques des alliages coulés à T ₁ = 750 °C	116
Figure 74. Courbes d'analyses thermiques des alliages coulés à T ₂ = 950 °C	117
Figure 75. Diagramme de phase du système Al-Ti ¹³	117
Figure 76. Fines plaquettes de β-Al ₅ FeSi et de Ti(Al,Si) ₃	118
Figure 77. Distribution des plaquettes de Ti(Al,Si) ₃ et Al ₅ FeSi dans la microstructure	119
Figure 78. Distribution du titane et du fer correspondant à la microstructure montrée dans la figure 77	120

Figure 79. Distribution de l'aluminium, du titane et du silicium dans la phase Ti(Al,Si) ₃	121
Figure 80. (a) Alliage A319 (1.2% Fe) avec 0.7% Sr coulé à T ₁ = 750 °C (b) Alliage A319 (1.2% Fe) avec 0.7% Sr coulé à T ₂ = 950 °C	123
Figure 81. (a) Alliage A2 (1.2% Fe) coulé à T ₂ = 950 °C (b) Alliage B1 (1.2% Fe) avec 0.7% Sr coulé à T ₁ = 750 °C (c) Alliage B2 (1.2 % Fe) avec 0.7% Sr coulé à T ₂ = 950 °C	125
Figure 82. Forme polyédrique des particules Al ₂ SrSi ₂	126
Figure 83. Effet du strontium sur les intermétalliques dans l'alliage 413 coulé en moule permanent ³²	129
Figure 84. Effet du Sr sur la longueur moyenne de la phase β-Al ₅ FeSi ³¹	130
Figure 85. Variations de β _{max} moyenne (μm) dans les alliages de base en fonction du pourcentage de fer	131
Figure 86. Variations de la longueur maximale moyenne β _{max} (μm) en fonction du fer, du strontium, du phosphore et de la surchauffe	132
Figure 87. Difficulté d'identification du phosphore avec faible concentration	137
Figure 88. Formation des oxydes de phosphore (Al ₁ P)O ₂ dans la microstructure	139
Figure 89. Variations de la densité de la phase β-Al ₅ FeSi en fonction du pourcentage en poids de fer dans les alliages de base	141
Figure 90. Variations de la densité de la phase β-Al ₅ FeSi en fonction du pourcentage en poids de fer	142
Figure 91. Différentes morphologies du silicium eutectique dans l'alliage 356. (a) Structure non-modifiée (b) Modification partielle (c) Structure fine (modification complète)	148
Figure 92. Croissance du silicium causée par la surmodification avec 0.09% Sr dans l'alliage A356	149
Figure 93. Phase Al ₄ SrSi ₂ (1) causée par la surmodification dans l'alliage A356	150
Figure 94. Variations de la longueur moyenne des particules de Si en fonction de fer et de la surchauffe	151

Figure 95. Variations de la densité de la phase Si en fonction de fer et de la surchauffe dans les alliages de base	155
Figure 96. Courbe d'analyses thermiques (a) Alliage de base Al-6.5% Si (b) Alliage Al-6.5% Si avec 0.8% Sr	160
Figure 97. (a) Microstructure de l'alliage Al-6.5% Si non-modifié (b) Cartographie du silicium montrant sa forme aciculaire	161
Figure 98. (a) Apparition des particules d' Al_2SrSi_2 . (b) Cartographie du silicium montrant sa structure modifiée	162
Figure 99. (a) Distribution des particules d' Al_2SrSi_2 (b) Forme régulière des particules d' Al_2SrSi_2 (c) Cartographie du silicium montrant sa structure fine	163
Figure 100. (a) Présence des particules d' Al_2SrSi_2 . (b) Cartographie du silicium montrant la structure fibreuse et fine du silicium eutectique (c) Forme géométrique régulière des particules $\text{A}_{12}\text{SrSi}_2$	164
Figure 101(a). Forme du silicium eutectique en l'absence du phosphore et la distribution de strontium dans les particules de silicium (correspondant au point 1 de la figure 91)	167
Figure 101(b). Concentration du strontium dans les particules de silicium (correspondant au point 2 de la figure 91)	168
Figure 102. Désactivation de la modification du strontium par le phosphore	169

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1. Effet du fer sur les propriétés mécaniques de l'alliage Al-4.5%Cu ³8
Tableau 2. Composition chimique de l'alliage 319.1 ⁷9
Tableau 3. Les réactions durant la solidification ⁷10
Tableau 4. Les phases observées par le microscope électronique à balayage et confirmées par XRD ⁷10
Tableau 5. Composition chimique de l'alliage A319 (Al-6.5%Si-3.5%Cu)50
Tableau 6. Composition chimique des alliages coulés à 750 °C pour l'analyse thermique (% en poids)52
Tableau 7. Composition chimique des alliages coulés à 950 °C pour l'analyse thermique (% en poids)53
Tableau 8. Composition chimique des alliages coulés à 750 °C et utilisés pour les barreaux de traction (% en poids)56
Tableau 9. Valeurs de la limite élastique et de la limite ultime (alliage 319 + P, coulé à 750 °C)67
Tableau 10. Températures de l'α-Al, du silicium eutectique et de la surfusion (alliages coulés à T1 = 750 °C)79
Tableau 11. Températures de l'α-Al, du silicium eutectique et de la surfusion (alliages coulés à T2 = 950 °C)80
Tableau 12. Phases et températures (cas de l'alliage H16T2)95
Tableau 13. Températures de formation de la phase β-Al ₅ FeSi97
Tableau 14. Identification de la phase riche en titane122
Tableau 15. Identification de la phase riche en strontium127
Tableau 16. Longueur maximale moyenne β_{\max} (μm) des alliages128

Tableau 17(a). Longueur maximale moyenne de la phase β -Al ₅ FeSi (en μm). Alliages (0.2% et 0.4% Fer, $T_1 = 750^\circ\text{C}$)	133
Tableau 17(b). Longueur maximale moyenne de la phase β -Al ₅ FeSi (en μm). Alliages (0.8% et 1.2% Fer, $T_1 = 750^\circ\text{C}$)	133
Tableau 18(a). Longueur maximale moyenne de la phase β -Al ₅ FeSi (en μm). Alliages (0.2% et 0.4% Fer, $T_2 = 950^\circ\text{C}$)	134
Tableau 18(b). Longueur maximale moyenne de la phase β -Al ₅ FeSi (en μm). Alliages (0.8% et 1.2% Fer, $T_2 = 950^\circ\text{C}$)	134
Tableau 19. Identification de l'oxyde (Al,P)O ₂	138
Tableau 20(a). Densité de la phase β -Al ₅ FeSi. Alliages (0.2% et 0.4% Fer, $T_1 = 750^\circ\text{C}$)	144
Tableau 20(b). Densité de la phase β -Al ₅ FeSi. Alliages (0.8 et 1.2% Fer, $T_1 = 750^\circ\text{C}$)	144
Tableau 21(a). Densité de la phase β -Al ₅ FeSi. Alliages (0.2% et 0.4% Fer, $T_2 = 950^\circ\text{C}$)	145
Tableau 21(b). Densité de la phase β -Al ₅ FeSi. Alliages (0.8% et 1.2% Fer, $T_2 = 950^\circ\text{C}$)	145
Tableau 22(a). Longueur moyenne des particules de silicium (μ) et écart type (σ). Alliages (0.2 et 0.4% Fer, $T_1 = 750^\circ\text{C}$)	152
Tableau 22(b). Longueur moyenne des particules de silicium (μ) et écart type (σ). Alliages (0.8 et 1.2% Fer, $T_1 = 750^\circ\text{C}$)	152
Tableau 23(a). Longueur moyenne des particules de silicium (μ) et écart type (σ). Alliages (0.2 et 0.4% Fer, $T_2 = 950^\circ\text{C}$)	153
Tableau 23(b). Longueur moyenne des particules de silicium (μ) et écart type (σ). Alliages (0.8 et 1.2% Fer, $T_2 = 950^\circ\text{C}$)	153
Tableau 24(a). Densité de la phase silicium eutectique (particules /mm ²). Alliages (0.2 et 0.4% Fer, $T_1 = 750^\circ\text{C}$)	156
Tableau 24(b). Densité de la phase silicium eutectique (particules /mm ²). Alliages (0.8 et 1.2% Fer, $T_1 = 750^\circ\text{C}$)	156
Tableau 25(a). Densité de la phase silicium eutectique (particules /mm ²). Alliages (0.2 et 0.4% Fer, $T_2 = 950^\circ\text{C}$)	157

Tableau 25(b). Densité de la phase silicium eutectique (particules /mm ²). Alliages (0.8 et 1.2% Fer, T ₂ = 950 °C)	157
Tableau 26. Identification des composantes P-Sr	166

CHAPITRE I

INTRODUCTION

CHAPITRE I

INTRODUCTION

1.1 INTRODUCTION

De nos jours, l'usage de l'aluminium et de ses divers alliages connaît une grande croissance quant à leur production et quant à leurs différentes applications. Grâce à leur facilité de mise en forme par moulage, à leur bonne usinabilité et à leur haute conductivité thermique, les alliages aluminium-silicium (Al-Si) constituent une classe primordiale de matériaux qui sont utilisés essentiellement dans l'aérospatiale, ainsi que dans l'industrie de l'automobile pour la fabrication des pièces de moteurs et de têtes de cylindre.

Les alliages d'aluminium de fonderie, dont fait partie l'alliage Al-Si, ont en général des teneurs plus fortes en éléments d'alliages, ce qui permet d'obtenir une proportion non négligeable d'eutectique, d'abaisser leur point de fusion et de diminuer leur intervalle de solidification.

L'utilisation des alliages Al-Si de fonderie a rendu nécessaire la compréhension appropriée de tous les facteurs microstructuraux qui peuvent affecter la qualité de ces alliages. Tandis que l'espace interdendritique (EID), la dimension particulaire du silicium et la morphologie eutectique sont connus pour avoir un effet positif sur les propriétés de l'alliage, la quantité de porosités et d'intermétalliques de fer présents dans la structure, en particulier la phase β -Al₅FeSi, est identifiée pour son effet néfaste sur les dites propriétés. La taille des aiguilles de cette phase est contrôlée par la teneur en fer ainsi que par les

conditions de fonte et de solidification de l'alliage.

L'alliage 319 Al-Si est un alliage fabriqué à partir de matériaux recyclés. La présence d'éléments d'impuretés tel que le fer a des effets nuisibles sur les propriétés mécaniques de cet alliage. Cela constitue un des problèmes rencontrés en métallurgie. En effet, un pourcentage élevé du fer favorise la précipitation de la phase β -Al₅FeSi de grande taille, ce qui occasionne la formation de porosités importantes tout en affaiblissant la résistance mécanique et la ductilité. Plusieurs auteurs ont suggéré la voie de la surchauffe, sans ajout d'éléments tels que Mn et/ou Cr, comme méthode de neutralisation des effets néfastes du fer. Certains travaux ont montré la relation entre la température de la surchauffe et les phases de fer formées, ainsi que l'importance de maintenir en faible teneur les éléments tels que Fe, Si et Mg et d'appliquer un taux de solidification rapide pour favoriser la précipitation totale du fer sous forme d'écriture chinoise.

Dans le but d'optimiser les propriétés mécaniques de l'alliage d'aluminium 319, l'utilisation du strontium comme modifiant est devenue depuis quelques années une pratique largement acceptée. Cela améliore particulièrement le pourcentage d'allongement à la rupture de l'alliage.

La formation des intermétalliques de fer dans l'alliage Al-6%Si-3.5%Cu a été étudiée en fonction du contenu de fer (0.5, 1.0 et 1.5 % en poids), de la température de surchauffe (750 °C et 950 °C), de la modification par le strontium et de l'addition de phosphore. Des analyses microstructurales de la phase de fer ont montré que, pour des taux de refroidissement lents, le strontium (jusqu'à 600 ppm) est largement efficace dans la fragmentation et la dissolution de β -Al₅FeSi. Avec un niveau de 1.5% en poids de fer,

les aiguilles sont produites en quantité excessive (nombre et taille), même à taux de refroidissement plus élevé. L'addition de phosphore (~ 100 ppm) favorise la formation de la phase β -fer en grande quantité, par la formation des particules de type $(\text{Al}, \text{O})_x \text{P}_y$ qui semblent agir en tant qu'emplacement de nucléation pour les aiguilles. Le métal liquide surchauffant à 900 °C dissout une grande partie de ces oxydes de phosphore et, par conséquent, de la quantité de β -fer formée.

1.2 OBJECTIFS

(1) Évaluer l'effet de la surchauffe (750 °C et 950 °C), de la teneur en fer (Fe), de l'interaction entre le strontium (Sr) comme agent de modification (2 - 200 ppm) et le phosphore (P) comme agent d'affinage du silicium primaire (13 - 116 ppm) sur :

- (a) les caractéristiques des courbes de solidification en fonction des paramètres mentionnés.
- (b) la précipitation des intermétalliques de fer β - Al_5FeSi (avec quatre niveaux de fer 0.2%, 0.4%, 0.8% et 1.2%), et sur la fragmentation de cette phase.
- (c) la morphologie des particules de silicium eutectique.

(2) Les effets du titane d'aluminium, de la surchauffe et de la surmodification par le strontium sur la forme et la taille de la phase β - Al_5FeSi .

(3) L'effet des paramètres métallurgiques sur les propriétés mécaniques par essais de traction.

À l'aide d'un analyseur d'images de type Leco 2001, on mesurera la densité et la longueur maximale moyenne de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. De même que les paramètres de la phase silicium, telles que la densité et la longueur moyenne des particules de silicium. De plus, les propriétés mécaniques, tels que la limite ultime (L.U), la limite élastique (L.É) et l'allongement à la rupture (A%) seront mesurés par la machine Instron. Un affinement de la taille du grain sera fait par l'addition de TiB_2 afin d'optimiser les propriétés mécaniques de l'alliage. Toutes les expériences seront effectuées sur l'alliage de base hypoeutectique A319(Al-6.5%Si-3.5%Cu-0.02%Fe).

CHAPITRE II

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE II

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1 INTRODUCTION

L'alliage Al-Si 319, qui est un alliage recyclé, contient habituellement des métaux en faibles concentrations mais ayant une influence néfaste sur les propriétés mécaniques. Le fer (Fe), le manganèse (Mn), le cuivre (Cu) et le zinc (Zn) sont des impuretés importantes dans cet alliage. Le fer est considéré le plus nuisible^{1, 2} puisqu'il contribue à la formation de composés ou de phases intermétalliques. Parmi ces composés, on retrouve la phase β -Fe qui dégrade considérablement les propriétés mécaniques de l'alliage, ce qui implique que le contrôle optimal de la teneur de fer dans un alliage de fonderie est donc important. Comme le fer est contenu dans les outils de travail, il est facilement attiré par l'aluminium³; la limite peut aisément être dépassée si les mesures de propreté pour éviter la contamination ne sont pas respectées, ce qui rend l'élimination de cet élément (Fe) des alliages d'aluminium difficile à réaliser par les méthodes de traitement conventionnelles de fonderie.

Le fer augmente la dureté mais diminue la ductilité. Plus de 0.3% de fer dans les alliages Al-5%Cu entraîne une réduction des propriétés mécaniques de traction, et cette réduction croît avec la quantité de fer ajoutée^{3, 4}. L'alliage Al-4.5%Cu subissant une trempe connaît une diminution quant à sa résistance à la traction et à l'elongation lorsque la quantité de fer passe de 0.03% à 0.24%³, mais la limite élastique ne subit aucun changement.

Tableau 1. L'effet du fer sur les propriétés mécaniques de l'alliage Al-4.5%Cu³.

Fer (% en poids)	à 10 mm du refroidisseur			à 135 mm du refroidisseur		
	Résistance à la traction en (MPa)	Limite élastique (MPa)	Élongation (%)	Résistance à la traction (MPa)	Limite élastique (MPa)	Élongation (%)
0.03	375	220	17	300	180	8
0.24	365	220	13	230	180	3

2.2 LES PHASES INTERMÉTALLIQUES DE FER DANS LES ALLIAGES AL-SI

La présence d'impuretés en diverses concentrations dans les alliages Al-Si entraîne la formation de plusieurs phases. Les conditions de solidification, les proportions et la solubilité de chaque élément sont des facteurs qui favorisent la formation d'une phase intermétallique par rapport à l'autre.

Les principales phases qui prennent naissance durant le refroidissement des alliages Al-Si sont les suivantes :

- La phase β -Al₅FeSi : elle est considérée comme la plus nuisible aux propriétés mécaniques des alliages d'aluminium.
- La phase α : elle fait se dissoudre plus d'éléments que la phase β .
- Les plaquettes ségrégées, qui existent suivant la teneur du manganèse dans l'alliage, sont souvent situées au fond du creuset puisqu'elles se forment lorsque le métal est à l'état liquide.

2.2.1 Analyse des principales phases intermétalliques

L'alliage A319, qui fait partie du présent travail de recherche, possède une excellente coulabilité et usinabilité⁵, une bonne résistance contre la corrosion et une densité trois fois plus faible que la fonte⁶. Il contient une faible quantité de silicium (6%), d'où la dominance de la phase de l'aluminium dans ses propriétés mécaniques.

Bäckerud *et al.*⁷ ont rédigé un ouvrage portant sur les caractéristiques de solidification des alliages d'aluminium de type 319. La courbe de refroidissement, ainsi que l'analyse spectrale et métallographique permettent d'éclaircir les diverses phases formées dans l'alliage de type 319.1, dont la composition chimique est donnée par le tableau 2.

Tableau 2. Composition chimique de l'alliage 319.1⁷.

Éléments	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Al
% en poids	5.5 - 6.5	0.8	3.0 - 4.0	0.5	0.1	1.0	0.25	Bal.

La nature des réactions chimiques et leurs caractéristiques que l'on rencontre lors de la solidification de l'alliage 319.1, sont présentées respectivement par les tableaux 3 et 4.

Tableau 3. Les réactions pendant la solidification⁷.

Numéro de la réaction	Réactions	Température (°C)
1	Développement du réseau dendritique	609
2a	Liq. \rightarrow Al + Al ₁₅ (Mn,Fe) ₃ Si ₂	590
2b	Liq. \rightarrow Al + Al ₁₅ Mn ₃ Si ₂ + Al ₅ FeSi La phase β = Al ₅ FeSi	590
3	Liq. \rightarrow Al + Si + Al ₅ FeSi Eutectique : Liquide \rightarrow Al + Si	575
4	Liq. \rightarrow Al + Al ₂ Cu + Al ₅ FeSi + Si	525
5	Liq. \rightarrow Al + Si + Al ₂ Cu + Al ₅ Mg ₈ Cu ₂ Si ₆	507

Tableau 4. Les phases observées par le microscope électronique à balayage et confirmées par XRD⁷.

Numéro	1	2	3	4	5	6
La phase	α-Al*	Si*	Al ₂ Cu*	Al ₅ FeSi*	Al ₁₅ (Mn,Fe) ₃ Si ₂ *	Al ₅ Mg ₈ Cu ₂ Si ₆
Caractéristiques	Dendrites	Gris	Particules	Aiguilles	Écriture chinoise	Masse brune
		roses		phase β	phase α, brune	

La courbe de refroidissement de l'alliage 319.1 est représentée à la figure 1. En effet, un thermocouple T_c est situé au centre du creuset et un autre T_w , près de la paroi latérale. Deux autres courbes sont aussi présentées: la différence $T_w - T_c$ et la première dérivée dT/dt_c (au centre du creuset).

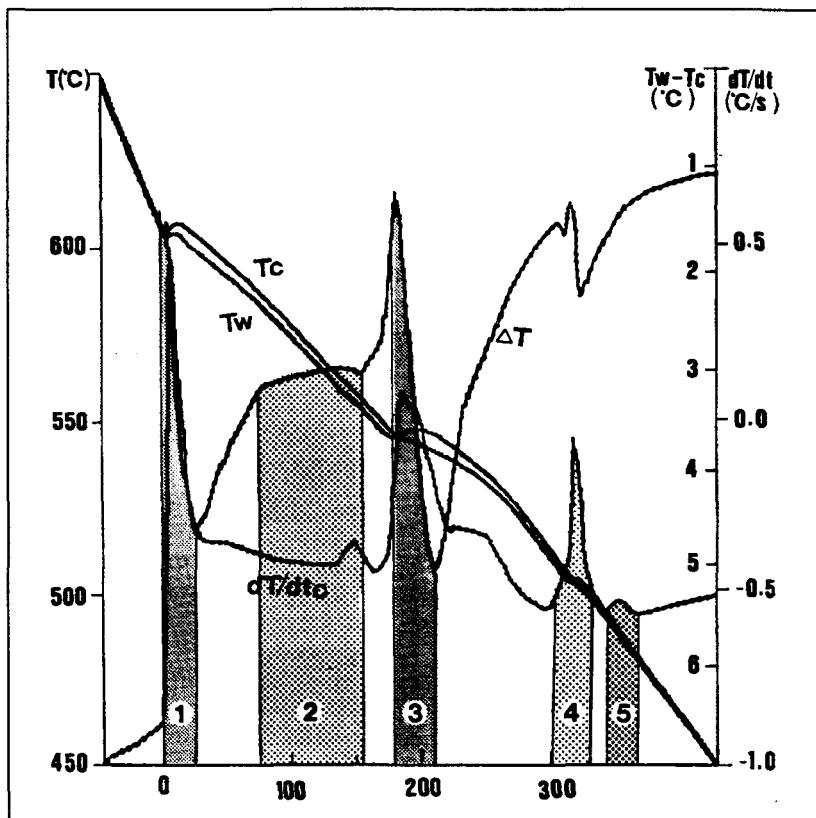


Figure 1. Les données de l'analyse thermique de l'alliage 319.1⁷.

Lors de la solidification des alliages d'aluminium hypoeutectiques (5-10%Si) à basse teneur en fer, la formation des différentes phases est présentée dans l'ordre suivant : le développement du réseau dendritique α -aluminium, la réaction eutectique Al-Si et la précipitation des phases eutectiques secondaires.

Apelian *et al.*⁸ ont fait des études sur les alliages de type A319, auxquels on a ajouté différentes quantités d'affleurs de grain (Al-5%Ti-1%B). Les résultats de ces études ont confirmé la relation directe entre la surfusion et la taille des grains, comme le montre la figure 2, où T_L et T_U représentent respectivement la température du liquidus et la température de surfusion.

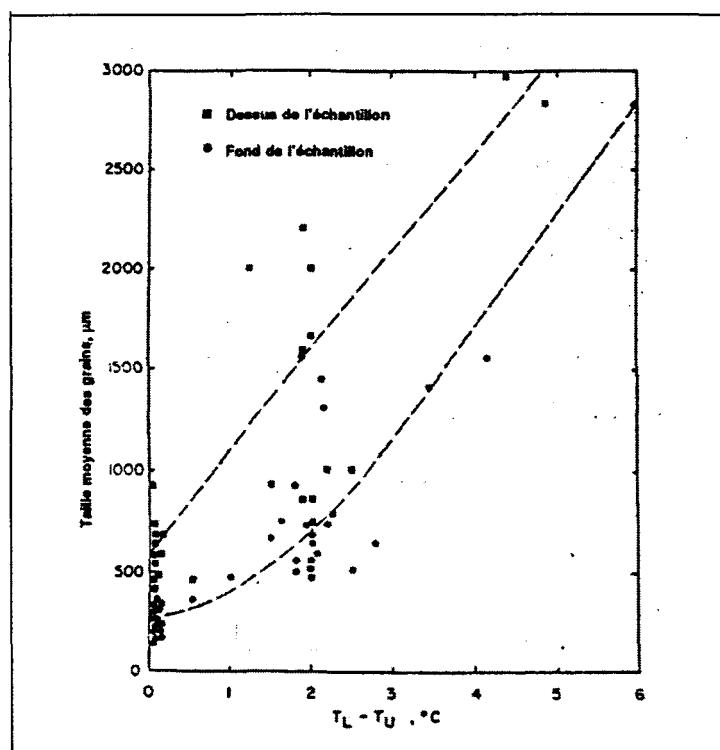


Figure 2. Taille moyenne des grains vs T_L-T_U , d'après la courbe d'analyse thermique de l'alliage A319⁸.

L'affinement de la taille du grain dans les alliages d'aluminium de fonderie a plusieurs effets bénéfiques. En général, comme la grosseur du grain des alliages diminue avec l'augmentation de la concentration de l'affineur de grain, les propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction et la résistance en fatigue augmentent.

2.2.2 Morphologie des intermétalliques

Dans les alliages Al-Si de fonderie, les phases α et β sont considérées comme les phases les plus importantes se formant pendant la solidification de l'alliage. En effet, la phase α - $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$, appelée écriture chinoise, est caractérisée par une structure cristalline cubique dont le paramètre a variant entre 12.65 et 12.68 Å. La phase β - Al_5FeSi , appelée encore β -Fe ou phase β , se trouve en structure monoclinique, ses paramètres sont: $a = b = 6.12$ Å, $c = 41.5$ Å, $\alpha = 91^\circ$ avec une densité $3.30 \sim 3.35$ g/cm³. La phase β - Al_5FeSi , représentée par la figure 3, prend la forme de plaquettes qui apparaissent comme des aiguilles lors d'une coupe transversale.

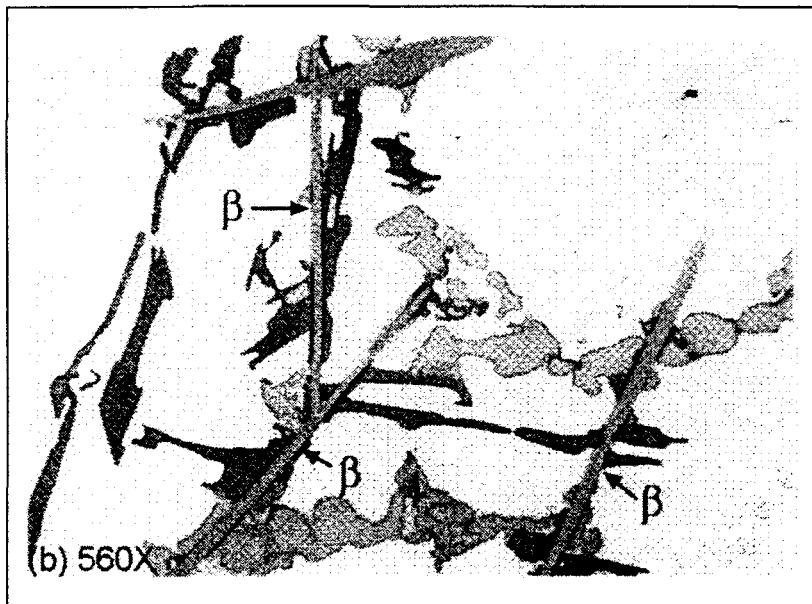


Figure 3. Microstructure de la phase β .
Alliage 319.1, coulé à un taux de refroidissement
de 0.3 °C/s⁷.

La taille et la quantité des aiguilles dépendent fortement du contenu de fer et du taux de solidification. Yaneva *et al.*⁹ ont étudié, à différentes concentrations en fer, l'aspect des phases intermétalliques de fer dans les alliages Al-Si. Ils ont prouvé que, pour une concentration donnée de manganèse, le pourcentage des aiguilles augmente rapidement avec l'augmentation en fer, comme le montre la figure 4. À partir de 0.9 % de fer, presque toutes les composantes du fer sont aciculaires, entraînant une fragilité et une diminution de la force de fatigue de l'alliage.

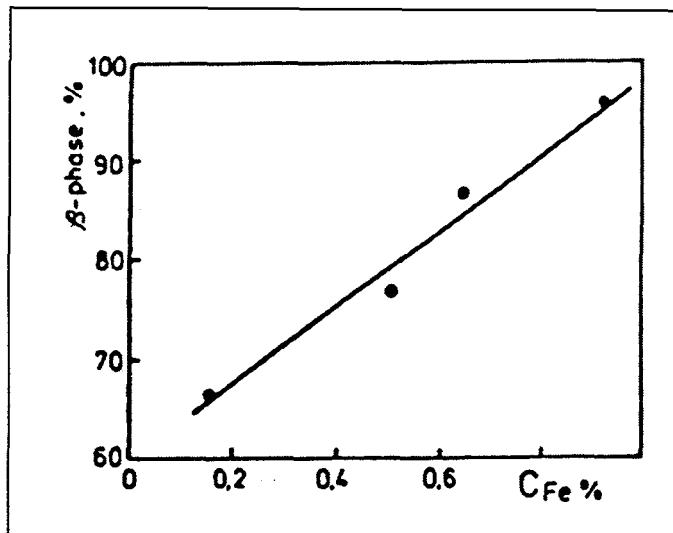


Figure 4. Dépendance du pourcentage de la phase β en fonction du contenu du fer⁹.

Quant à la phase α , elle apparaît sous deux morphologies distinctes, soit en écriture chinoise ou en plaquettes ségrégées. Ces deux principales formes sont illustrées respectivement par les figures 5 et 6.

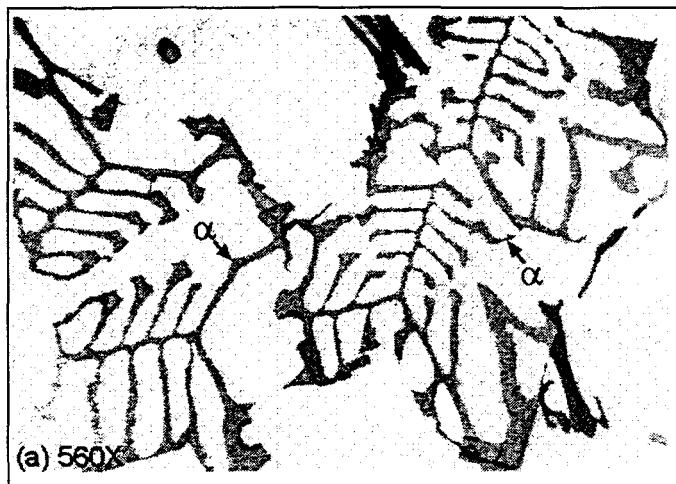


Figure 5. Microstructure de la phase α .
Alliage 319.1, coulé à un taux de refroidissement
de 0.30°C/s ⁷.



Figure 6. Plaquettes ségrégées (phase α)¹⁰.

On remarque que les plaquettes ségrégées se forment dans la zone liquide; quant aux aiguilles / plaquettes et à l'écriture chinoise, elles précipitent dans la zone pâteuse⁷ ou zone liquide-solide. Pendant la solidification des alliages Al-Si, les phases Al_2Cu , Mg_2Si et $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Si}_6\text{Cu}_2$ sont aussi présentes. Les figures 7, 8 et 9 illustrent la morphologie de ces phases.

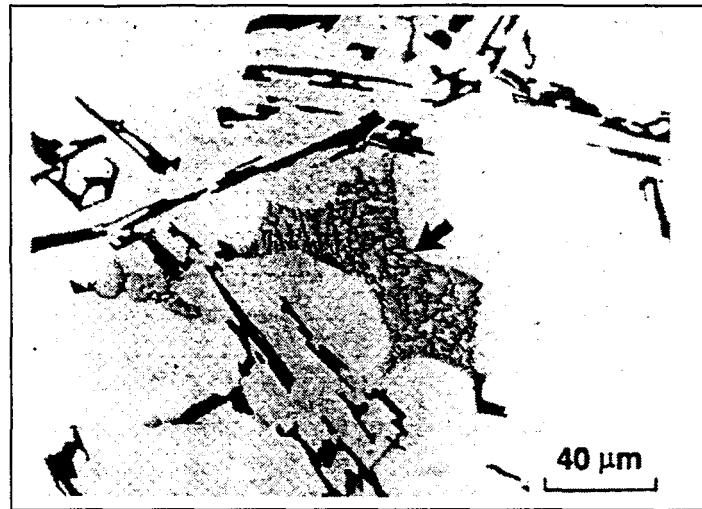


Figure 7. La microstructure de l'alliage de base 319 montrant la morphologie des particules Si et de l'eutectique Al₂Cu¹¹.



Figure 8. La microstructure de l'alliage de base 319 montrant la morphologie des minuscules particules Mg₂Si (important grossissement)¹¹.

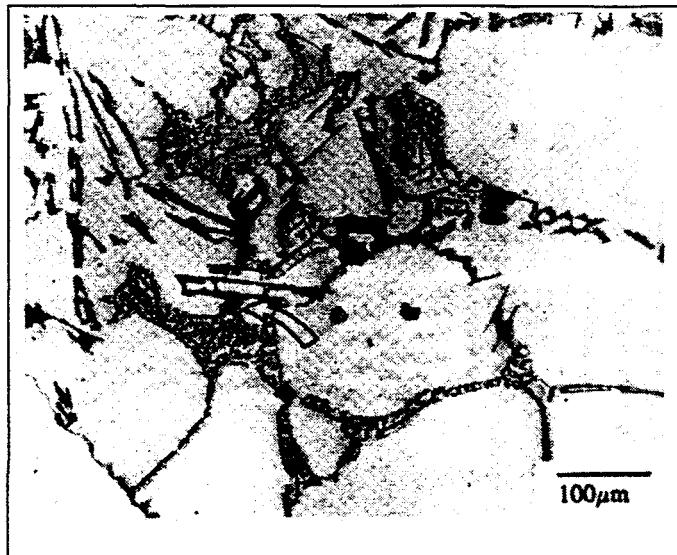


Figure 9. La phase Al_2Cu éloignée de l'eutectique Si et la formation de $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Si}_6\text{Cu}_2$ (voir flèche)¹¹.

2.2.3 Diagrammes d'équilibre Al-Si, Al-Fe, Al-Fe-Si, Al-Cu, Al-Mg

Les alliages Al-Si forment une classe importante de matériaux utilisés dans les alliages de fonderie, grâce à leur rapport poids/résistance élevé et à leur remarquable coulabilité. Ces alliages sont caractérisés par la formation d'eutectiques pour une teneur en silicium d'environ 12%. Suivant leur concentration en silicium, ils se classent en trois principaux groupes : les alliages hypoeutectique (5 - 10%Si), eutectique (11 - 12%Si) et hypereutectique (14 - 20%Si).

2.2.3.1 Système Al-Si

Dans le diagramme de phase Al-Si, présenté à la figure 10, on remarque une solubilité presque nulle, à l'état solide, de l'un des métaux dans l'autre. Comme le montre ce diagramme, il y a formation d'un eutectique fondant à 577 °C, contenant 11.7% de

silicium et possédant une solubilité maximale en silicium de 1.65%. L'addition de ce dernier à l'aluminium pur augmente considérablement la fluidité, la résistance au craquage à chaud et les caractéristiques de l'écoulement du métal liquide; le silicium réduit également la densité de l'alliage ainsi que le coefficient d'expansion thermique¹². Le silicium présent dans le constituant eutectique a normalement une morphologie aciculaire; mais au moment de la coulée, une addition de sodium Na ou de strontium Sr permet de modifier cette morphologie : le silicium devient alors fibreux ou globulaire.

Ce type d'alliages est le plus utilisé en raison de son excellente coulabilité et de sa bonne résistance à la corrosion.

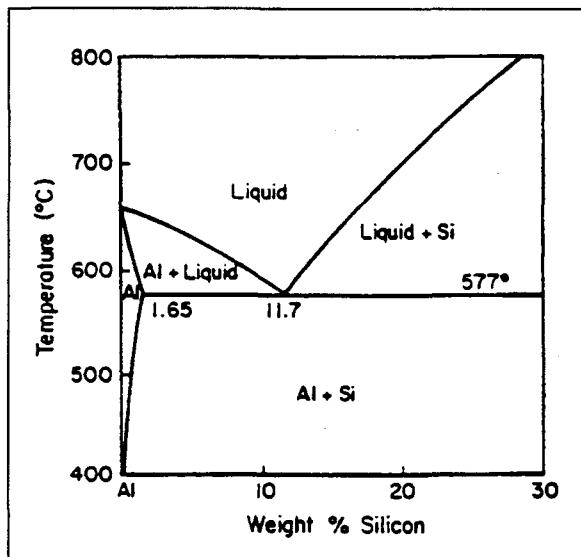


Figure 10. Diagramme de phase Al-Si¹³.

2.2.3.2 Système Al-Fe

La figure 11, qui illustre le diagramme de phase du système Al-Fe, montre un eutectique formé par l'aluminium et la phase FeAl₃ à 655 °C possédant 1.8% de fer. À

à cette température, la solubilité maximale du fer dans l'aluminium est de 0.052¹⁴. Le fer améliore la résistance au craquage à chaud et réduit la tendance de l'alliage à se coller ou à se souder aux parois du moule. Cependant, cet accroissement de la teneur en fer est accompagné d'une réduction de la ductilité.

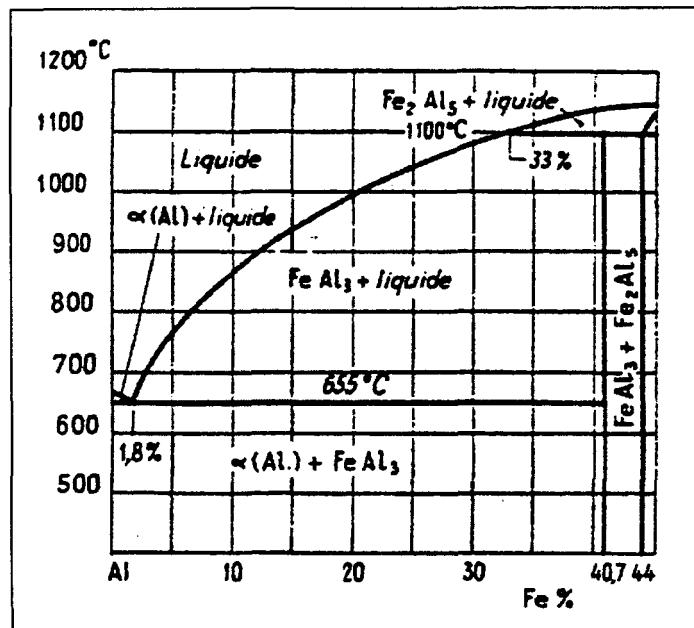


Figure 11. Diagramme d'équilibre Al-Fe¹⁴.

2.2.3.3 Système Al-Fe-Si

Le diagramme de la phase Al-Fe-Si est donné à la figure 12. Dans les conditions d'équilibre (figure 12-a), l'ajout d'une faible quantité de fer réduit la solubilité du silicium dans l'aluminium. La figure 12-b montre les phases hors - équilibre. Les quatre phases peuvent être rencontrées simultanément : Al, Si, α et β (Al, Fe, Si).

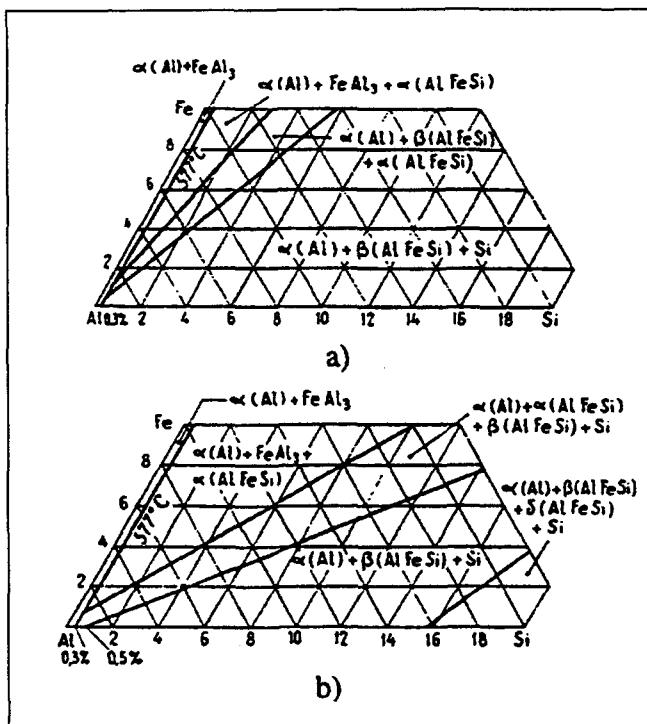


Figure 12. Diagramme d'équilibre Al-Fe-Si¹⁴.

2.2.3.4 Système Al-Cu

Pour le système Al-Cu, la partie riche en aluminium du diagramme d'équilibre est représentée à la figure 13. L'eutectique Al-CuAl₂ se situe à une température de 548 °C et le liquide eutectique est composé d'aluminium – 32.3%Cu en équilibre, avec une solution solide d'aluminium contenant 5.7% en Cu. Le cuivre est l'un des éléments d'addition les plus importants pour l'aluminium. Il est souvent utilisé puisqu'il contribue au durcissement du métal.

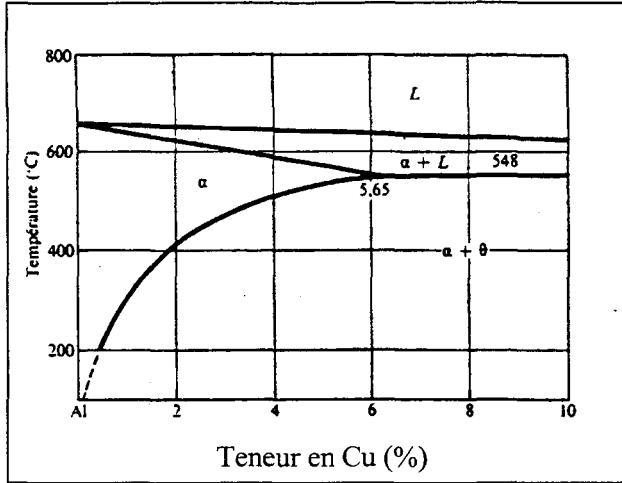


Figure 13. Diagramme de phase Al-Cu¹⁵.

2.2.3.5 Système Al-Mg

La figure 14 montre le diagramme d'équilibre Al-Mg. Le magnésium est souvent utilisé dans les alliages Al-Si. Son rôle est de durcir et d'améliorer la résistance mécanique par la précipitation de la phase Mg₂Si. Les alliages Al-Mg corroyés contiennent en général moins de 4% de magnésium; dans ces conditions, on retrouve la majeure partie du magnésium en solution solide, et le reste sous forme de composé Mg₂Al₃¹⁵.

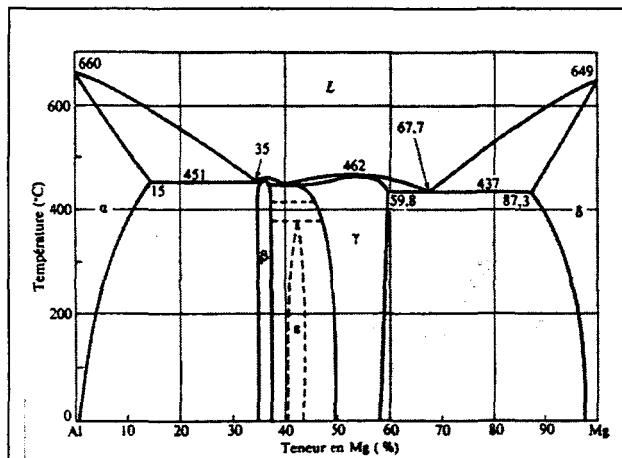


Figure 14. Diagramme de la phase Al-Mg¹⁵.

2.2.4 Formation des intermétalliques

Diminuant fortement la ductilité¹⁶ de l'alliage, la phase β -Fe est donc considérée la plus nuisible aux propriétés mécaniques. Elle diminue aussi la fluidité du métal liquide. Plusieurs facteurs déterminent la morphologie et la nature des phases qui se forment lors de la solidification des alliages. Parmi les plus importants facteurs, on cite les suivants :

2.2.4.1 Effet du taux de solidification

Lorsque le refroidissement est lent, la majorité des intermétalliques existe sous forme de particules de grosse taille. Une grande quantité d'écriture chinoise se forme lorsque le taux de refroidissement est plus élevé (~ 0.1 °C/s). Lakshmanan *et al.*¹⁷ soulignent la dominance de la phase β -Fe dans un refroidissement de faible vitesse (~ 0.8 °C/s). La figure 15 montre l'influence du taux de refroidissement sur la formation des intermétalliques.

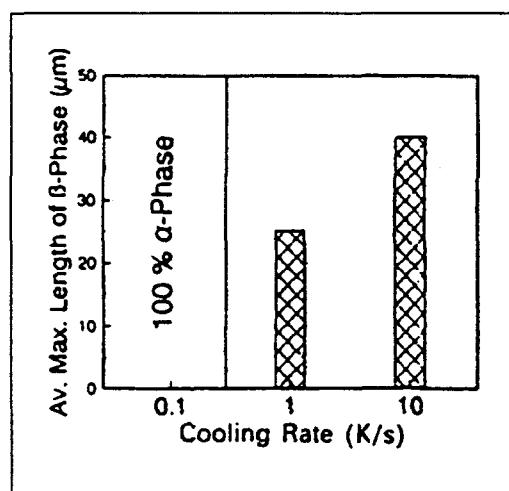


Figure 15. L'effet du taux de refroidissement sur la formation des intermétalliques¹⁷.

2.2.4.2 Effet de la composition chimique

Plusieurs auteurs ont démontré, pour ce qui est de la teneur en éléments, que les plus importants sont le fer, le manganèse et le chrome. Ces derniers influencent directement la formation de phases intermétalliques. La phase β -Fe et les plaquettes ségrégées ne se forment pas dans un alliage contenant 0.4%Fe, 0.1%Cr et avec un pourcentage de manganèse inférieur à 0.3%. La figure 15 montre l'effet de la composition sur la formation des intermétalliques.

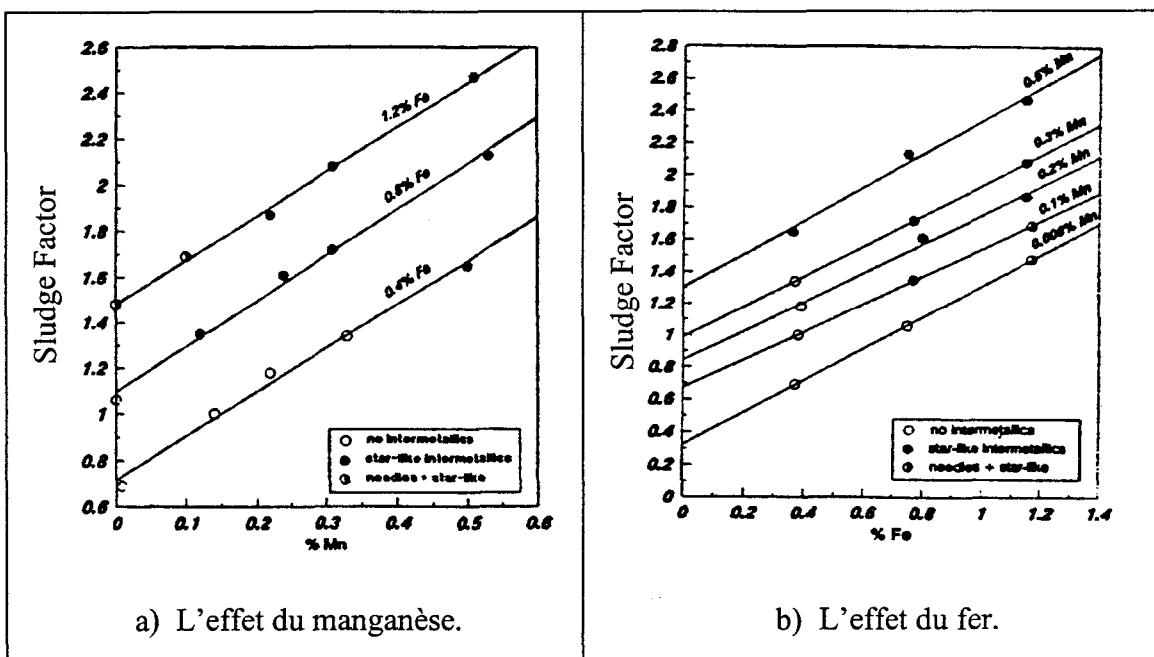


Figure 16. L'effet du Fe et du Mn sur la formation des intermétalliques¹⁸.

Pour de faibles vitesses de solidification, Narayanan *et al.*^{19, 20} ont constaté que, pour l'alliage 319, l'augmentation de la teneur en fer entraîne un grossissement de la taille des grains et diminue l'espace interdendritique, en raison de la phase β pré-eutectique qui agit comme un nucléant dans le développement du silicium eutectique.

2.2.4.3 Effet des rapports stœchiométriques

Les rapports stœchiométriques des éléments présents dans les alliages Al-Si jouent un rôle important. Certains chercheurs ont concentré leurs travaux sur le rapport massique Fe/Si puisqu'il nous renseigne sur la possibilité de la formation d'une phase intermétallique. Un rapport Fe/Si d'environ 1 implique qu'il y aura précipitation de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ ²¹.

Dans les alliages Al-Cu³, le rapport Fe/Si est critique car en l'absence du manganèse, le fer se forme complètement en β -phase. Pour l'alliage 319, certains auteurs ont recommandé un rapport Mn/Fe = 1/2 ou 1/1.5 pour avoir une formation entière en phase α ¹⁷ qui est moins nuisible que la β -Fe.

2.3 MODIFICATION / NEUTRALISATION DES INTERMÉTALLIQUES

Diverses techniques ont été pratiquées dans le but de minimiser les effets nuisibles du fer dans les alliages Al-Si, dans le but aussi d'améliorer les propriétés mécaniques de ces derniers. Parmi ces techniques, mentionnons le refroidissement rapide, la modification par le strontium, l'ajout d'éléments de trace, les traitements thermiques hors-équilibre et la surchauffe. Cette dernière permet la transformation de la phase β en la phase α , la sphéroïdisation et la réduction de la taille des intermétalliques.

2.3.1 Solidification rapide

La taille des grains, la modification du silicium eutectique, la quantité de microporosités, les inclusions et la formation des différentes phases intermétalliques sont

directement liées au taux de refroidissement, qui influence la morphologie des intermétalliques de fer. Plusieurs études ont été faites sur l'effet du taux de solidification.

Awano et Shimizu²² ont prouvé que la formation de la phase α (écriture chinoise) est favorisée lorsque la vitesse de refroidissement est élevée. Dans les alliages Al-Si, Mascré²³ a remarqué que l'augmentation du taux de solidification entraîne la formation de la phase β . La méthode de refroidissement rapide permet de garder une grande concentration d'éléments et/ou d'impuretés en solution solide tels que le Fe, le Mn et le Cr; de plus, les diverses phases de fer présentes dans la microstructure sont caractérisées par leur petite taille. Yaneva *et al.*⁹ ont remarqué que, pour de faibles concentrations en fer (< 0.15%), il y a précipitation d'intermétalliques de fer dans la zone où le refroidissement est lent.

Lorsque le taux de refroidissement est faible (< 0.5 °C/s), les aiguilles/plaquettes qui se forment ont une taille plus grossière et se localisent principalement aux joints de grains, ce qui rend l'alliage beaucoup plus fragile. Par contre, s'il est rapide (> 10 °C/s), la phase β -Al₅FeSi devient plus fine et bien plus dispersée dans la microstructure.

2.3.2 Effet du strontium

Traditionnellement, le strontium Sr est utilisé pour modifier la morphologie du silicium eutectique dans les alliages de fonderie Al-Si. Dans les alliages non-modifiés, la phase eutectique est fragile, ce qui explique la faible résistance à la traction et la ductilité peu élevée des alliages coulés. En effet, le silicium non-modifié présente une morphologie aciculaire; l'addition de strontium dans le métal liquide permet de modifier

cette morphologie : le silicium devient alors globulaire. Une des applications les plus utilisées du strontium est celle de stabilisateur de la phase α^{24} dans les alliages contenant du fer et du silicium. Le strontium a aussi un effet sur le traitement thermique des alliages contenant Mg et Si: il retarde la précipitation de la phase Mg_2Si durant le traitement thermique²⁴. Le travail de Fat-Halla²⁵ sur les alliages de type Al-13% Si montre la modification avec 220 ppm de strontium, ce qui augmente la limite ultime et l'allongement à la rupture de 6%; la limite élastique, elle, reste inchangée. Cette amélioration est attribuée principalement à la fragmentation du silicium eutectique.

2.3.2.1 Influence sur le silicium

La morphologie du silicium eutectique joue un rôle essentiel dans la détermination des propriétés mécaniques d'une pièce. La grosseur, la forme des particules ainsi que l'espace qui les sépare sont des facteurs qui caractérisent la forme de la phase eutectique.

Dans des conditions normales de refroidissement, les particules de silicium sont présentes sous la forme d'aiguilles grossières qui favorisent l'amorce de la rupture et qui diminuent les propriétés mécaniques de la pièce. La morphologie de la phase de silicium peut être modifiée à l'aide d'un traitement prolongé à haute température ou par l'addition de petites quantités de strontium ou de sodium. En effet, le strontium est utilisé pour disperser finement le silicium dans les alliages Al-Si²⁶. Étant un agent actif de modification, le strontium est absorbé par le silicium, ce qui améliore la limite élastique (L.É), la limite ultime (L.U) et plus particulièrement l'allongement à la rupture (A%). Son addition affecte la morphologie de silicium et influence les changements de la

microstructure lors des traitements thermiques. Sans modification, l'eutectique a une forme aciculaire et contient de larges plaquettes de silicium qui détériorent la ductilité de l'alliage. La structure du silicium eutectique, après l'ajout du strontium, devient fibreuse. Le traitement de mise en solution modifie la forme de la phase de silicium. Au début du processus, il y a fragmentation des aiguilles de silicium; ensuite, les particules adoptent graduellement une forme sphérique (sphéroïdisation). L'effet du strontium combiné à celui du traitement thermique (T6) réduit le temps de mise en solution, situé entre une heure et huit heures pour le silicium²⁶.

Dans les alliages mères d'aluminium contenant 3 à 10 % de strontium, la majeure partie du strontium est présente sous forme d'aluminides de strontium (Al_4Sr)²⁷. Le taux et le degré de modification dépendent de divers facteurs cinétiques. Selon Katgerman et Sluiter²⁸, ces facteurs sont donnés comme suit :

- le taux de dissolution des particules Al_4Sr dans la fonte.
- la formation d'une nouvelle phase $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{Sr}$.
- la dissolution successive de cette phase pour donner le strontium en solution (Sr_L).
- le strontium en solution affecte le comportement de croissance des cristaux de silicium et cause la modification.
- le strontium réagit en partie avec le phosphore pour former le phosphure de strontium qui mène à un effacement de l'activité de modification.

Beumler *et al.*²⁹ ont réalisé une étude sur l'analyse thermique de l'alliage 319 modifié. La figure 17 montre la variation de la température moyenne de l'eutectique, en

fonction du strontium contenu dans l'alliage d'aluminium 319. Les résultats obtenus lors de cette recherche indiquent une diminution de la température eutectique, suivie d'une augmentation de la température eutectique à mesure que le contenu de strontium augmente. L'examen microstructural des échantillons dont la teneur de strontium varie de 0.001 et 0.016 %, montre que la structure eutectique demeure essentiellement non-modifiée. Les niveaux de strontium au-dessus de 0.016 % contribuent à une meilleure modification (un silicium plus fibreux), et une structure entièrement fibreuse est obtenue lorsque le contenu de strontium atteint 0.031 %. Le traitement thermique de l'alliage d'aluminium 319, modifié avec du strontium, semble produire une structure eutectique globulaire indépendamment de la quantité de strontium présent.

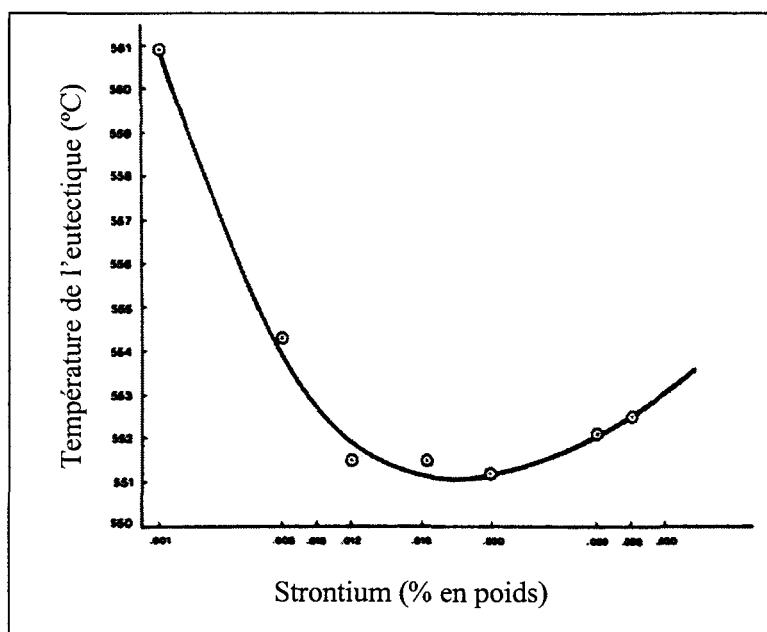


Figure 17. Variations de la température eutectique moyenne en fonction de strontium dans l'alliage 319²⁹.

Pour sa part, Jacob³⁰ a étudié l'influence de la modification par le strontium, le sodium et l'antimoine dans les alliages Al-Si. Il a souligné l'intérêt de l'élaboration du métal liquide. Le choix de tel ou tel élément modificateur doit aussi se faire en considérant l'aspect pratique que revêt leur introduction. D'après Jacob³⁰, le strontium a toujours produit dans les essais, un gazage important des bains. L'utilisation d'un alliage mère plutôt que du strontium métallique diminue ces risques de gazage, mais ne les supprime pas entièrement. Le strontium est semi-permanent. La figure 18 montre les résultats d'un essai de maintien de l'alliage liquide pendant 5 h 30 min, à 750 °C.

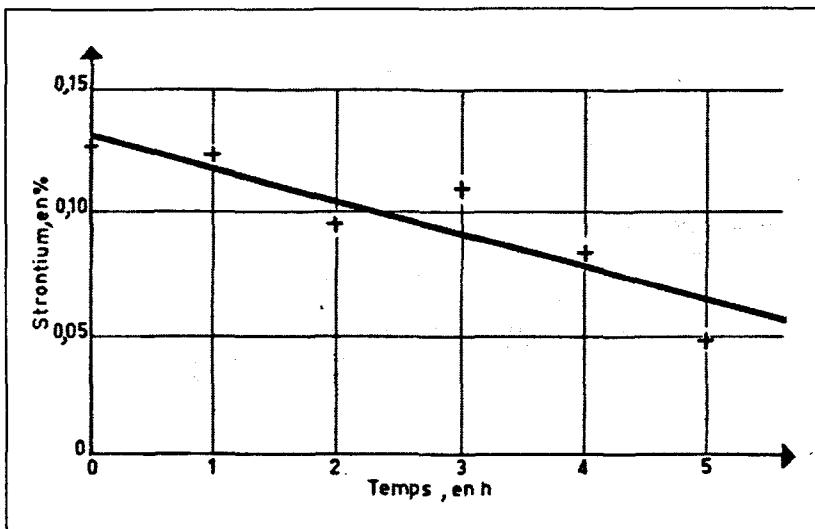


Figure 18. Teneurs en strontium en fonction du maintien à l'état liquide³⁰.

Le strontium et le sodium modifient l'eutectique Al-Si : ils le rendent très fin et globulaire. L'antimoine agit moins intensément sur la structure: l'eutectique devient lamellaire. La modification au strontium ou au sodium a deux effets antagonistes. Lorsque leurs teneurs croissent, l'eutectique devient plus fin; mais l'alimentation interdendritique devient plus difficile et la densité diminue, traduisant l'apparition de

microretassures. En ce qui concerne les caractéristiques mécaniques, ces deux effets ont tendance à s'équilibrer.

2.3.2.2 Effet sur les intermétalliques

Dans le but d'éclaircir le rôle du strontium dans la décomposition des aiguilles, Pennors *et al.*³¹ ont étudié la précipitation de la phase β -Al₅FeSi dans l'alliage de type Al-6%Si-3.5%Cu (319) pour trois concentrations de fer (0.5%, 1.0%, 1.5% en poids). Comme le montre la figure 19, les longueurs moyennes de la phase β -Fe augmentent avec l'augmentation du contenu de fer, comme avec la diminution du taux de refroidissement. En ce qui concerne le strontium, toutes les courbes montrent une immersion autour des concentrations en Sr dans la gamme, 400 - 600 ppm, indiquant que c'est probablement la gamme optimale du Sr où il est le plus efficace en réduisant au minimum la longueur des aiguilles en les fragmentant en petites tailles, indépendamment du taux de refroidissement. Pour l'alliage de base contenant, 0.46% Fe, les niveaux d'optimum de strontium se trouvent à 400 ppm. À des concentrations plus élevées en strontium, on observe un effet fini de modification.

Pour de faibles taux de refroidissement et des concentrations élevées en strontium, la décomposition de la phase β -Fe se produit également par le rejet du silicium devant les aiguilles. Cette phase de silicium, riche en strontium, apparaît sous forme d'aiguilles minces et embranchées dans la microstructure; elles acquièrent plus tard une forme polyédrique.

De leur côté, Shabestari et Gruzleski³² ont examiné la fragmentation de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ dans l'alliage A413. Ils ont remarqué qu'il existe une valeur optimum en strontium, comprise entre 0.04 et 0.06%. Le strontium réduit la taille de la phase α et des plaquettes ségrégées; il transforme aussi la phase $\beta\text{-Fe}$ en écriture chinoise. Samuel et Samuel³³ affirment que le strontium tend à dissoudre la phase $\beta\text{-Fe}$ dans la matrice d'aluminium sans la transformer en une autre phase intermétallique.

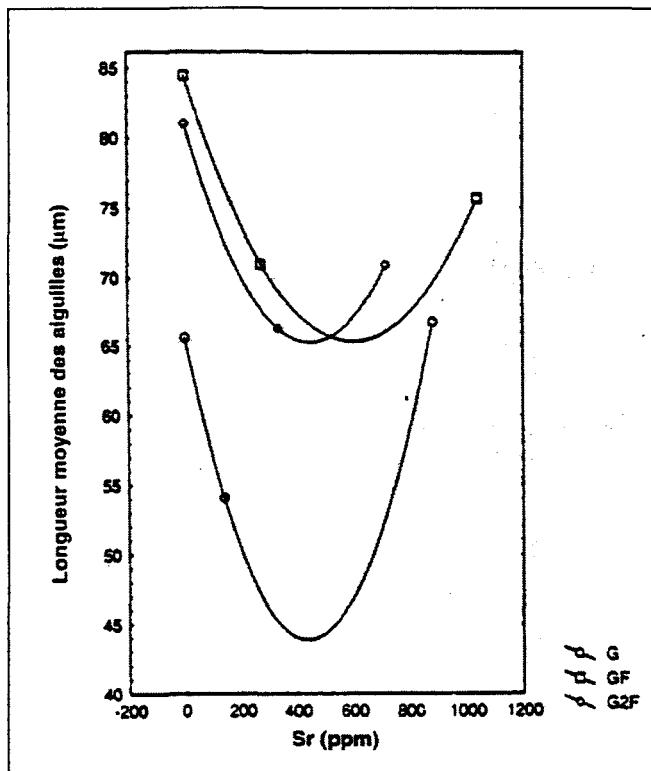


Figure 19. Effet du strontium sur la longueur moyenne des aiguilles³¹.

2.3.2.3 Effet sur les porosités

Le strontium est utilisé dans le but de modifier la distribution des porosités dans la microstructure¹³ et aussi pour faciliter la nucléation de micropores. En l'absence d'un agent de modification, les macropores se transforment, par l'addition du strontium, en micropores plus nombreux et plus finement dispersés, ce qui améliore les propriétés mécaniques de l'alliage (résistance mécanique et allongement à la rupture). Une addition plus élevée entraîne la formation de porosités, spécialement dans les procédures de mise en forme où la solidification survient rapidement (moule avec sections minces). L'efficacité de l'opération de dégazage peut également être affectée par un trop haut niveau de strontium¹².

2.3.3 Effet du phosphore

Une série d'analyses thermiques et d'observations microstructurales ont été effectuées dans le but de clarifier l'effet du phosphore comme emplacement ou comme agent de nucléation hétérogène pendant la solidification des alliages hypoeutectiques Al-Si. Le temps de solidification devient plus court avec l'addition du phosphore, plutôt que sans phosphore. Les températures du liquidus et de l'eutectique diminuent avec l'augmentation du taux de refroidissement; mais la diminution de la température eutectique est plus importante dans le cas des alliages libres en phosphore. La microstructure du silicium eutectique dépend du niveau de phosphore dans le métal fondu: la quantité du cristal primaire des dendrites augmente lorsqu'elles sont courtes. La figure 20 montre la relation entre l'espace interdendritique (EID), «dendrite arm spacing» et le contenu en phosphore dans l'alliage Al-10 %Si.

Kato *et al.*³⁴ ont étudié l'effet du phosphore sur la structure des particules de silicium pendant la solidification de l'alliage Al-Si eutectique. Un contenu en phosphore de moins de 5 ppm raffine la microstructure. Le silicium eutectique montre une structure lamellaire très finement divisée. On a observé également quelques dendrites des cristaux en aluminium primaire, démontrant un comportement légèrement hypoeutectique pour cette composition. Pour un contenu en phosphore supérieur à 10 ppm, on a observé la croissance de la structure eutectique. Comme le montre la figure 21, le phosphore diminue la surfusion.

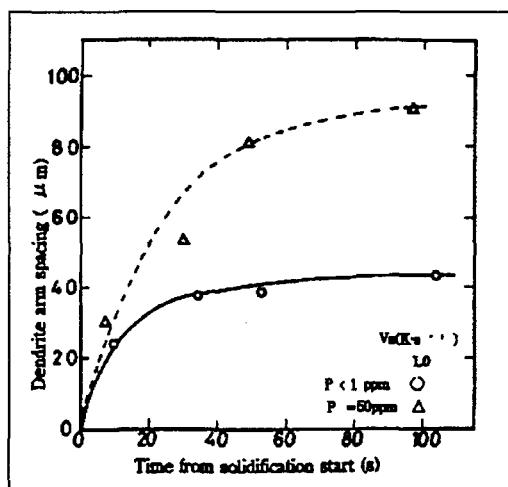


Figure 20. Variation de EID en fonction du P dans l'alliage Al-10%Si³⁵.

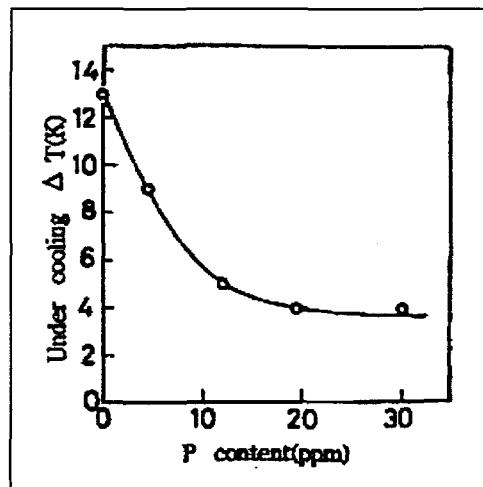


Figure 21. Diminution de la surfusion en fonction de phosphore dans l'alliage Al-12.5% Si³⁴.

Pennors *et al.*³¹ ont étudié le rôle du strontium et du phosphore dans l'alliage Al-6%Si-3.5%Cu (319). En effet, on a constaté que pour des taux de refroidissement lents, le strontium (jusqu'à 600 ppm) est largement efficace dans la fragmentation et la décomposition de la phase β -Al₅FeSi. Dans les concentrations élevées en strontium, on a

observé également la décomposition de la phase β -Al₅FeSi par le rejet du silicium. Cette phase en silicium est riche en strontium. Au niveau 1.5 % en poids de fer, les aiguilles sont produites en quantité excessive (nombre et taille), même à un taux de refroidissement élevé. L'addition de phosphore (~ 100 ppm) favorise la formation de la phase β -fer en grande quantité. Le métal liquide surchauffant à 900 °C dissout une grande partie de AlP et, par conséquent, de la quantité de β -fer formée.

De façon générale, le phosphore interfère sur la modification par le Sr, le Na ou le Sb; et les alliages avec des niveaux plus élevés de phosphore exigent de grandes concentrations de modificateur, afin de produire une structure acceptable du métal liquide. Si la concentration en phosphore est réduite à moins de 1 ppm, un alliage Al-Si sera solidifié avec une structure lamellaire, sans addition d'agent de modification. Ainsi, nous pouvons considérer la structure "normale" de ce type d'alliages comme lamellaire. Seules les teneurs plus élevées en phosphore, liées aux alliages commerciaux, font solidifier le silicium eutectique sous une forme aciculaire.

Des concentrations plus élevées de modificateur exigent des niveaux plus élevés de phosphore. Ceci implique une réaction d'une certaine sorte entre le modificateur et le phosphore. Plusieurs réactions chimiques complexes ont lieu dans les alliages liquides de fonderie. Garat et Scalliet³⁶ ont montré la présence de composés intermétalliques dans un alliage modifié contenant des quantités mesurables de phosphore. La figure 22 illustre l'interaction entre le strontium et le phosphore dans l'alliage A356.

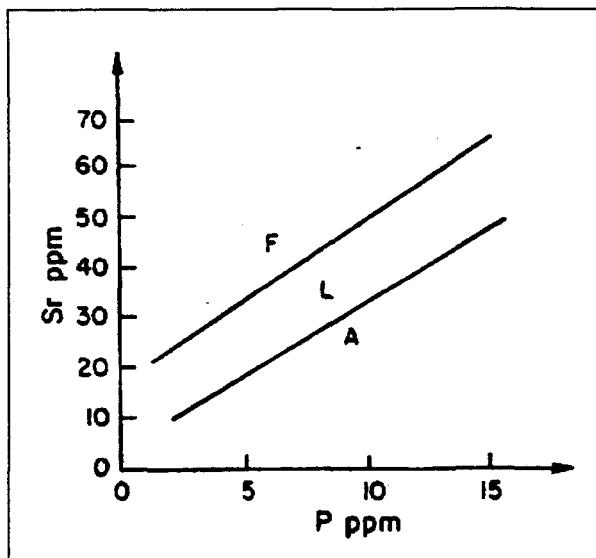


Figure 22. Interaction Strontium - Phosphore dans l'alliage A356 (F = fibreuse, L = lamellaire, A = aciculaire)³⁶.

2.3.4 Influence des éléments d'alliages

Si la phase β -Al₅FeSi est fragmentée par le strontium, le manganèse transforme les aiguilles/plaquettes en écriture chinoise, ce qui est moins nuisible aux propriétés mécaniques de l'alliage et ce qui améliore la coulabilité en minimisant la formation de retassures. Quant au beryllium, il est efficace à la fois en affinant la phase β et/ou en la transformant en une nouvelle phase de type BeSiFe₂Al₈³⁷.

2.3.4.1 Influence du manganèse

Dans les alliages de fonderie, le manganèse est considéré comme une impureté. Étant plus efficace que le chrome, le nickel, le cobalt et le molybdène³⁷, il joue un rôle important dans ces alliages puisqu'il modifie les composés de fer de la forme β à α ³⁸.

L'addition de manganèse favorise la formation des intermétalliques (Al-Fe-Mn-Si) qui peuvent, suivant les conditions de solidification, se précipiter en trois morphologies différentes :

- en écriture chinoise, moins nuisible aux propriétés mécaniques;
- en phase β , soit en forme aiguilles ou en plaquettes, suivant la coupe réalisée;
- en phase polygonale ou en forme d'étoile.

En l'absence complète de manganèse, Narayanan *et al.*^{19, 20} ont remarqué que l'alliage 319, avec 1% en poids de fer, se précipite uniquement en phase β . Lorsque le pourcentage en fer est supérieur à 0.45 %³⁸, il est préférable que la concentration du manganèse soit de moitié de celle du fer (le rapport massique Mn/Fe = 1/2), ce qui élimine en grande partie la formation de la phase β -Al₅FeSi et améliore, par conséquent, les propriétés mécaniques de l'alliage. Jonason³⁹ signale que l'addition de manganèse entraîne une augmentation significative du pourcentage en volume des intermétalliques pour un niveau donné de fer, cela est du à la cristallisation de la phase α -Al₁₅(Fe,Mn)₃Si₂ plutôt que de la phase β -Al₅FeSi, ce qui rend l'alliage plus résistant à la propagation de fissures.

2.3.4.2 Influence du beryllium

Le beryllium (Be) est utilisé dans les alliages Al-Si pour réduire l'oxydation du magnésium dans le métal liquide. Le beryllium améliore la fluidité et la coulabilité des alliages d'automobile. Certains chercheurs ont remarqué la précipitation d'une nouvelle

phase BeSiFeAl₈, qui a une forme polygonale ou écriture chinoise³⁸ lorsque le beryllium est ajouté aux alliages de type Al-7% Si-0.3% Mg-0.6% Fe. Cette nouvelle phase se situe principalement dans les zones dendritiques alors que la phase β prend lieu dans les régions interdendritiques⁴⁰. À cause de sa toxicité, le beryllium est employé en faible quantité (0.01- 0.05 %).

2.3.4.3 Influence du magnésium

Le magnésium est souvent utilisé dans les alliages de la famille Al-Si avec des compositions variant de 0.070 à 0.40 %, dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques de ces alliages par la précipitation de la phase durcissante Mg₂Si. Cette dernière montre une solubilité limite de 0.70 % de magnésium; au-delà de cette limite, il n'y a plus de durcissement de l'alliage. En ajoutant du Mg aux alliages commerciaux de type A319, la phase β -Al₅FeSi se convertit en une nouvelle phase Al₅Mg₃FeSi₆³³. Tandis que l'addition du magnésium accroît la fraction volumique de cette phase, cette même addition produit une réduction de la température de la réaction silicium eutectique.

2.3.5 Traitement thermique hors-équilibre

Les techniques conventionnelles de traitement thermique dans les alliages Al-Si, qui réalisent des propriétés mécaniques optimales, sont limitées aux processus de durcissement structural par précipitation causés par la présence de particules de deuxième phase et de sphéroïdisation des particules de silicium¹. Les composés intermétalliques de fer présents dans la microstructure de ces alliages sont stables et ne se dissolvent pas

pendant les traitements thermiques conventionnels (équilibre).

Le traitement thermique hors-équilibre a été suggéré par Shimizu *et al.*⁴¹ pour l'alliage de type Al-7%Si-3%Cu. Ce traitement comporte un traitement thermique régulier T6 mais avec une température de solution plus haute que la température finale de solidification, c'est-à-dire la température de l'eutectique Al-Al₂Cu (525 °C).

Apelian⁴² a étudié l'effet de la température (505 – 515 °C) et le temps de la mise en solution sur les propriétés mécaniques des alliages de type 319. Il a observé que le silicium, la phase du cuivre CuAl₂, l'écriture chinoise et la phase β sont tous soumis à un processus de fragmentation.

La dissolution des intermétalliques de fer a été l'objet d'études de plusieurs chercheurs. Elle s'améliore avec l'augmentation de la température de la mise en solution. Le traitement thermique hors-équilibre augmente la résistance mécanique des alliages Al-Si de haute teneur en fer, jusqu'à ce qu'une température de solution critique soit atteinte. Au-dessus de cette température, une quantité importante de phases liquides est formée en raison de la fusion des joints de grains et des dendrites. En observant la microstructure et en mesurant les propriétés mécaniques, Narayanan *et al.*¹ ont étudié l'effet du traitement hors-équilibre sur l'alliage Al-6%Si-3.5%Cu-0.3%Mg-1%Fe. Ils ont trouvé que le traitement thermique optimal qui dissout la quantité maximale de fer intermétallique se situe entre 515 °C et 520 °C. Les températures utilisées pour les traitements de mise en solution à l'équilibre et hors-équilibre sont illustrées par la figure 23.

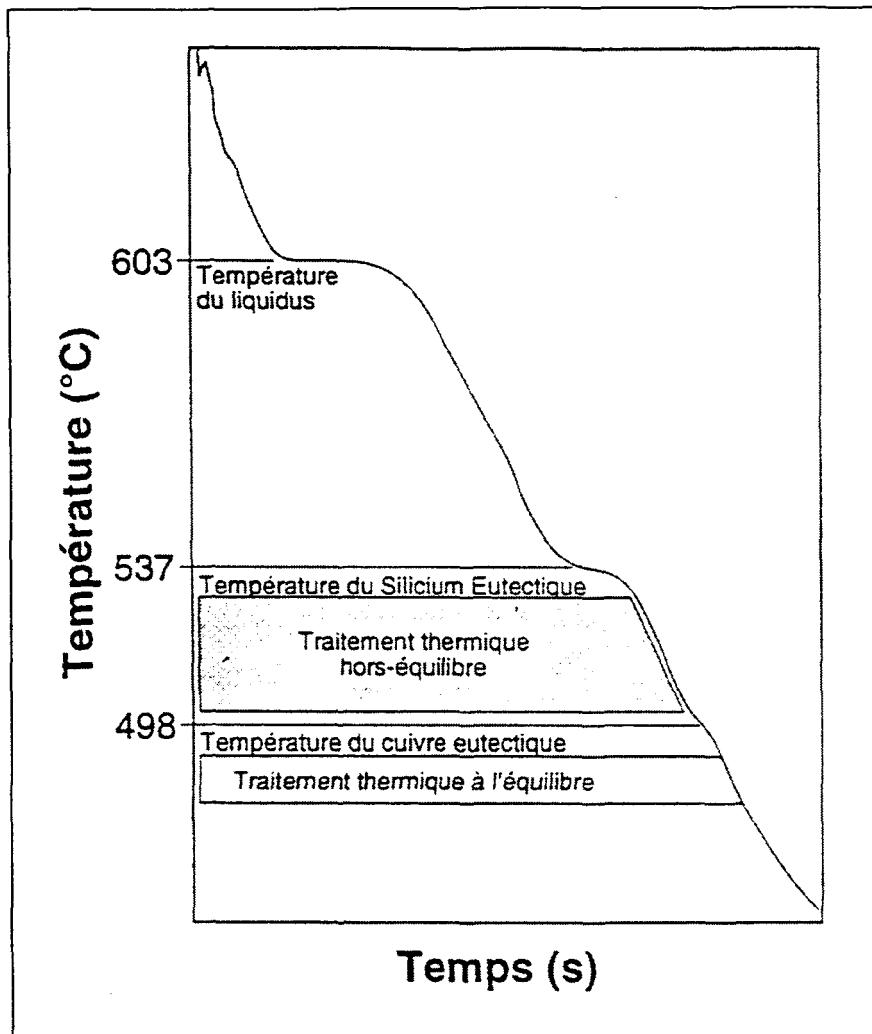


Figure 23. Température de la mise en solution à l'équilibre et hors-équilibre¹.

En l'absence du manganèse, et pour trois températures de solution différentes, Narayanan *et al.*¹ ont observé que la phase β -Fe ne montre de changements, ni dans la taille ni dans la forme des particules, à la température 485 °C (traitement thermique à l'équilibre). Cependant, à température élevée de traitement de solution (535 °C), la phase β -Fe prend une forme imposante et sphérique suite à la fragmentation et à la dissolution initiale¹. La présence du manganèse ne semble pas influencer le processus de

sphéroïdisation de la phase de silicium. De même, on observe que la phase de cuivre se dissout rapidement lorsque la température excède 500 °C.

La précipitation des aiguilles/plaquettes se produit dans la zone liquide-solide, c'est-à-dire durant la réaction pré-eutectique. Des observations faites par Mascré²³ confirment que ces aiguilles détériorent les propriétés mécaniques de l'alliage. À l'opposé, les aiguilles qui se précipitent pendant les réactions co-eutectiques et post-eutectiques peuvent perfectionner les dites propriétés. Selon Hajas⁴³ et Bonsack⁴⁴, la présence du fer en grande quantité (plus de 0.5 %) augmente la dureté de l'alliage, mais elle entraîne une réduction considérable dans la ductilité du matériel.

Avec l'augmentation de la température de mise en solution, les plaquettes de la phase β commencent à se dissoudre lentement d'une manière non-uniforme le long des bordures. À la différence de la phase β , la phase α ne subit aucune dissolution appréciable à aucune des températures de traitement de solution, suggérant ainsi que la phase α est beaucoup plus stable que la phase β . Dans des conditions normales de traitements thermiques, les intermétalliques de fer ne subissent aucun changement. Selon Griger *et al.*⁴⁵, la phase β -Al₅FeSi ne se dissout pas avec un contenu plus élevé de silicium, mais sa morphologie est légèrement modifiée par un traitement thermique. Avec l'addition d'un peu de manganèse ou de chrome, la phase α devient plus stable. Par conséquent, et comme rapporté par Gustafson *et al.*⁴⁶, aucun changement de taille, de nombre ou de morphologie des phases α et β n'est noté pendant le traitement thermique T6 lorsqu'il s'agit d'alliages contenant peu de manganèse ou peu de chrome.

Le processus de dissolution de la phase β se résume comme suit : la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ ne se dissout pas aux traitements thermiques à l'équilibre, c'est-à-dire aux traitements de solution dont les températures sont inférieures à 500 °C; cependant, la fragmentation et la dissolution des particules de cette phase se produisent à leurs bouts avec des traitements thermiques hors-équilibre. La facilité de dissolution s'accroît avec l'augmentation de la température de solution. À basses températures de solution, les plaquettes $\beta\text{-Fe}$ subissent une striction, se séparent en segments et maintiennent leur morphologie originale, ce qui entraîne une diminution de leur longueur moyenne. Comme l'explique Narayanan *et al.*¹, la dissolution de la phase β a lieu principalement aux extrémités des aiguilles plutôt que sur ces côtés. À la matrice, la solubilité du fer et du silicium de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ n'est pas constante en raison de l'imperfection de cette phase et des petites crevasses (défauts) qu'elle contient.

La figure 24 illustre la fragmentation et la dissolution de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. La solubilité du fer et du silicium est supérieure aux points A (endroits de crevasses) et aux points B (bouts). Durant le traitement à hautes températures, le transfert de masse du corps dissous se produit dans des secteurs d'énergie élevée.

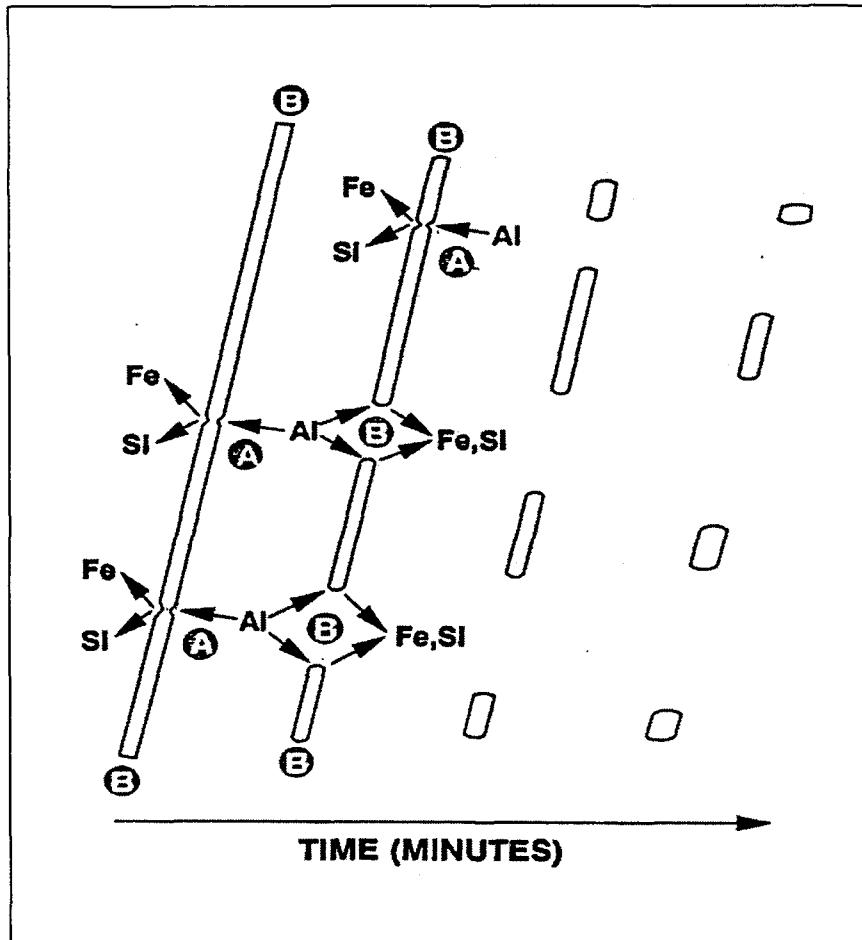


Figure 24. Illustration schématique du mécanisme de fragmentation et de dissolution de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}^1$.

Villeneuve et Samuel⁴⁷ ont montré un autre processus de fragmentation de la phase β (figure 25). Selon les mêmes auteurs, la dissolution des aiguilles/plaquettes se produit par la réjection du silicium le long de celles-ci. En effet, les atomes de fer et de silicium sont rejetés vers la matrice d'aluminium et sont remplacés par des atomes d'aluminium, causant alors la décomposition de la phase Al_5FeSi en Al_6Fe . Cette décomposition peut être exprimée par la réaction suivante : $\text{Al} + \text{Al}_5\text{FeSi} \rightarrow \text{Al}_6\text{Fe} + \text{Si}$.

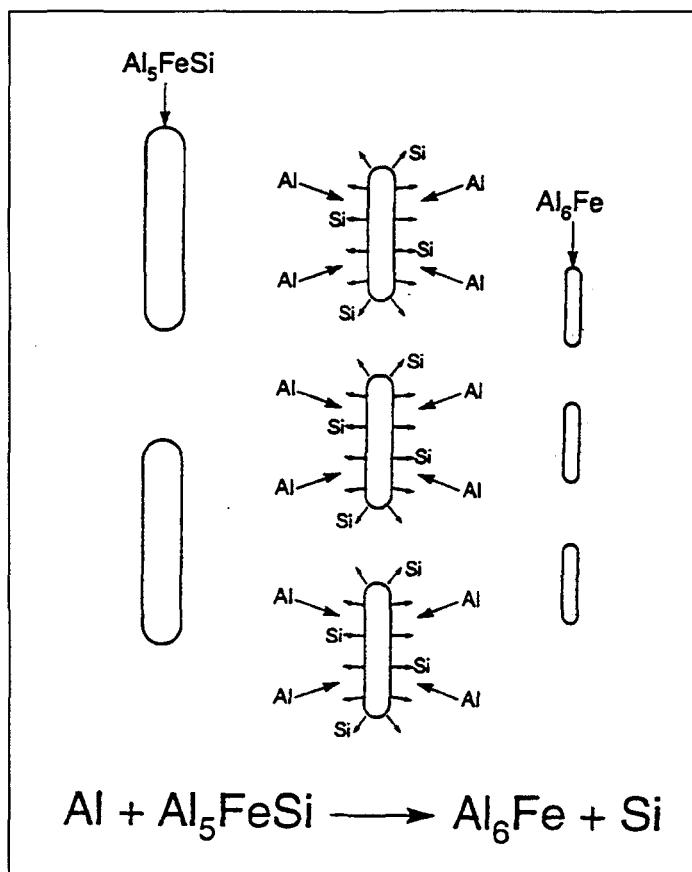


Figure 25. Décomposition de la phase β -Al₅FeSi durant le traitement thermique de mise en solution⁴⁷.

Zhu et Liu⁴⁸ ont suggéré plusieurs facteurs affectant la dissolution de cette phase: plaquettes courtes et minces, plus d'aiguilles fragmentées, température et temps élevés de traitement thermique, état moyen élevé d'énergie facilitant la dissolution de la phase β . Narayanan *et al.*¹ ont remarqué que, pour l'alliage 319 contenant 1% de fer, la dissolution de la phase β par une mise en solution entre 515 °C et 520 °C améliore la limite ultime.

Dans cet intervalle de température, une grande quantité d'intermétalliques de fer est dissoute dans la matrice d'aluminium. En effet, les propriétés mécaniques sont modifiées par les traitements thermiques. Pour tous les niveaux du taux de

refroidissement, l'ajout de fer diminue la limite élastique, la résistance à la traction et l'allongement à la rupture. Les traitements hors-équilibre améliorent la résistance des alliages contenant une haute teneur en fer, les rendant égaux à ceux de basse concentration de fer. La figure 26 montre l'influence du traitement thermique sur la limite ultime de l'alliage 319¹.

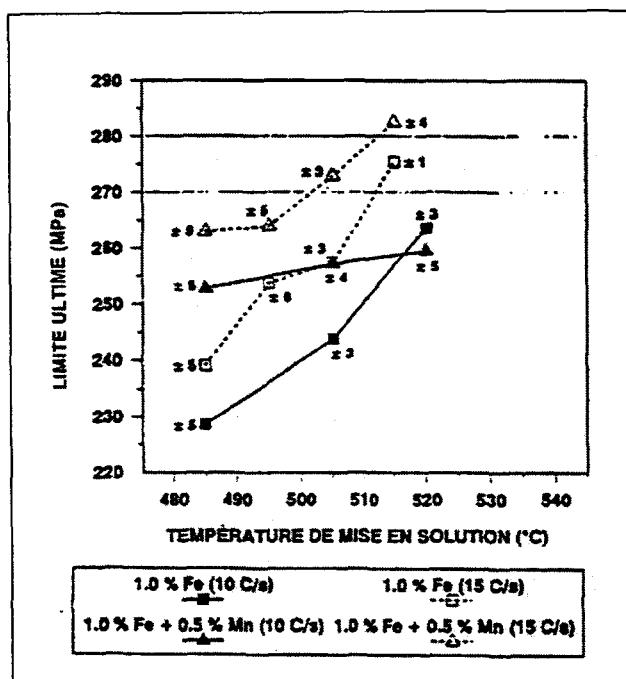


Figure 26. L'effet du traitement thermique hors-équilibre sur la limite ultime de l'alliage 319¹.

2.3.6 La surchauffe

La surchauffe est une méthode utilisée pour minimiser les effets nuisibles du fer dans les alliages Al-Si, éliminant ainsi les germes d'oxydes qui précipitent certaines phases à températures plus élevées. Elle transforme la phase β -Fe en écriture chinoise²⁰. La surchauffe et la solidification rapide diminuent l'espace interdendritique (EID), la

taille des constituants de l'eutectique et la taille des grains; par contre, le temps réel de refroidissement augmente⁴⁹. Awano et Shimizu²² ont observé qu'en surchauffant le métal avant la coulée, il était possible de neutraliser les effets nuisibles du fer et d'éliminer la phase β sans même y ajouter d'autres éléments; cette méthode demande cependant une consommation d'énergie élevée. Ces mêmes auteurs ont étudié la relation entre la température de surchauffe et les phases de fer formées; et ils ont remarqué l'importance de maintenir en faible concentration des éléments tels que le Fe, le Si, le Mg et l'importance aussi d'appliquer des taux de solidification rapides afin de favoriser la précipitation totale du fer sous forme d'écriture chinoise.

Awano et Shimizu²² ont travaillé sur des alliages hypoeutectiques Al-Si ayant différentes concentrations en fer. Les composés de fer dans l'alliage Al-6%Si-0.25%Fe se sont cristallisés sous forme d'aiguilles et d'écriture chinoise lorsque la température de surchauffe était au-dessous de 785 °C, bien que normalement ces composés se retrouvent sous forme de phase α -Fe uniquement au-dessus de 795 °C. Pour l'alliage Al-6%Si-0.4%Fe, les intermétalliques sont cristallisés en écriture chinoise lorsque la température était au-dessus de 790 °C. Pour une température se situant entre 790 °C et 815 °C, une quantité minime de composés de fer sous forme de phase β a été observée. Quand le métal liquide est surchauffé au-dessus de 815 °C, les intermétalliques se précipitent en phase α -Fe seulement. Dans les alliages contenant 0.5 et 0.55 % de fer, même lorsque le métal liquide est surchauffé à une température dépassant 950 °C, on a constaté la présence des deux phases α et β . La figure suivante montre l'effet de la surchauffe et du fer sur les structures des intermétalliques pour l'alliage Al-Si.

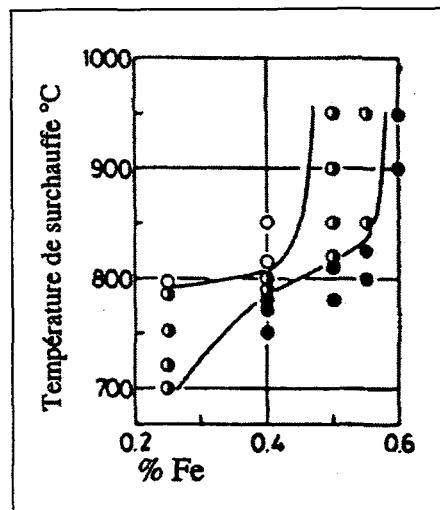


Figure 27. Effet de la surchauffe et du fer sur les structures cristallisées des intermétalliques de fer pour l'alliage hypoeutectique Al-Si²².

2.3.6.1 Les effets de l'histoire thermique et le temps de maintien

Dans l'alliage Al-6%Si-0.4%Fe, le changement de la forme des intermétalliques de fer a été étudié s'il est affecté par l'histoire thermique du métal en fusion après la surchauffe. Après la surchauffe à 850 °C, l'histoire thermique a été modifiée de quatre manières:

1. une coulée instantanée à 850 °C après un chauffage à cette température.
2. après un chauffage à 850 °C, le métal en fusion est immédiatement refroidi à l'air et coulé à 700 °C.
3. après une surchauffe à 850 °C, le métal liquide est maintenu à cette température durant 20 minutes, puis la fournaise est refroidie à la température de 750 °C. Le métal en fusion est maintenu à 750 °C pendant 120 minutes, puis refroidi à l'air jusqu'à 700 °C, ensuite coulé à cette température.
4. après être maintenue à 850 °C pendant 10 minutes, la fournaise est refroidie à

650 °C, le métal en fusion est maintenu à cette température pour une période de 370 minutes, puis ramené à la température 700 °C et coulé.

Dans toutes les conditions soumises aux histoires thermiques, les composés de fer ne se cristallisent pas sous forme d'aiguilles/plaquettes (phase β -Fe), mais sous forme d'écriture chinoise (forme α -Fe). Par conséquent, on a confirmé que l'histoire thermique n'a pas affecté la morphologie des intermétalliques de fer²².

2.3.6.2 L'effet de la surchauffe sur les propriétés mécaniques

La dureté des alliages traités avec un traitement thermique T6 n'a pas connu de changement²². Selon Shimizu et Awano²², la dureté reste indépendante de la teneur en fer et de la température de surchauffe. Dans le cas des moulings obtenus par compression, les composés AlFeSi (en forme d'écriture chinoise) n'ont pas montré une forme particulière pouvant être vue dans les coulées dans un moule de sable, bien qu'ils soient distinguables de la forme de la phase β ou des lignes droites. La résistance à la traction, pour tous les niveaux de fer, a été à peine affectée par l'altitude de la température de surchauffe de 750 °C à 850 °C (voir figure 28). Cependant, la ténacité a été remarquablement augmentée. La réduction de la surface des barreaux de traction avec 0.5 % de fer était presque égale à celle avec 0.1 % Fe. Il y a eu augmentation de l'effet d'entaille du composé AlFeSi cristallisé. La grande partie des intermétalliques dans l'alliage contenant 0.5% de fer se cristallise sous la forme d'écriture chinoise quand il est surchauffé à 850 °C, alors que les composés AlFeSi se cristallisent sous la forme α et la forme β s'ils sont surchauffés à 750 °C. La ténacité accrue par l'altitude de la température

de surchauffe à 850 °C peut être expliquée non seulement par la cristallisation des intermétalliques en écriture chinoise, mais également par la réduction de la dimension particulière des composantes en forme d'aiguilles.

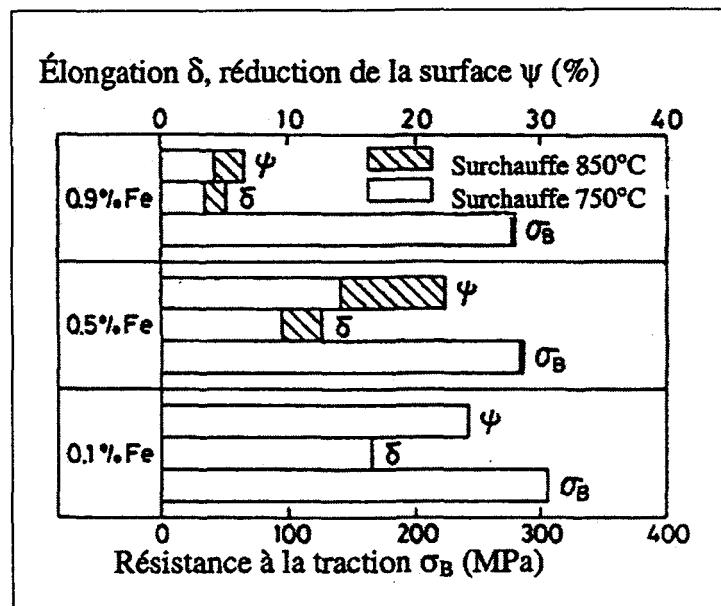


Figure 28. Effet du fer sur les propriétés mécaniques des barreaux de traction après traitement thermique T6 de l'alliage Al-7%Si-0.3%Mg, surchauffé à 750 °C et 850 °C²².

CHAPITRE III

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

CHAPITRE III

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

3.1 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

3.1.1 Alliage de base

L'alliage d'aluminium utilisé dans ce projet est le A319 (Al-6.5%Si-3.5%Cu). On retrouve cet alliage dans la fabrication des têtes de cylindres des moteurs à essence, et dans d'autres applications où l'on demande une bonne coulabilité et une bonne soudabilité. La composition chimique de cet alliage est donnée au tableau suivant :

Tableau 5. Composition chimique de l'alliage A319 (Al-6.5% Si-3.5% Cu).

Élément	Si	Cu	Fe	Mg	Mn	Ni	Pb	Cr	Sn	Ti	Zn
% en poids	5.81	3.25	0.02	0.01	0.08	-	-	-	-	0.07	0.07

On a ajouté à l'alliage de base A319 différentes quantités de strontium, de phosphore et de fer; ces alliages ont été préparés à la fonderie de la chaire industrielle TAMILA, située à l'Université du Québec à Chicoutimi. En effet, des quantités en strontium variant de 2 à 202 ppm, et des quantités en phosphore allant de 13 à 116 ppm sont ajoutées pour chaque niveau de fer.

3.1.2 Analyse thermique

L'analyse thermique concerne tous les alliages, et est utilisée pour l'identification

de toutes les phases qui se forment pendant la solidification du métal liquide. Tous les alliages sont coulés dans un moule en graphite préchauffé à 600 °C. Les données relatives à l'analyse thermique ont été mesurées grâce à des thermocouples de type K, de 0.3 mm de diamètre. Pendant le refroidissement, les données ont été enregistrées au moyen d'un ordinateur permettant une acquisition de données à haute vitesse, à raison de cinq mesures par seconde. Les courbes de refroidissement ainsi obtenues sont accompagnées d'une analyse thermique de dérivée première (dT/dt). La figure 29 montre la position des thermocouples dans le moule graphite.

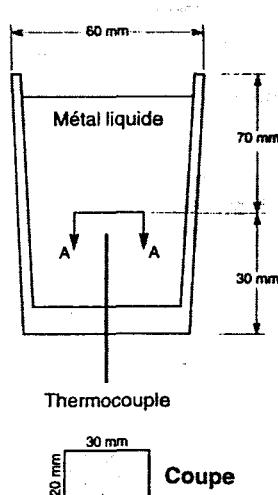


Figure 29. Moule graphite.

Deux températures de surchauffe sont utilisées : 750 °C et 950 °C. Pour chaque température, 20 alliages de différentes compositions seront destinés à l'analyse thermique et métallographique. La figure 30 montre les diverses opérations de préparation de ces alliages.

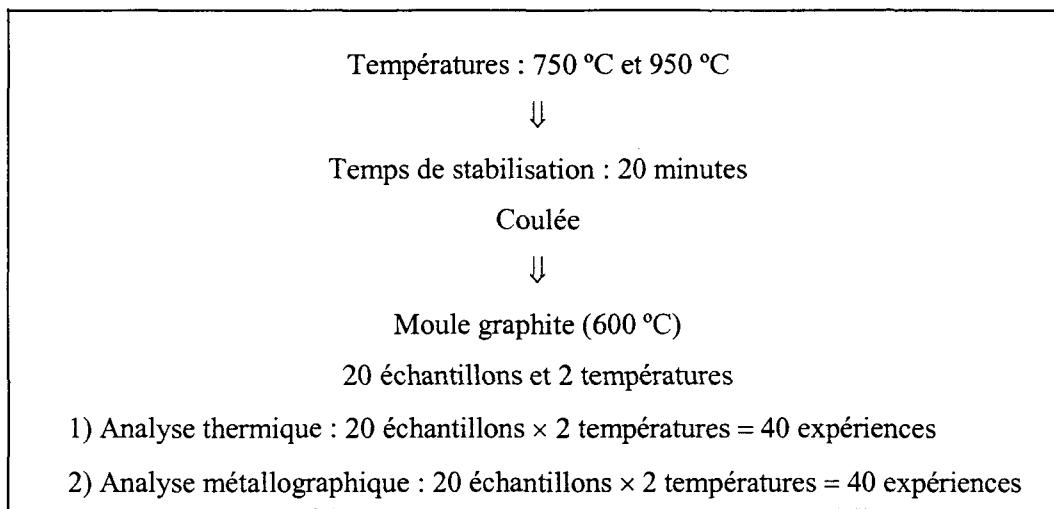


Figure 30. Procédure de préparation des alliages.

Les compositions chimiques des alliages utilisés dans l’analyse thermique pour ces deux températures (750 °C et 950 °C) sont présentées aux tableaux 6 et 7 respectivement.

Tableau 6. Composition chimique des alliages coulés à 750 °C (% en poids).

Élément Code \	Si	Cu	Fe	Sr	P
H1T1*	5.78	3.14	0.09	0.0002	0.0016
H2T1	6.05	3.59	0.31	0.0119	0.0014
H3T1	5.88	3.49	0.24	0.0087	0.0020
H4T1	5.95	3.56	0.11	0.0140	0.0019
H5T1	6.18	3.84	0.14	0.0072	0.0028
H6T1*	6.02	3.36	0.28	0.0002	0.0018
H7T1	6.01	3.69	0.33	0.0117	0.0016
H8T1	5.71	3.59	0.33	0.0127	0.0025
H9T1	6.28	3.92	0.40	0.0039	0.0037
H10T1	6.04	3.45	0.26	0.0107	0.0031
H11T1*	6.03	3.12	0.52	0.0002	0.0015

Tableau 6 (suite) :

H12T1	5.84	3.43	0.61	0.0053	0.0013
H13T1	5.89	3.67	0.74	0.0067	0.0031
H14T1	5.97	3.58	0.71	0.0065	0.0031
H15T1	5.99	3.85	0.67	0.0067	0.0042
H16T1*	5.82	3.27	1.14	0.0002	0.0014
H17T1	6.04	3.25	1.02	0.0073	0.0015
H18T1	6.18	3.53	1.22	0.0114	0.0032
H19T1	6.07	3.46	1.06	0.0086	0.0042
H20T1	5.78	3.39	1.00	0.0126	0.0033

* alliage de base pour chaque groupe d'expériences.

Tableau 7. Composition chimique des alliages coulés à 950 °C (% en poids).

Élément Code \	Si	Cu	Fe	Sr	P
H1T2*	6.46	3.64	0.12	0.0002	0.0017
H2T2	6.73	3.34	0.14	0.0087	0.0017
H3T2	6.31	3.59	0.11	0.0107	0.0058
H4T2	6.42	3.71	0.13	0.0109	0.0049
H5T2	6.45	3.95	0.18	0.0202	0.0087
H6T2*	6.55	3.57	0.38	0.0002	0.0017
H7T2	6.53	3.67	0.34	0.0170	0.0016
H8T2	6.91	3.71	0.32	0.0123	0.0075
H9T2	5.92	3.97	0.38	0.0133	0.0112
H10T2	6.13	4.00	0.34	0.0117	0.0120
H11T2*	6.74	3.39	0.90	0.0002	0.0022
H12T2	6.73	3.57	0.87	0.0165	0.0016
H13T2	6.36	3.40	0.77	0.0186	0.0060
H14T2	6.48	3.73	0.86	0.0103	0.0067
H15T2	5.87	3.86	0.82	0.0109	0.0081
H16T2*	8.22	3.35	1.29	0.0003	0.0032
H17T2	6.20	3.23	1.27	0.0164	0.0015
H18T2	6.29	3.36	1.32	0.0091	0.0065
H19T2	6.04	3.37	1.22	0.0126	0.0116
H20T2	6.91	3.56	1.30	0.0124	0.0091

* alliage de base pour chaque groupe d'expériences.

3.1.3 Préparation des éprouvettes de traction

Les alliages, placés dans un creuset en carbure de silicium de 28 Kg, ont été fondus à l'aide d'une fournaise électrique à 750 °C et à 950 °C. Le métal liquide a été dégazé par l'argon pur, injecté par un agitateur de graphite tournant à 150 rpm. Le dégazage a pour but de réduire la quantité d'hydrogène gazeux soluble dans le métal et d'enlever simultanément les oxydes. La figure 31 illustre l'appareil utilisé pour la procédure de dégazage.

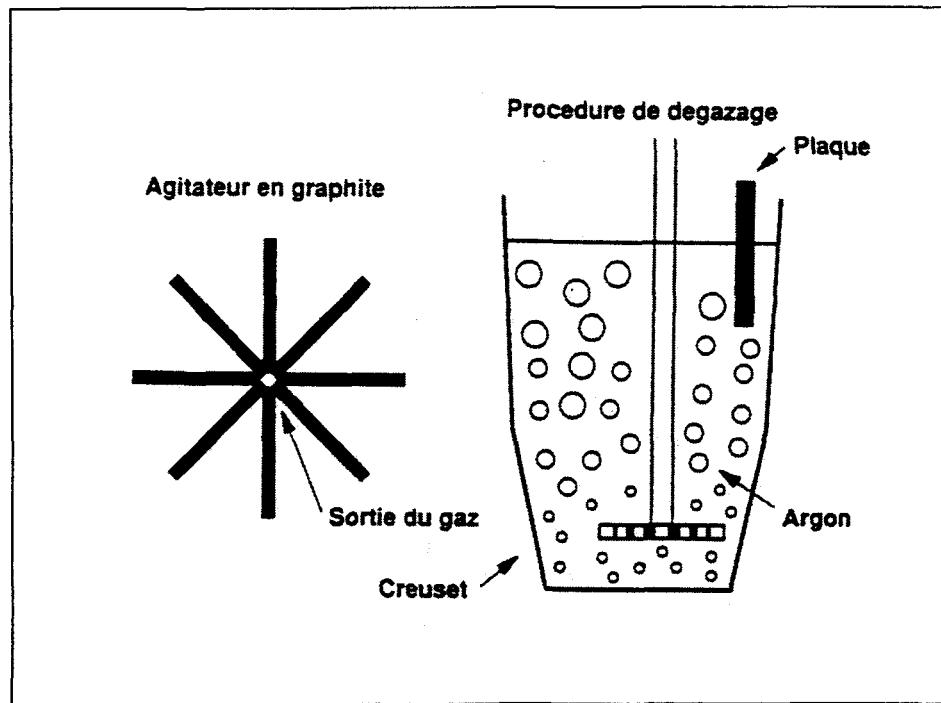


Figure 31. Schéma de montage pour l'opération de dégazage.

Les additions de strontium, de phosphore et de fer ont été effectuées une fois le processus de liquéfaction du métal commencé. Toutes ces conditions ont été réalisées grâce, respectivement, à des alliages mères tels que : Al-10%Sr, Cu-8%P, Al-25%Fe.

L'affinement de la taille du grain est fait par l'addition de TiB_2 sous forme de morceaux d'alliage mère Al-5%Ti-1%B. Toutes les coulées ont été faites dans des conditions optimales d'humidité (12 – 15 %). Les barreaux de traction on été obtenus en coulant chaque alliage dans un moule permanent Stahl (type ASTM B-108), préchauffé à une température de 400 °C pour favoriser un bon moulage. La figure 32 montre le schéma et les dimensions de la pièce obtenue avec ce type de moule.

On a appliqué un revêtement de graphite sur la surface du moule, dont l'échantillon doit avoir un diamètre de 12.5 mm afin d'obtenir pour cette zone un refroidissement plus rapide. Les autres parties du moule sont recouvertes d'un réfractaire de type vermiculite. Ce revêtement est plus isolant et permet un refroidissement plus lent, afin d'améliorer l'alimentation du moule par le métal liquide.

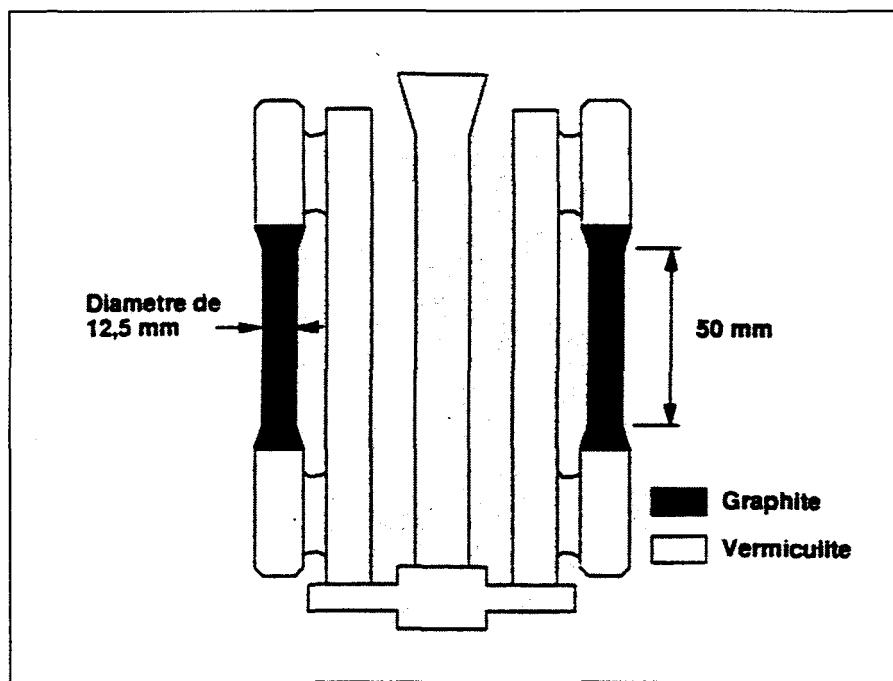


Figure 32. Schéma de la pièce obtenue avec le moule STAHL.

Les compositions chimiques des alliages utilisés dans l'analyse mécanique, pour une température de 750 °C, sont présentées au tableau 8.

Tableau 8. Composition chimique (% en poids) des échantillons coulés à 750 °C et utilisés pour les barreaux de traction.

Élément Code \	Si	Cu	Fe	Sr	P
A	5.93	3.66	0.24	< 0.0002	0.0010
AP	6.02	3.89	0.25	< 0.0002	0.0028
AS	5.98	3.73	0.11	0.00150	0.0023
APS	6.01	3.84	0.24	0.00160	0.0038
B	5.95	3.56	0.28	< 0.0002	0.0022
BP	5.81	3.63	0.27	< 0.0002	0.0046
BS	5.85	3.72	0.31	0.0139	0.0025
BPS	5.98	3.64	0.27	0.0140	0.0055
C	5.89	3.44	0.74	< 0.0002	0.0024
CP	6.17	3.81	0.80	< 0.0002	0.0032
CS	6.05	3.87	0.65	0.0135	0.0028
CPS	6.01	3.69	0.77	0.0173	0.0039
D	5.69	3.51	1.16	< 0.0002	0.0037
DP	5.65	3.58	1.12	< 0.0002	0.0041
DS	5.75	3.61	0.93	0.0114	0.0030
DPS	5.71	3.66	1.15	0.0125	0.0047

3.2 TRAITEMENT THERMIQUE T6

Les traitements de mise en solution et de vieillissement ont été effectués dans un four à air forcé de type CFD-147, fabriqué par BLUE M ELECTRIC. La circulation de l'air permet de répartir la température uniformément. Le but principal de ce traitement est d'homogénéiser l'alliage et d'obtenir une morphologie du précipité qui entraîne des caractéristiques mécaniques plus élevées, sans détruire d'autres propriétés. En effet, les

échantillons sont placés, en paquet de cinq unités, dans le four où la température est ramenée à 495 °C pour une période de deux heures. La mise en solution a été effectuée à une température de 495 ± 2 °C, pendant huit heures, pour dissoudre les phases solubles dans l'aluminium. Après ce traitement de mise en solution, les échantillons ont été trempés dans un seau contenant 20 litres d'eau, à une température d'environ 60 °C, dans le but de maintenir en sursaturation les phases dissoutes. Le délai entre la fin du traitement de mise en solution et la trempe est inférieur à 5 secondes. Pour s'assurer de l'uniformité des propriétés, les échantillons ont été agités durant la trempe. Enfin, le traitement de vieillissement, d'une durée de cinq heures à 155 °C, a pour objectif la précipitation des phases durcissantes, principalement Mg₂Si et CuAl₂. Quelques minutes après la trempe, les échantillons ont été portés directement au congélateur : il fallait éviter la précipitation, dûe à la température ambiante, avant le début du traitement de vieillissement. La figure 33 montre les paramètres du traitement thermique T6 effectué.

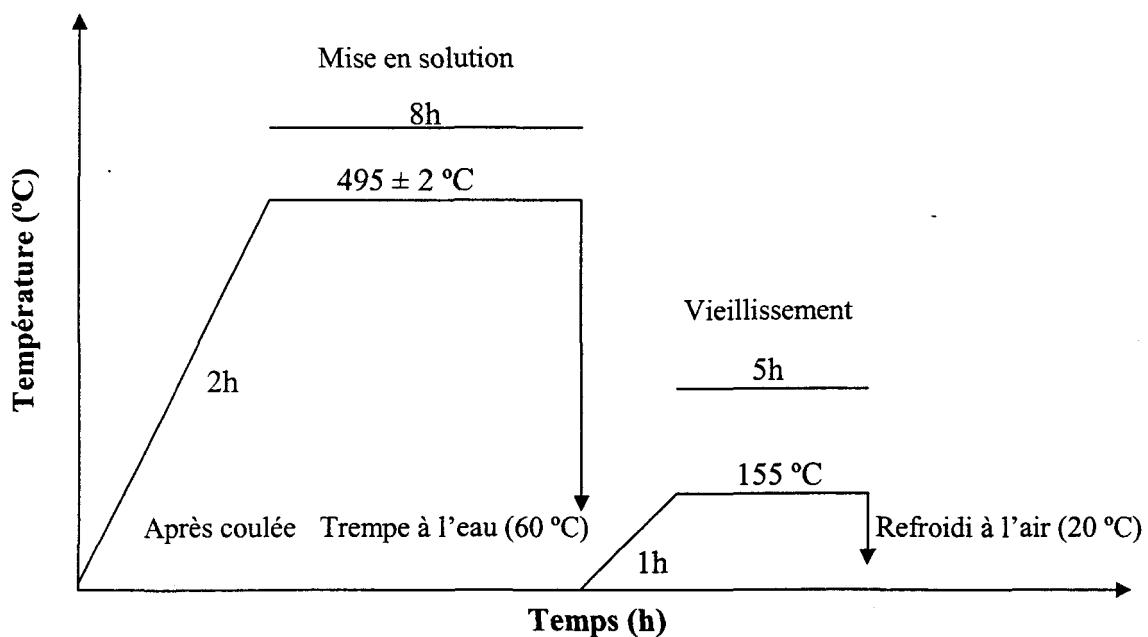


Figure 33. Paramètres du traitement thermique T6.

3.3 ESSAIS DE TRACTION

Des éprouvettes de traction, d'une longueur de 50 mm et d'un diamètre de 12.5 mm, ont été testées au moyen d'une presse INSTRON à une vitesse constante de 0.50 mm/min (0.020 po/min). Les éléments de mesure sont connectés à un système d'acquisition de données relié à la presse. Un logiciel éprouvé transforme au fur et à mesure la force en contrainte et l'allongement, en déformation. Cinq essais par condition ont été réalisés pour obtenir la moyenne et l'écart-type des paramètres suivants : la limite élastique (L.E), la limite ultime (L.U) et l'allongement à la rupture (A%). Seuls les barreaux réalisés à 750 °C ont été testés par la machine Instron. La coulée à haute température de surchauffe (950 °C) n'a pas donné une bonne forme aux éprouvettes de traction, en raison de l'échappement du métal liquide par les fermetures du moule Stahl utilisé. L'opération de dégazage a eu aussi un effet négatif : elle a entraîné la naissance de nouvelles substances telles que les carbures d'aluminium (Al_3C_4). Ces carbures rendent la coulée difficile à réaliser à haute température. Le nombre total de barreaux qui ont été testés se situe approximativement entre 80 et 100, à raison de cinq barreaux pour chaque composition chimique (voir tableau 8).

3.4 MÉTALLOGRAPHIE

Pour obtenir des résultats significatifs, l'analyse métallographique des échantillons de chaque alliage a été faite de façon systématique. Les échantillons destinés à cette analyse ont été préparés selon une technique standard.

3.4.1 Analyse de la phase silicium eutectique

Pour tous les alliages coulés en moule graphite, des échantillons d'une dimension de 2×2 cm ont été coupés dans le même plan de thermocouples, puis pastillés et polis de la même manière. En combinant le microscope optique (OLYMPUS BH2-UMA) à un logiciel analyseur d'images de type LECO 2001, les paramètres suivants ont été mesurés :

- surface moyenne (μm^2) des particules Si et son écart type,
- longueur moyenne (μm) des particules Si et son écart type,
- rapport de la rondeur des particules de silicium (%),
- rapport longueur/largeur,
- densité des particules de silicium (nombre de particules/ mm^2).

Le traitement des images indique différents niveaux de gris de la phase de silicium eutectique; un programme automatique a été effectué pour les analyser. Toutes ces mesures ont été faites sur 50 champs, traversés de façon régulière et systématique, à des agrandissements 200X ou 500X selon que l'alliage était modifié ou non.

3.4.2 Analyse de la phase β -Al₅FeSi

Les deux paramètres de la phase β qui ont été mesurés sont la longueur maximale moyenne et la densité. Pour chaque alliage, les aiguilles les plus longues ont été mesurées à chaque échantillon, selon un parcours systématique de 50 champs sur une surface de 2.5 cm x 2.5 cm. Pour avoir une bonne précision, la longueur a été évaluée par des

agrandissements respectifs de 200× et 500×. Les moyennes et écarts type de la longueur ont été calculés à l'aide du logiciel Microsoft Excel. Quant à la densité, et de la même façon, un balayage systématique de 50 champs a été fait afin de calculer toutes les aiguilles présentes dans chaque champ.

Pour bien couvrir cette étude et pour avoir de bons résultats, différentes techniques avancées ont été utilisées dans ce travail. Parmi ces techniques, citons :

- la microsonde électronique.
- les rayons X à énergie dispersive.
- la spectrométrie des rayons X par longueur d'ondes.
- l'électron retrodiffusé.
- le faisceau secondaire.
- la cartographie étudiant la distribution des éléments dans les phases.

La figure 34 montre la microsonde électronique (JOEL WD/ED combinée au microanalyseur, modèle JXA-8900R) utilisée dans ce travail. Comme l'illustre cette figure, les parties principales sont le microscope électronique, la source des rayons X, la chambre dans laquelle est placé l'échantillon et les cinq sondes électroniques. Les écrans de contrôle sont liés au système ainsi que le microscope optique. Pour identifier la distribution des différentes phases dans la microstructure, on utilise la technique des électrons retrodiffusés. Les mesures qu'on doit respecter sont l'accélération du voltage (20 kv), l'intensité (30 nA) et la taille du faisceau électronique, qui varie de 0 à 1 µm.

Pour obtenir la composition chimique de ces phases, on utilise la technique de la spectroscopie des rayons X par longueur d'ondes. Les mesures considérées sont les mêmes que celles mentionnées dans l'autre technique.



Figure 34. Photo de la microsonde électronique utilisée.

CHAPITRE IV

MESURE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES PAR ESSAIS DE TRACTION

CHAPITRE IV

MESURE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES PAR ESSAIS DE TRACTION

4.1 INTRODUCTION

Plusieurs essais mécaniques sont pratiqués afin de déterminer les caractéristiques mécaniques des alliages. Parmi eux, on cite les essais de traction, les essais de fatigue, les essais de dureté et les essais d'impact. Les résultats obtenus sont en relation directe avec la microstructure de l'alliage, et contribuent à prévoir son comportement dans des conditions réelles d'utilisation.

Dans notre étude, nous avons réalisé un certain nombre d'essais de traction. Les paramètres à mesurer sont la limite ultime (L.U), la limite élastique (L.É) et l'allongement à la rupture (A%). Ces paramètres dépendent directement de l'espace interdendritique (EID), du degré de la modification de la phase silicium eutectique et du type des phases intermétalliques de fer présentes dans la microstructure. Le traitement thermique T6 a été utilisé dans le but d'optimiser les propriétés mécaniques de l'alliage.

4.2 PRÉPARATION DES ÉPROUVENTES DE TRACTION

Les éprouvettes ont été préparées en coulant l'alliage dans un moule permanent Stahl, préchauffé à 400 °C pour obtenir un bon moulage. Le diborure de titane (TiB_2) a été ajouté afin d'affiner la taille du grain et, par conséquent, d'avoir une influence significative sur les propriétés mécaniques des alliages. Avant les coulées, l'opération de

dégazage a été effectuée pour réduire la quantité d'hydrogène gazeux soluble dans le métal liquide et pour enlever les oxydes qui peuvent s'être formés. Comme le montre la figure 35, la solubilité de l'hydrogène dans les alliages 319 augmente significativement avec la température de surchauffe; par conséquent, le pourcentage en poids de l'hydrogène croît dans le métal liquide, d'où l'importance du dégazage. Cependant, l'agitateur en graphite, utilisé à 950 °C, peut entraîner la formation des composés comme les carbures d'aluminium Al_3C_4 , ce qui détériore la forme des éprouvettes lors de la coulée.

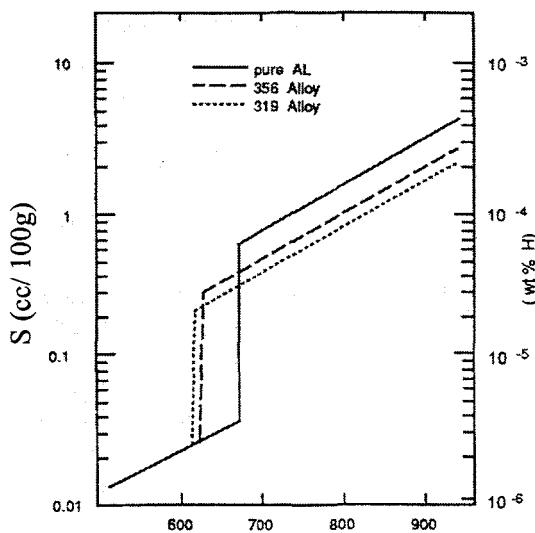


Figure 35. Solubilité estimée de l'hydrogène dans les alliages 319 et 356 comparée à celle dans l'aluminium pur¹³.

Pour les alliages coulés à 950 °C (série 2), il était donc difficile de réaliser un moulage convenable à partir de la température de surchauffe (950 °C). Comme le montre la figure 36, il y a une perte du métal liquide par les fermetures du moule Stahl. Ce résultat est confirmé par les travaux de Saoudi⁵⁰, qui a utilisé ce même alliage 319. Seules les éprouvettes préparées à 750 °C (série 1) ont été testées, au moyen d'une presse Instron et à une vitesse de déplacement constante de 0.5 mm/min (0.02 po/min). Pour chaque

composition chimique, on a préparé cinq éprouvettes. Les valeurs numériques et les écarts type sont présentés dans les annexes.

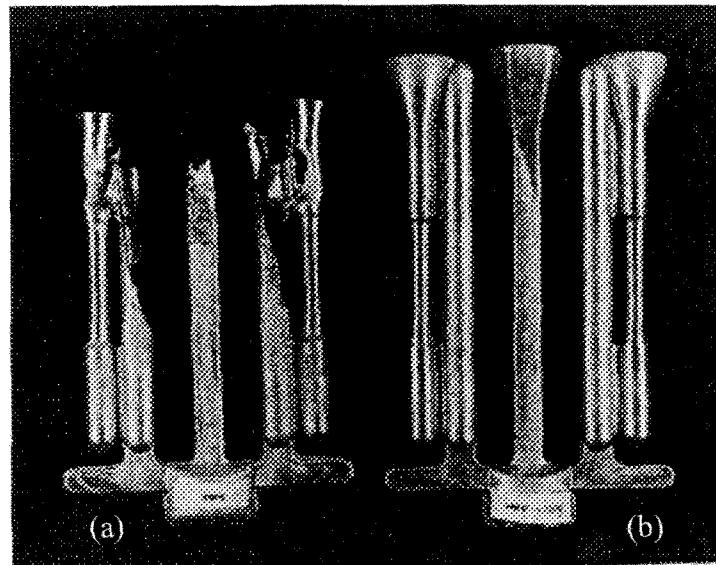


Figure 36. Forme des barreaux de traction.

(a) alliages coulés à 950 °C.

(b) alliages coulés à 750 °C.

Les barreaux de traction ont subi un traitement thermique T6 pour optimiser les propriétés mécaniques. Ce traitement se divise en trois étapes successives : une mise en solution solide à 495 ± 2 °C pendant huit heures, une trempe à l'eau chaude à 60 °C et un vieillissement d'une durée de cinq heures à 155 °C. Les éprouvettes de traction ont été réalisées, traitées et testées par le groupe technique de la chaire TAMLA.

4.3 ANALYSE DES ESSAIS DE TRACTION

Les figures 37(a) et 37(b) montrent respectivement les variations de la limite élastique (L.E) et de la limite ultime (L.U) dans les alliages coulés à 750 °C, en fonction du pourcentage en poids de fer. Comme le montre ces deux diagrammes, il n'y a pas de

corrélation directe entre la diminution de la limite ultime, la limite élastique et l'augmentation de la teneur en fer. Les valeurs de ces deux paramètres diminuent pour atteindre un minimum de 0.8% de teneur en fer, puis elles croissent de nouveau.

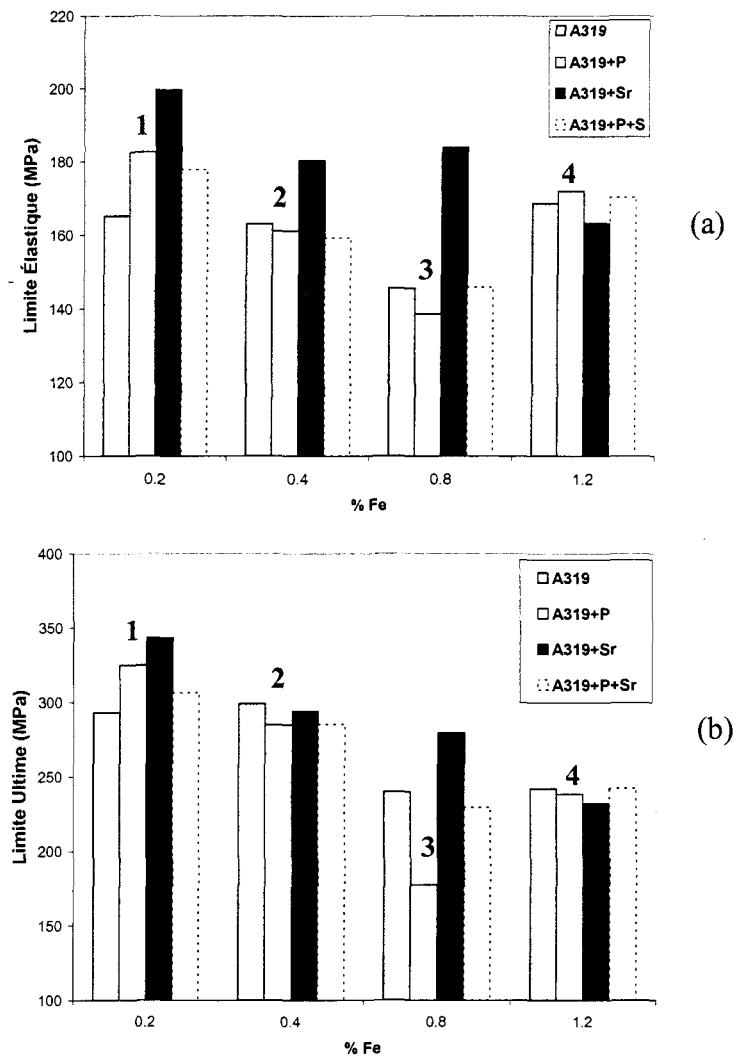


Figure 37. (a) variations de la limite élastique dans les alliages coulés à 750 °C.
(b) variations de la limite ultime dans les alliages coulés à 750 °C.

L'alliage A319 contenant du phosphore présente une des anomalies rencontrées dans les variations de la limite élastique et de la limite ultime (voir les numéros 1 à 4, figure 37). En effet, la limite élastique de cet alliage à basse teneur en fer est de 182 MPa;

elle atteint un minimum de 140 MPa pour une concentration de 0.8% en fer, avant de croître à nouveau pour atteindre un pourcentage de 1.2 en poids de fer. De même pour la limite ultime, qui obtient un maximum de 324 MPa à 0.2% Fe. Cette valeur diminue dramatiquement, atteignant un minimum d'environ de 177 MPa. Quant à l'alliage dont la teneur en fer est élevée (1.2%), la limite ultime augmente de nouveau jusqu'à une valeur de 238 MPa.

Le phosphore a un effet inusité sur ces deux paramètres. Le tableau 9 montre clairement la variation anormale des limites élastiques et ultimes en fonction du pourcentage en poids de fer.

Tableau 9. Limites élastiques et ultimes (alliage A319 + P).

L.É (MPa)	L.U (MPa)	Fer (% en poids)
182	324	0.2
160	282	0.4
140	177	0.8
171	238	1.2

Par contre, lorsque le strontium est présent dans l'alliage, les limites élastiques et ultimes sont améliorées. Cette amélioration est dûe à la fragmentation des plaquettes de la phase β -Al₅FeSi, particulièrement en présence d'une faible teneur en fer. Ma⁵¹ a réalisé une étude détaillée montrant l'effet du fer et du strontium sur les propriétés mécaniques de traction et d'impact des alliages d'aluminium de type 319 et 356; il aura utilisé presque 2000 éprouvettes.

Une certaine réaction chimique entre le strontium et le phosphore tend à minimiser l'effet positif du strontium et à réduire de nouveau les propriétés mécaniques de l'alliage. Par exemple, si l'on considère l'alliage CPS (173 ppm Sr, 39 ppm P), on remarque que la limite ultime passe de 200 MPa à 148 MPa.

Quant à l'allongement à la rupture (A%), la diminution de la ductilité de l'alliage paraît normale en proportion de l'augmentation de la teneur en fer. Cette élongation atteint son maximum surtout quand la teneur en fer est faible. La figure 38 montre bien cette variation, qui est en accord avec les résultats obtenus par d'autres chercheurs.

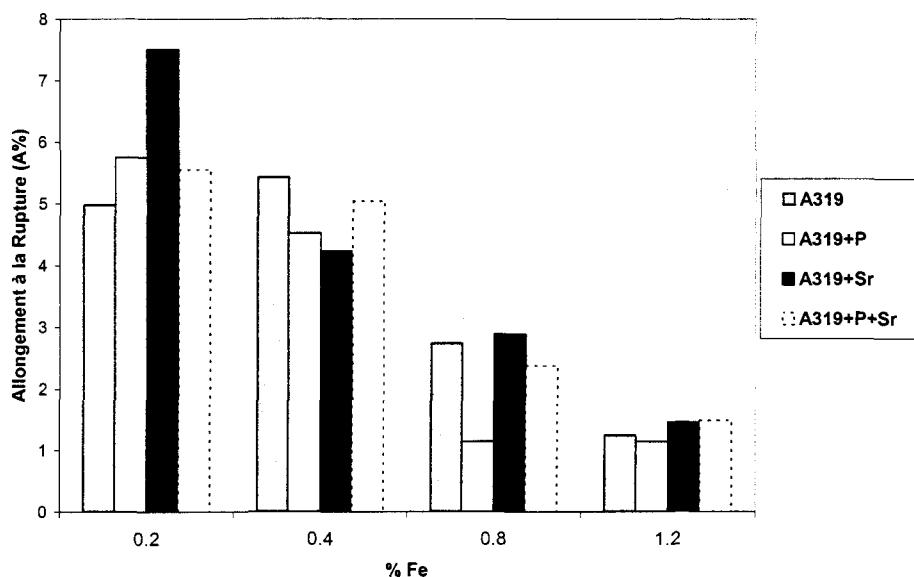


Figure 38. Variations de l'allongement à la rupture dans les alliages coulés à 750 °C.

Comme l'illustrent les figures 37(a) et 37(b), les éprouvettes de traction testées n'ont pas donné de bons résultats, en raison de la complexité de l'alliage utilisé et des différents éléments qui le constituent (fer, silicium, cuivre, phosphore, strontium, titane

de bore, etc.) C'est la raison pour laquelle on a cessé les tests des autres barreaux de traction, pour se concentrer sur l'analyse de la microstructure des alliages. Cette analyse microstructurale a permis d'identifier les différentes phases qui se forment lors de la solidification de l'alliage, d'observer les réactions qui sont en jeu lors de la coulée et de noter la distribution des divers éléments constituant l'alliage.

Pour bien comprendre ce phénomène et pour bien contrôler la variation de ces paramètres, une étude supplémentaire des essais mécaniques (traction, impact, fatigue, dureté) sera effectuée en utilisant plusieurs barreaux pour chaque composition. Cette étude déborde du cadre actuel; elle formera donc une étude indépendante bien développée, par ailleurs.

CHAPITRE V

ANALYSE THERMIQUE

CHAPITRE V

ANALYSE THERMIQUE

5.1 INTRODUCTION

Les propriétés mécaniques de l'alliage A319 sont déterminées essentiellement par les différents éléments microstructuraux qui constituent sa structure: la taille des grains; l'espace interdendritique, les dimensions, la forme et la distribution de la phase eutectique de silicium, la morphologie et la quantité des intermétalliques de fer.

La technique conventionnelle de l'analyse thermique nous permet d'évaluer certains paramètres. Sous sa forme plus simple, l'analyse thermique est basée sur la dépression de la température de l'eutectique lors de la modification. Quand un modificateur est ajouté au métal liquide, la température eutectique diminue jusqu'à 10 °C.

Lors de la solidification des alliages, la variation d'énergie libre du système solide-liquide est donnée par :
$$\Delta G = - \frac{L(T_f - T)}{T_f}$$
 où L est la chaleur latente de solidification, T_f est la température de fusion et $\Delta T = T_f - T$ étant la surfusion qui est déterminée par le degré de pureté du métal et par la vitesse à laquelle la chaleur interne est retirée de la masse du système.

Le phénomène de la germination et de la croissance des germes qui précède la solidification, détermine en grande partie la structure et les propriétés du métal solide. Plus la température de l'eutectique est basse, plus la surfusion est haute; plus la période de cette surfusion est longue, plus la modification est importante. On distingue deux types de germinations : germination homogène et germination hétérogène.

5.1.1 Germination homogène

Pour ce type de germination, il est nécessaire que le métal soit isotrope. La formation d'un germe de rayon r entraîne une diminution de l'énergie libre du système. Ce germe n'est stable qu'à partir du moment où son rayon atteint une valeur critique r^*

$$\text{donnée par : } r^* = \frac{2\gamma_{S-L}T_f}{L\Delta T}$$

où γ_{S-L} est l'énergie libre interfaciale entre la phase solide et la phase liquide, ΔT est l'amplitude de surfusion et T_f est la température de fusion.

Si la particule est formée d'un rayon plus grand que r^* , elle a tendance à croître. Par contre, si son rayon est inférieur à r^* , elle a tendance à diminuer et à disparaître, d'où l'absence de la surfusion pour ce type de germination.

5.1.2 Germination hétérogène

La germination hétérogène apparaît lorsqu'il y a une imperfection dans le système. Ce défaut devient un site préférentiel pour la germination. Au lieu de se former au sein du liquide, le germe se forme à la surface d'un substrat ou d'agent étranger. Dans ces mêmes conditions, la germination hétérogène a plus de chances de se produire que la germination homogène. Pour cette raison, la germination hétérogène est généralement la plus souvent observée. Mais le rayon critique, lui, reste le même pour les deux types de germination. Il est indispensable que l'agent étranger soit mouillé par le métal liquide pour initier ce mécanisme de germination. Pour mesurer la facilité qu'a un métal à se prêter à la mouillabilité, la technique de l'angle de contact est utilisée afin de caractériser la tension superficielle du métal. De plus, il est important que l'angle de contact entre

la matière étrangère et le métal soit petit, ce qui signifie que le liquide se solidifie rapidement à ce contact. Lorsque des surfaces étrangères ont pour effet de diminuer l'énergie libre totale d'un germe pour une taille donnée, comparativement au mécanisme homogène, la germination hétérogène sera énergiquement favorable. La condition nécessaire pour observer la prédominance du mécanisme hétérogène est que la tension superficielle entre le solide et le moule (γ_{SM}) soit plus petite que la tension superficielle entre le solide et le liquide (voir figure 39).

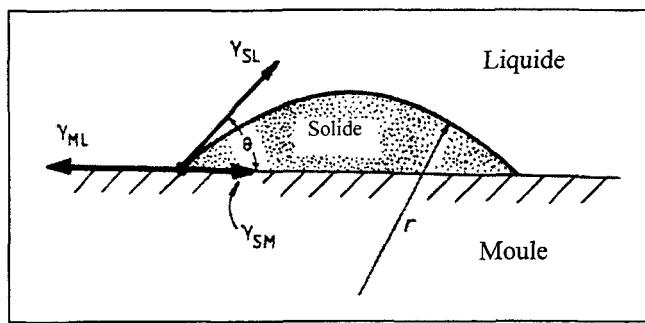


Figure 39. Germination hétérogène sur un substrat solide avec paramètres pour le calcul d'un angle de contact.

Plus le nombre de sites de germination hétérogène est élevé, plus le nombre de germes formés est grand. Par conséquent, la taille des grains en est d'autant plus petite, ce qui améliore nettement les propriétés mécaniques de l'alliage. Pour mieux contrôler le phénomène de la germination, des affineurs de grains sont ajoutés au métal liquide. Le plus souvent, on utilise le diborure de titane (TiB_2) pour les alliages d'aluminium.

La figure 40 illustre clairement le phénomène de surfusion liée à la germination. En effet, la germination se produit au point A avec une surfusion ΔT et, entre A et B, les germes croissent. Durant cette étape, la chaleur latente de solidification est évacuée dans

le liquide en surfusion, dont la température augmente pour atteindre T_f . En C, la solidification est terminée.

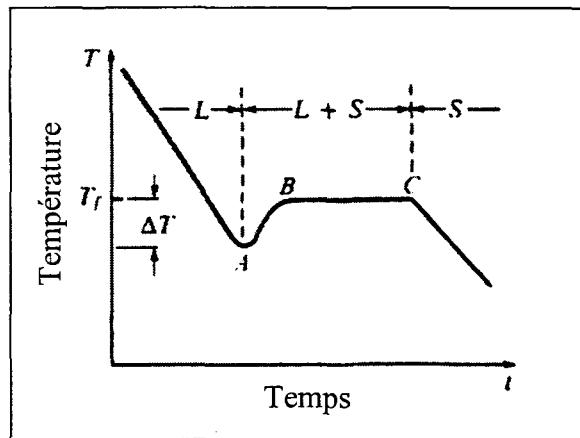


Figure 40. Évolution de la température au cours de la solidification.

avec

- L et S : phases liquide et solide.
- ΔT : surfusion.
- T_f : température de surfusion.
- A : début de germination.
- A à B : croissance des germes.
- B à C : poursuite de solidification à T_f .
- C : fin de solidification.

5.2 RÉSULTATS ET DISCUSSION

5.2.1 Phase α -Al

Dans les alliages Al-Si, l'étude de la germination et de la croissance des grains est importante lors de la précipitation de la phase α -Al dendritique. Elle permet le contrôle des processus de raffinement des grains de la phase α -aluminium. Durant la formation de cette dernière phase, on observe le phénomène de la surfusion lié généralement à la germination. La surchauffe est l'un des moyens suggérés pour éliminer les germes qui favorisent la formation des phases nuisibles. La surchauffe accompagnée d'une solidification rapide diminue l'espace interdendritique de la phase α -Al ainsi que la taille des constituants de l'eutectique de silicium. Selon Mondolfo et Barlock⁴⁹, les alliages d'aluminium contiennent un agent de germination qui agit au point nul de surfusion; et lorsque la surchauffe dépasse 500 °C, la taille ainsi que le nombre de particules de germination sont réduits, mais ne s'éliminent pas entièrement.

Comme le montre la figure 41, une courbe de refroidissement d'un alliage eutectique ou d'aluminium pur se compose de quatre intervalles de temps et de deux intervalles de température :

- t_c : temps de refroidissement : temps écoulé entre le moment de la coulée et le début de la solidification.
- t_f : temps de solidification : temps écoulé du début jusqu'à la fin de la solidification, après coulée.
- t_b : temps de stabilisation : temps entre le début de la surfusion et le nivelingement avec la courbe de refroidissement.
- t_s : temps total de solidification.

- ΔT_s = surchauffe : différence entre la température de coulée et la température de solidification, mesurée sur le plateau de la courbe de refroidissement.
- ΔT_u = surfusion : différence entre la basse température atteinte avant le début de la solidification et le plateau horizontal de la courbe de refroidissement.

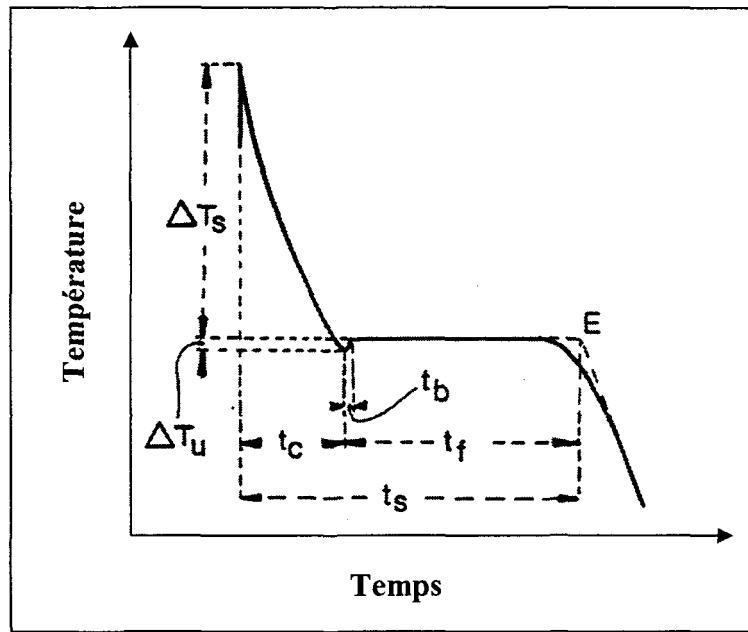


Figure 41. Courbe de refroidissement typique (aluminium pur ou alliage eutectique)
 ΔT_s = niveau de la surchauffe, ΔT_u = niveau de surfusion,
 t_c = temps de refroidissement, t_b = temps de stabilisation,
 t_f = temps de solidification, t_s = temps total de solidification,
E : fin de la solidification⁴⁹.

Mondolfo et Barlock⁴⁹ ont étudié le phénomène de la surfusion en fonction du taux de refroidissement. On a observé des surfusions nulles avec un taux allant jusqu'à 0.1 °C/s. Au-dessus de ce taux, la valeur de surfusion croît avec l'augmentation du taux de solidification. La surfusion est observée seulement au-dessus d'un certain taux de refroidissement et non pour la nucléation, mais pour la croissance. Aux taux de

solidification élevés, au début de cette phase, les noyaux existants sont trop petits ou trop peu nombreux pour permettre le dégagement de la chaleur latente de la fusion au taux auquel la chaleur est enlevée. Plus le taux de déplacement de la chaleur est élevé, plus la surfusion est importante et plus le temps d'équilibrage est long. Aux taux extrêmement élevés, l'équilibre ne peut aucunement être réalisé et la courbe de refroidissement n'atteint aucune partie horizontale. Dans les alliages d'aluminium, le taux de refroidissement prend une courbe ascendante avec l'augmentation de la surchauffe, comme le montre la figure 42. D'autre part, la figure 43 illustre bien la relation entre la surfusion et le taux de solidification dans ces mêmes alliages. Par conséquent, la surchauffe entraîne une augmentation du taux de refroidissement qui, à son tour, produit une augmentation de la surfusion.

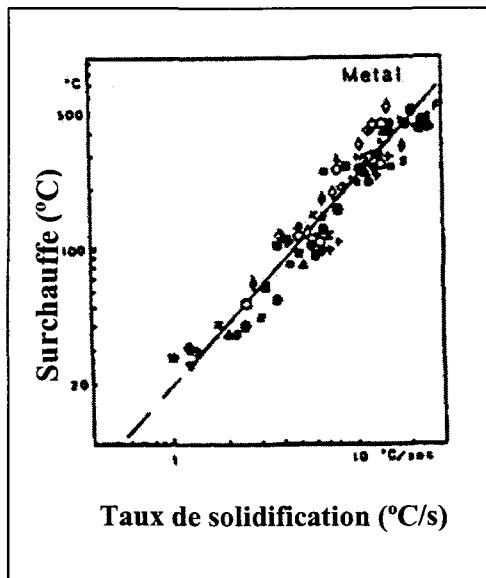


Figure 42. Variations du taux de solidification en fonction de la surchauffe⁴⁹.

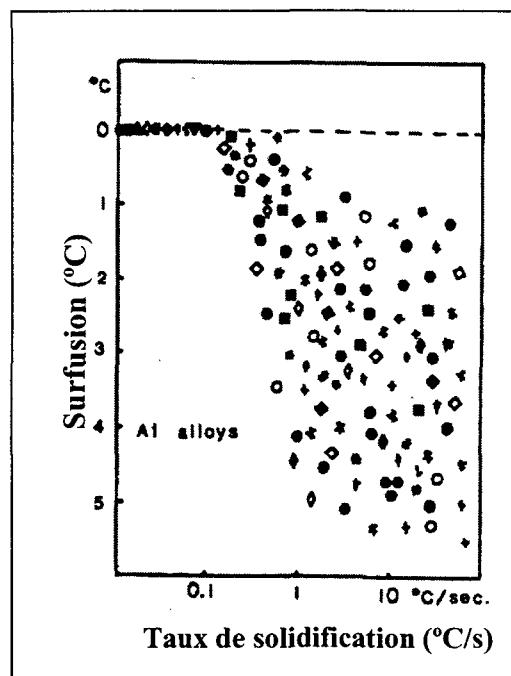


Figure 43. Phénomène de surfusion en fonction du taux de refroidissement dans les alliages d'aluminium⁴⁹.

À la solidification plus élevée, le nombre et la taille des nucléants sont trop petits, et le déplacement de la chaleur est plus rapide que l'évolution de la chaleur latente, jusqu'à ce que la croissance des noyaux ait lieu. Pour les échantillons dont l'addition des raffineurs de grain a fait augmenter énormément le nombre de nucléants, la surchauffe a peu ou pas d'effet puisque le nombre restant, après l'opération, est encore plus grand que le minimum requis, à moins qu'un taux de refroidissement plus élevé ait été réalisé. La croissance plus rapide des dendrites, qui résulte d'une surfusion initiale, produit un espace interdendritique plus fin au début et qui demeure plus petit malgré le temps plus long de la croissance.

Si la surchauffe diminue le nombre de particules nucléantes, la taille des grains, elle, va augmenter. La tendance générale de cette dernière est de diminuer avec l'augmentation du taux de solidification; mais cette diminution est très limitée, particulièrement si on la compare à la réduction de l'espace interdendritique. Ainsi, il s'avère que même s'il y a de destruction ou de désactivation des nucléants avec la surchauffe, son effet principal doit être une diminution de la taille des nucléants. Les résultats concernant le phénomène de surfusion des alliages coulés dans les températures $T_1 = 750 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et $T_2 = 950 \text{ }^{\circ}\text{C}$ sont donnés respectivement aux tableaux 10 et 11. Les données obtenues montrent que si la teneur en fer passe de 0.2 à 1.2%, et la température de coulée de $750 \text{ }^{\circ}\text{C}$ à $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$, la température de germination T_{N1} diminue de $609 \text{ }^{\circ}\text{C}$ à $604 \text{ }^{\circ}\text{C}$. En ajoutant le strontium à cet alliage, la température T_{N1} diminue encore jusqu'à $600 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Par contre, les additions en strontium de l'ordre de 200 ppm, et en opérant sous une température de $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$, la température T_{N1} descend de $606 \text{ }^{\circ}\text{C}$ à $597 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Tableau 10. Températures de l' α -Al, de l'eutectique Si et de la surfusion ($^{\circ}$ C) accompagnées des concentrations en Sr, P et en Fe, (alliages coulés à $T_1 = 750$ $^{\circ}$ C).

Alliage	T de germination T_{N1}	T de croissance T_{N2}	Surfusion $\Delta T = T_{N2} - T_{N1}$	T_E ($^{\circ}$ C)	Sr (ppm)	P (ppm)	Fe (% en poids)
H1T1	609	611	2	563	< 2	16	0.09
H2T1	609	610	1	554	119	14	0.31
H4T1	609	610	1	553	140	19	0.11
H5T1	608	610	1	556	72	28	0.14
H6T1	608	610	2	562	< 2	18	0.28
H7T1	608	609	2	560	39	16	0.33
H8T1	608	609	1	553	107	25	0.33
H9T1	607	608	1	554	117	37	0.40
H10T1	608	609	1	553	127	31	0.26
H11T1	608	610	2	562	< 2	15	0.52
H12T1	608	609	1	554	53	13	0.61
H13T1	606	608	2	556	67	31	0.74
H14T1	606	607	1	555	65	31	0.71
H15T1	605	606	1	552	154	42	0.67
H16T1	607	609	2	560	< 2	14	1.14
H17T1	607	608	1	552	73	15	1.02
H18T1	605	606	1	552	114	32	1.22
H19T1	605	606	1	553	86	42	1.06
H20T1	606	607	1	551	153	33	1.00

Tableau 11. Températures de l' α -Al, de l'eutectique Si et de la surfusion ($^{\circ}$ C) accompagnées des concentrations en Sr, P et en Fe, (alliages coulés à $T_2 = 950$ $^{\circ}$ C).

Alliage	T de germination T_{N1}	T de croissance T_{N2}	Surfusion $\Delta T = T_{N2} - T_{N1}$	T_E ($^{\circ}$ C)	Sr (ppm)	P (ppm)	Fe (% en poids)
H1T2	606	608	2	565	< 2	17	0.12
H2T2	602	604	2	560	87	17	0.14
H3T2	605	606	1	557	107	58	0.11
H4T2	601	603	2	554	109	49	0.13
H5T2	597	598	1	552	202	87	0.18
H6T2	603	604	1	563	< 2	17	0.38
H7T2	603	604	1	556	170	16	0.34
H8T2	600	602	2	554	123	75	0.32
H9T2	604	606	2	555	133	112	0.38
H10T2	603	605	1	557	117	120	0.34
H11T2	600	602	2	562	< 2	22	0.90
H13T2	602	604	2	554	186	60	0.77
H14T2	600	602	2	556	103	67	0.86
H15T2	604	605	1	556	109	81	0.82
H16T2	604	606	2	564	3	32	1.29
H17T2	603	605	2	555	164	15	1.27
H18T2	600	603	3	558	91	65	1.32
H19T2	600	601	1	554	126	91	1.22
H20T2	600	602	2	556	124	116	1.30

Conformément aux résultats obtenus par Mondolfo et Barlock⁴⁹, on a constaté que l'augmentation de la surchauffe fait croître le taux de solidification, et par conséquent, augmente la surfusion. Pour tous les alliages coulés à $T_1 = 750$ °C, on a $\Delta T_{1m} = 1.25$ °C de surfusion moyenne, et pour tous les alliages coulés à $T_2 = 950$ °C on a $\Delta T_{2m} = 1.70$ °C de surfusion moyenne. Un minimum de 0 °C a été observé dans l'alliage H3T1 et un maximum de 3 °C, dans l'alliage H18T2. Les courbes d'analyses thermiques obtenues montrent une surfusion nulle pour l'alliage H3T1 et une surfusion maximale pour l'alliage H18T2 (voir figure 44).

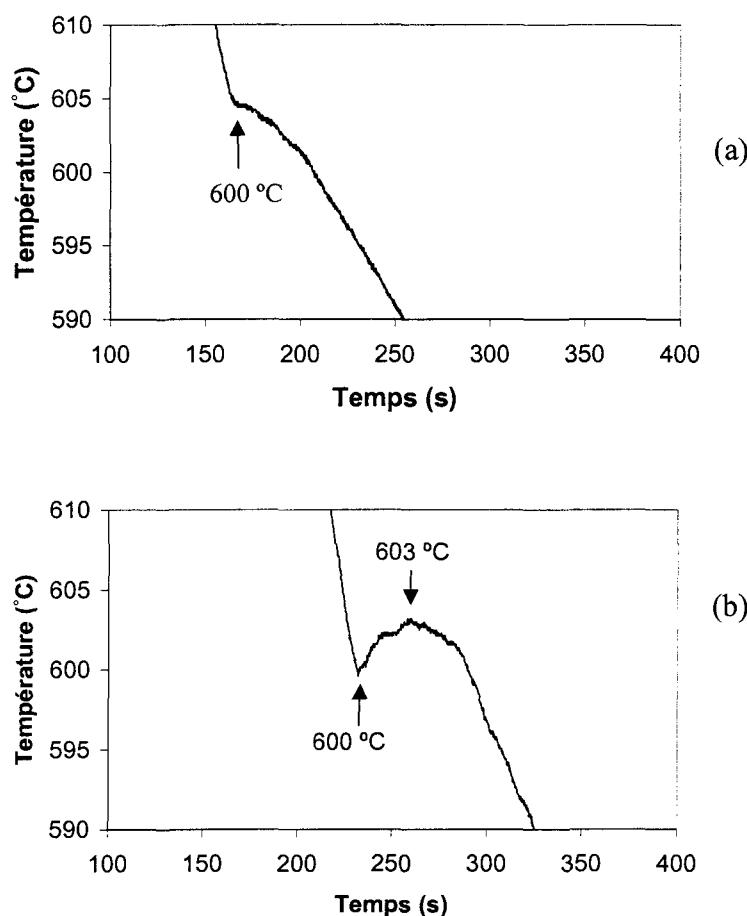
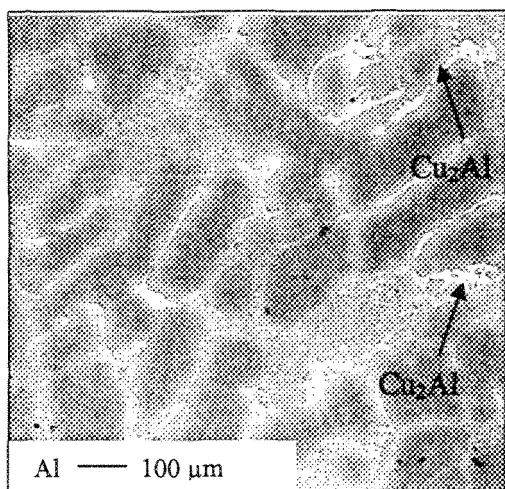


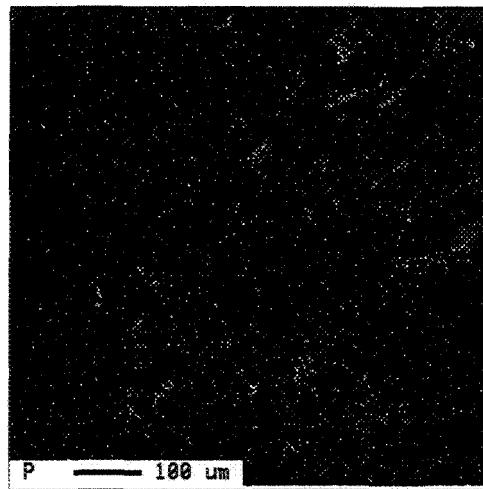
Figure 44. (a) surfusion nulle dans l'alliage H3T1.
(b) surfusion maximale (3 °C) dans l'alliage H18T2.

La surfusion nulle dans l'alliage H3T1 peut être expliquée par l'absence des agents nucléants ou de germes. Ces derniers ont disparu puisque leurs rayons n'ont pas atteint le rayon critique pour croître et, par conséquent, pour créer des sites de nucléation.

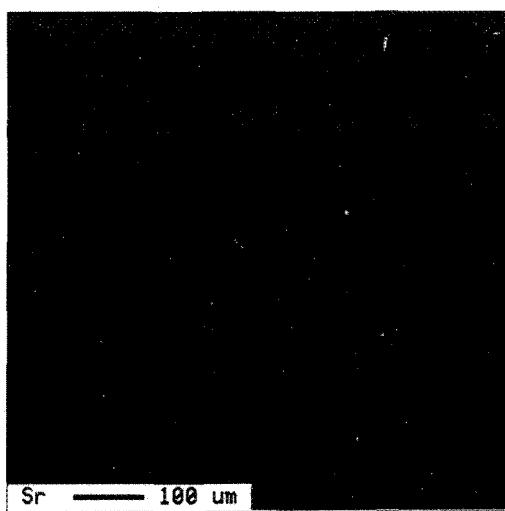
La figure 45 met en évidence la microstructure de l'alliage H3T1 dans laquelle les oxydes sont absents ou trop peu nombreux, d'où la quasi-propreté de cet alliage. Cette même figure montre bien la distribution du phosphore (P) dans la phase du cuivre Cu₂Al seulement. Par contre, l'augmentation de la surfusion, de l'ordre de 3 °C dans l'alliage H18T2, peut s'expliquer par la formation de différents oxydes tels que SrO, Al₂O₃, P₂O₃ ... qui agissent comme sites de germination lors de la solidification. La figure 46 montre une microstructure de l'alliage H18T2 dans laquelle les oxydes apparaissent clairement et en grande quantité, et qui sont concentrés autour des aiguilles de la phase β-Al₅FeSi. La germination homogène se retrouve également dans les régions interdendritiques de la zone détrempee, une zone définie par la gamme de congélation de l'alliage, là où la présence des noyaux risque le moins de se produire⁵².



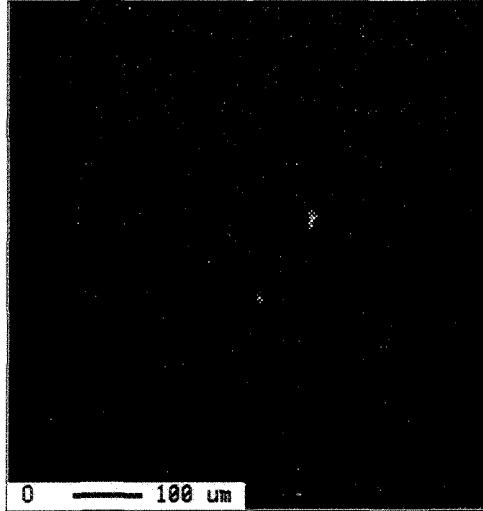
a) Microstrcture de l'alliage.
(propreté de l'alliage)



b) Distribution du phosphore et sa
présence dans la phase Cu₂Al
seulement.

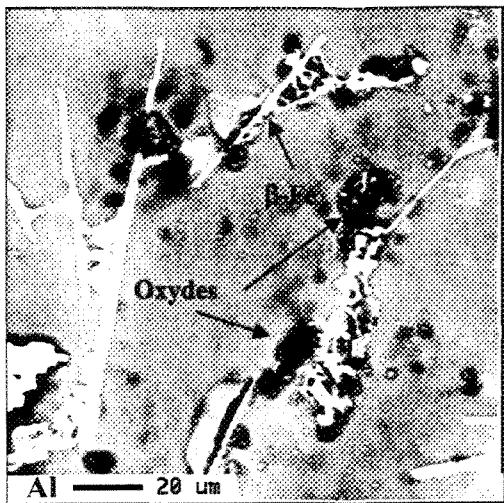


c) Apparition de strontium.

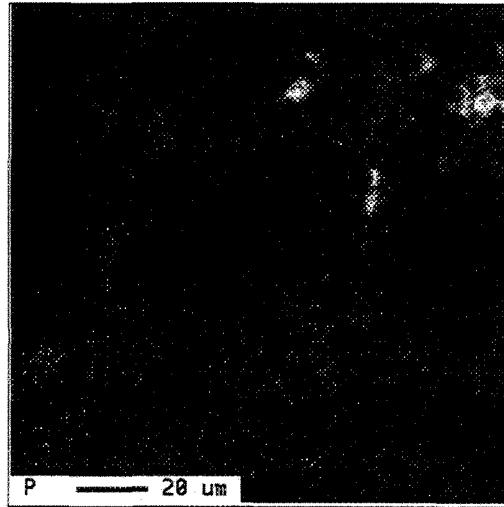


d) Apparition de l'oxygène.

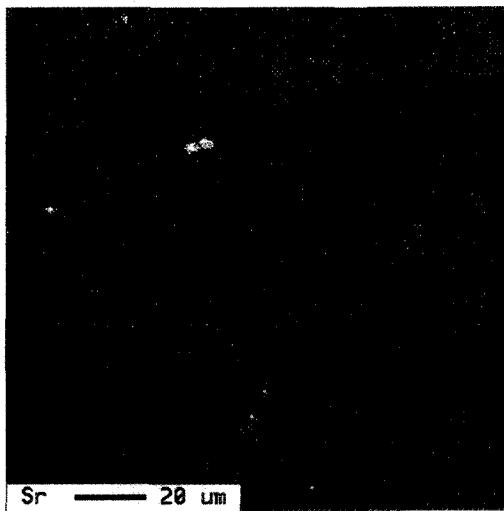
Figure 45. Cartographie de l'alliage H3T1.



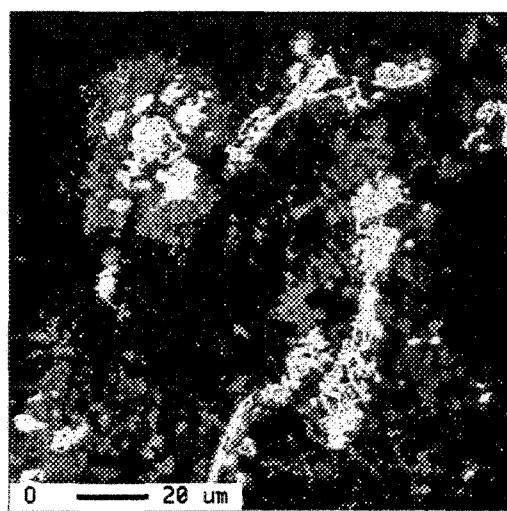
a) Microstructure de l'alliage.
(présence d'oxydes).



b) Distribution du phosphore.



c) Présence de strontium.



d) Distribution de l'oxygène.

Figure 46. Cartographie de l'alliage H18T2.

D'autre part, les figures 47, 48, 49 et 50 montrent la succession des courbes de solidification des alliages coulés à $T_1 = 750$ °C et les figures 51, 52, 53 et 54 montrent la succession des courbes de solidification des alliages coulés à $T_2 = 950$ °C. Seuls le développement du réseau dendritique, la précipitation de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ préeutectique (s'il y a lieu) et la précipitation de l'eutectique silicium sont présentés sur ces courbes.

La température moyenne du silicium eutectique dans les alliages de base coulés à $T_1 = 750$ °C est de l'ordre de 563 °C, et celle dans les alliages coulés à $T_2 = 950$ °C est de l'ordre de 565 °C. Cette différence de température est provoquée par la surchauffe. Cette dernière change légèrement le taux de solidification qui agit directement sur le temps et la température (paramètres indiquant la modification de l'eutectique). Comme le montre les courbes de solidification, la température de germination T_{N1} est plus basse lorsque la température de coulée est 950 °C. Cet abaissement de température est bien remarquable surtout dans les alliages contenant haute teneur en fer (1.2% Fe). La dépression de la température de germination peut être expliquée par la surchauffe et la nature de l'alliage qui prend le comportement d'un alliage quaternaire (Al-Si-Cu-Fe). Les courbes de solidification de la figure 47, comparées à celles de la figure 54, montrent bien cette observation.

Quand un alliage est modifié, trois dispositifs de la courbe de refroidissement peuvent être changés : la température du plateau eutectique, la surfusion de l'eutectique, et la durée de temps de cette surfusion. Avec la modification, la température eutectique est diminuée, la surfusion pour la nucléation de l'eutectique est augmentée, et la période de ceci s'étale.

Avec des quantités croissantes de strontium (Sr), la température du silicium eutectique diminue clairement jusqu'à 10 °C. Cette diminution est remarquable surtout en présence de faibles quantités de phosphore (P). Dans ces conditions, une teneur en strontium variant de 100 à 120 ppm est suffisante pour avoir une modification convenable de l'alliage. L'évolution des courbes de solidification de la figure 48 illustrent cette remarque.

Cependant, la modification est générée lorsque le phosphore (P) est présent en grande quantité (~ 90 ppm), par conséquent, la température du silicium eutectique augmente. Dans ce cas, la nucléation de l'eutectique diminue et l'alliage devient non-modifié. Les courbes de solidification des figures 52 et 54 montrent bien la démodification par le phosphore. Pour aboutir à une modification de l'alliage, des quantités en strontium supérieures à 200 ppm sont exigées. C'est le cas de l'alliage H5T2 (202 ppm Sr, 87 ppm P) dont la température de l'eutectique est 552 °C

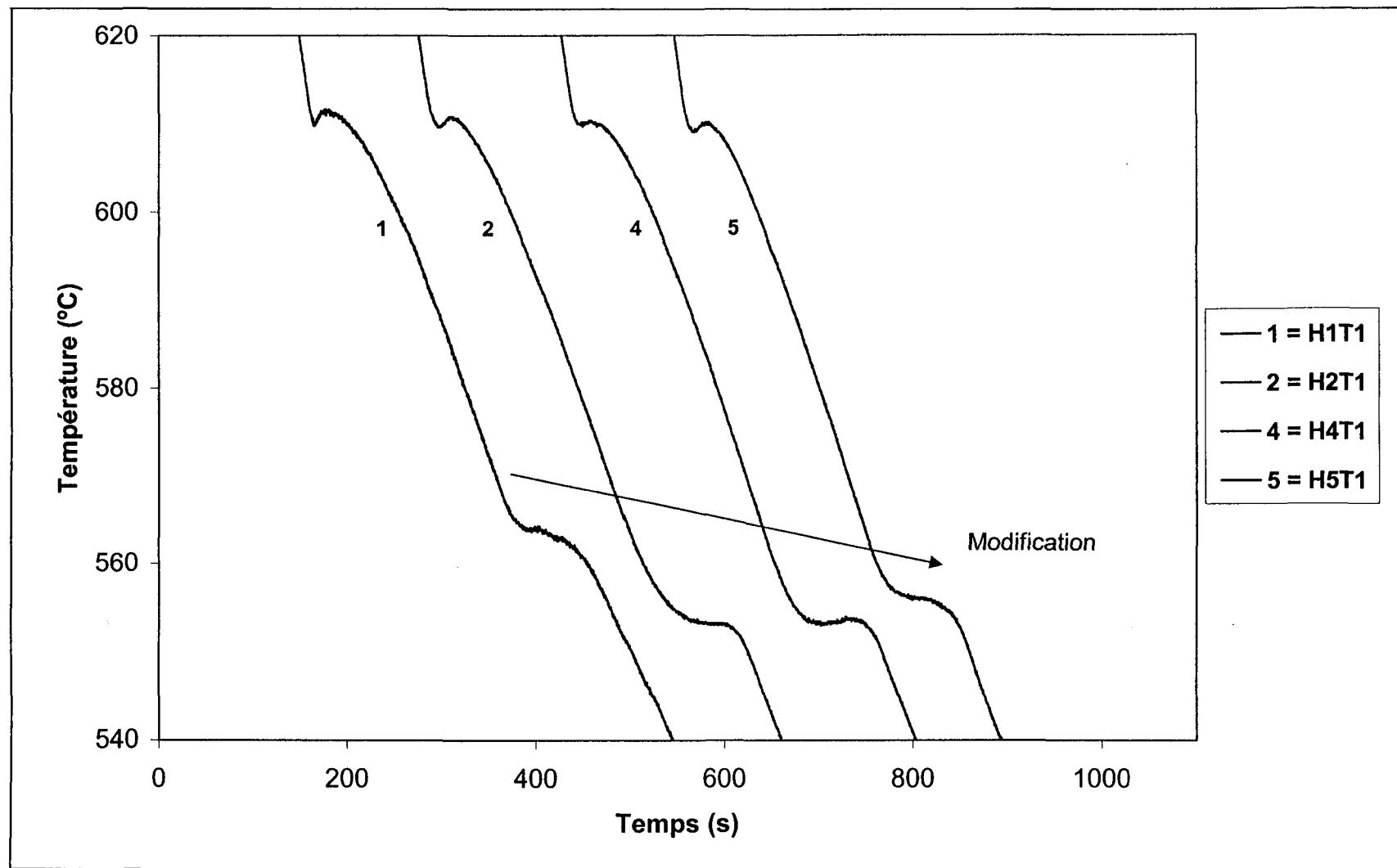


Figure 47. Courbes de solidification des alliages 0.2 % Fe coulés à $T_1 = 750$ °C.

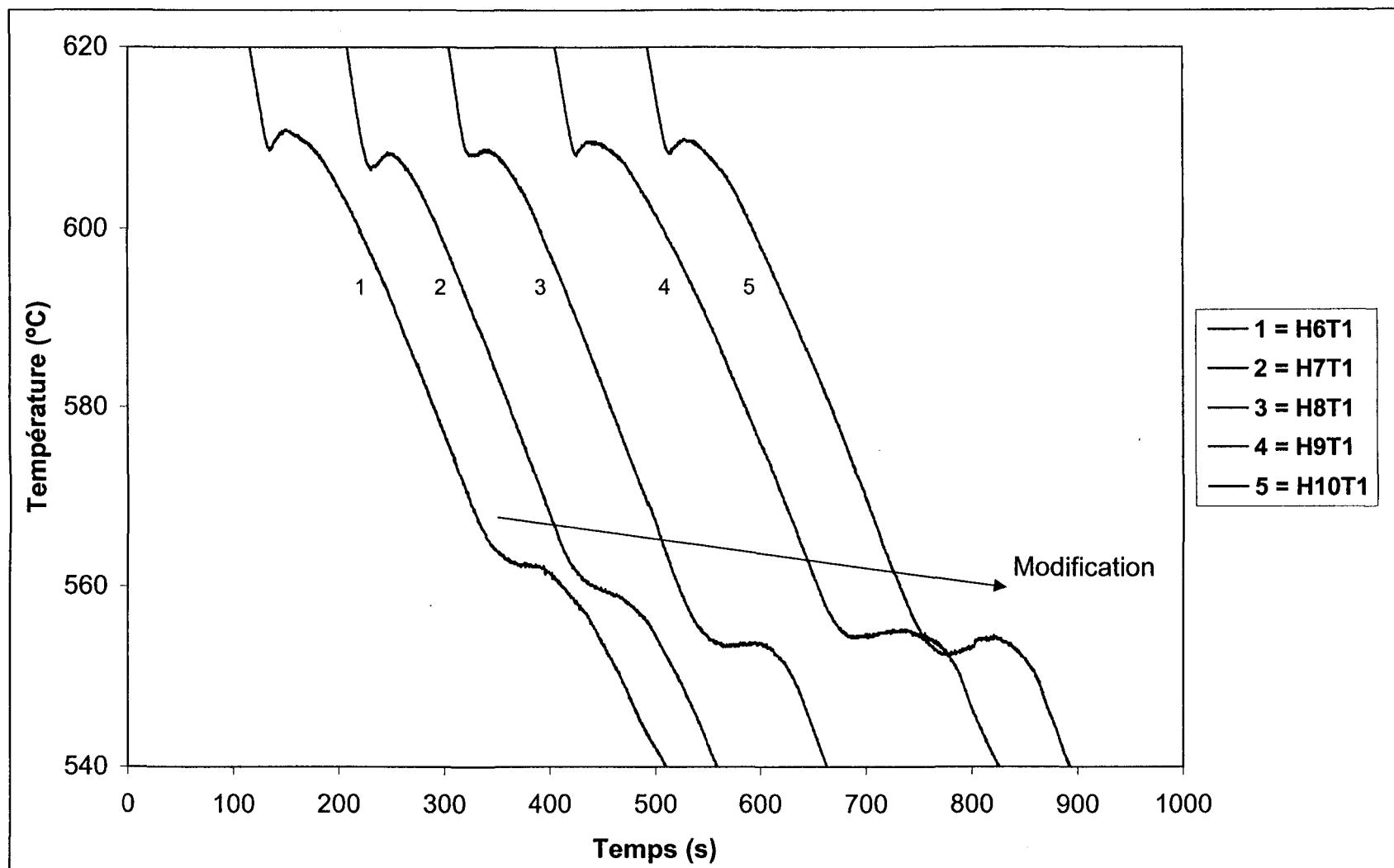


Figure 48. Courbes de solidification des alliages 0.4% Fe coulés à $T_1 = 750$ °C.

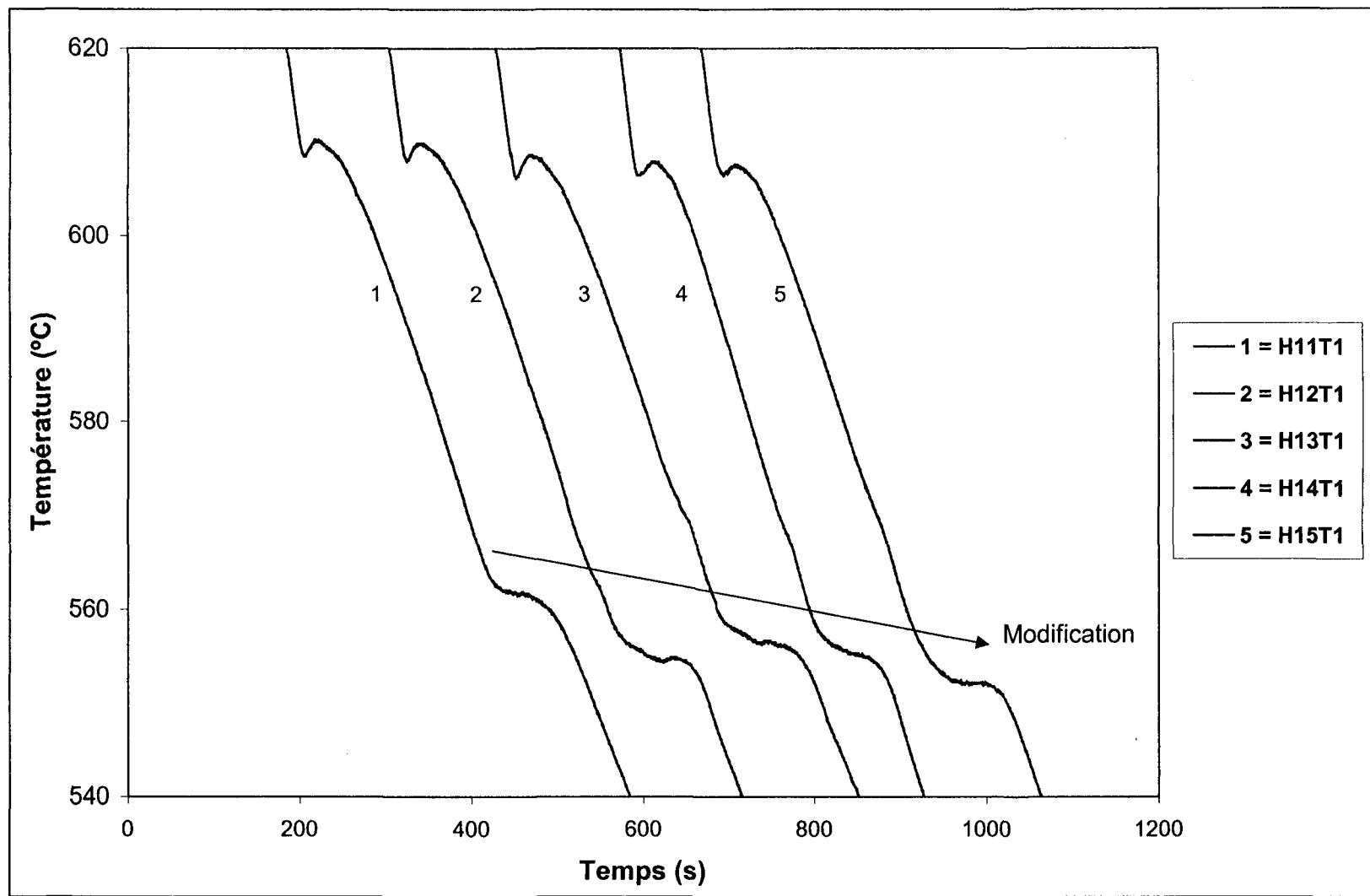


Figure 49. Courbes de solidification des alliages 0.8% Fe coulés à $T_1 = 750$ °C.

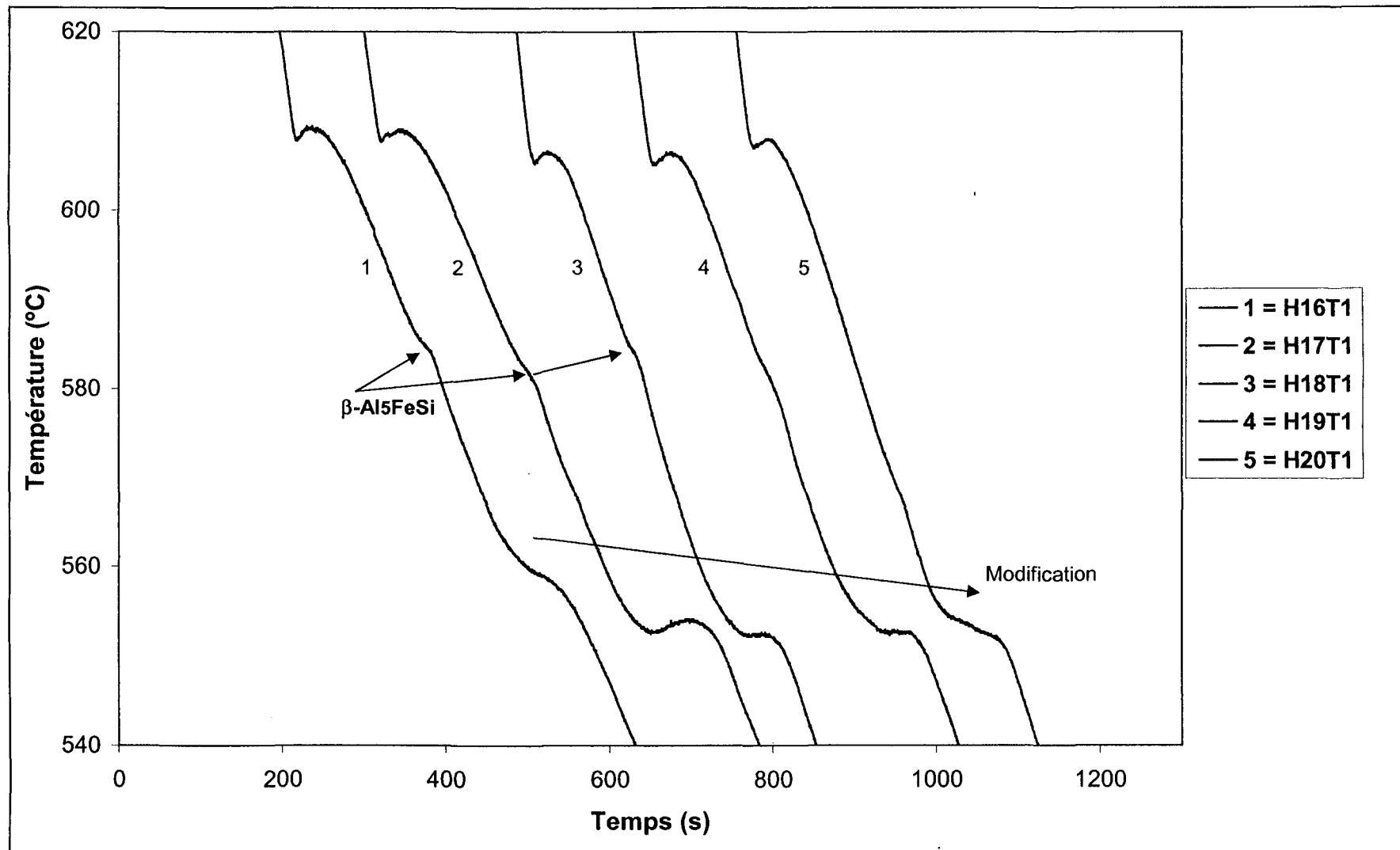


Figure 50. Courbes de solidification des alliages 1.2% Fe coulés à $T_1 = 750$ °C.

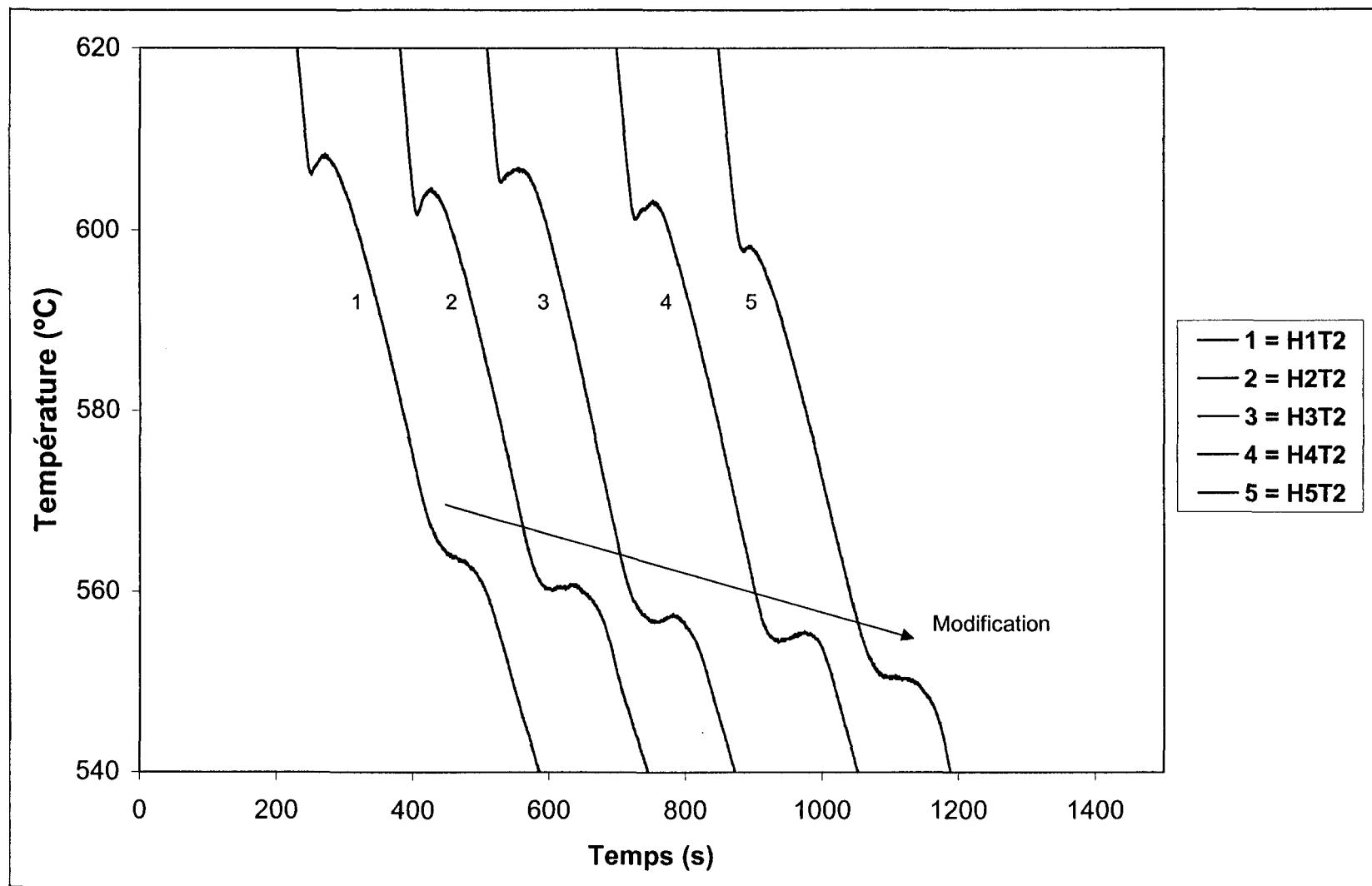


Figure 51. Courbes de solidification des alliages 0.2 % Fe coulés à $T_2 = 950$ °C.

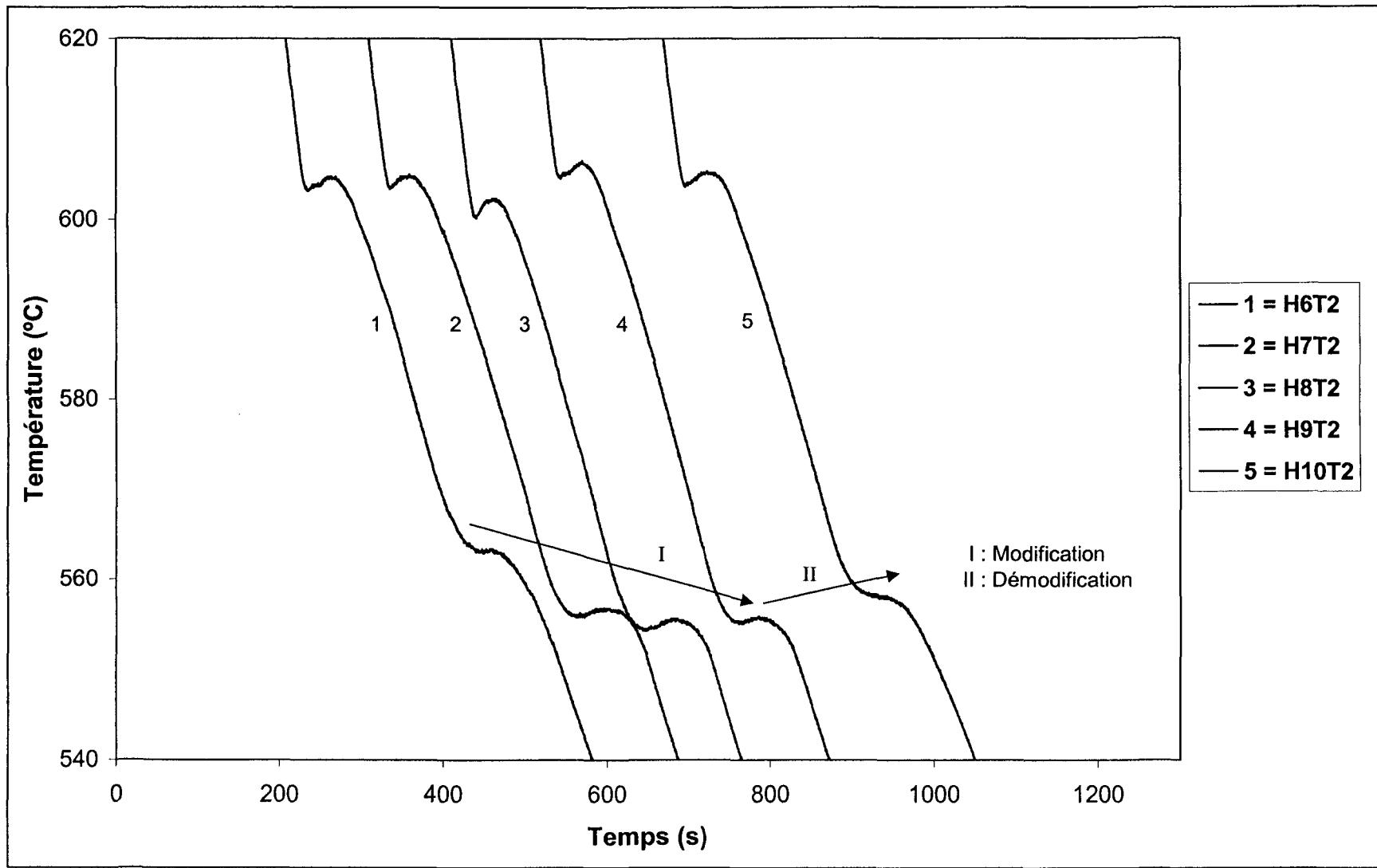


Figure 52. Courbes de solidification des alliages 0.4% Fe coulés à $T_2 = 950$ °C.

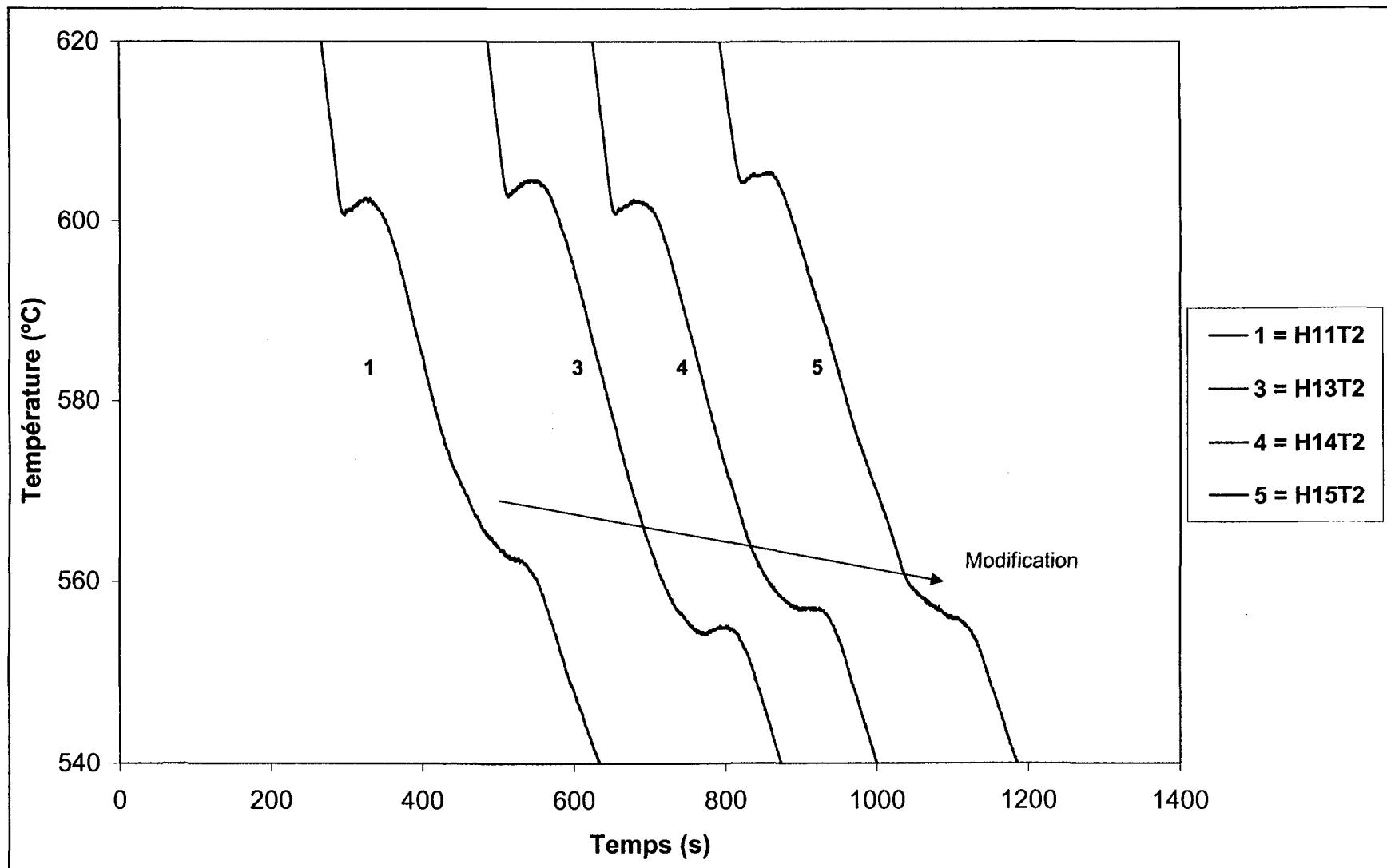


Figure 53. Courbes de solidification des alliages 0.8% Fe coulés à $T_2 = 950$ °C.

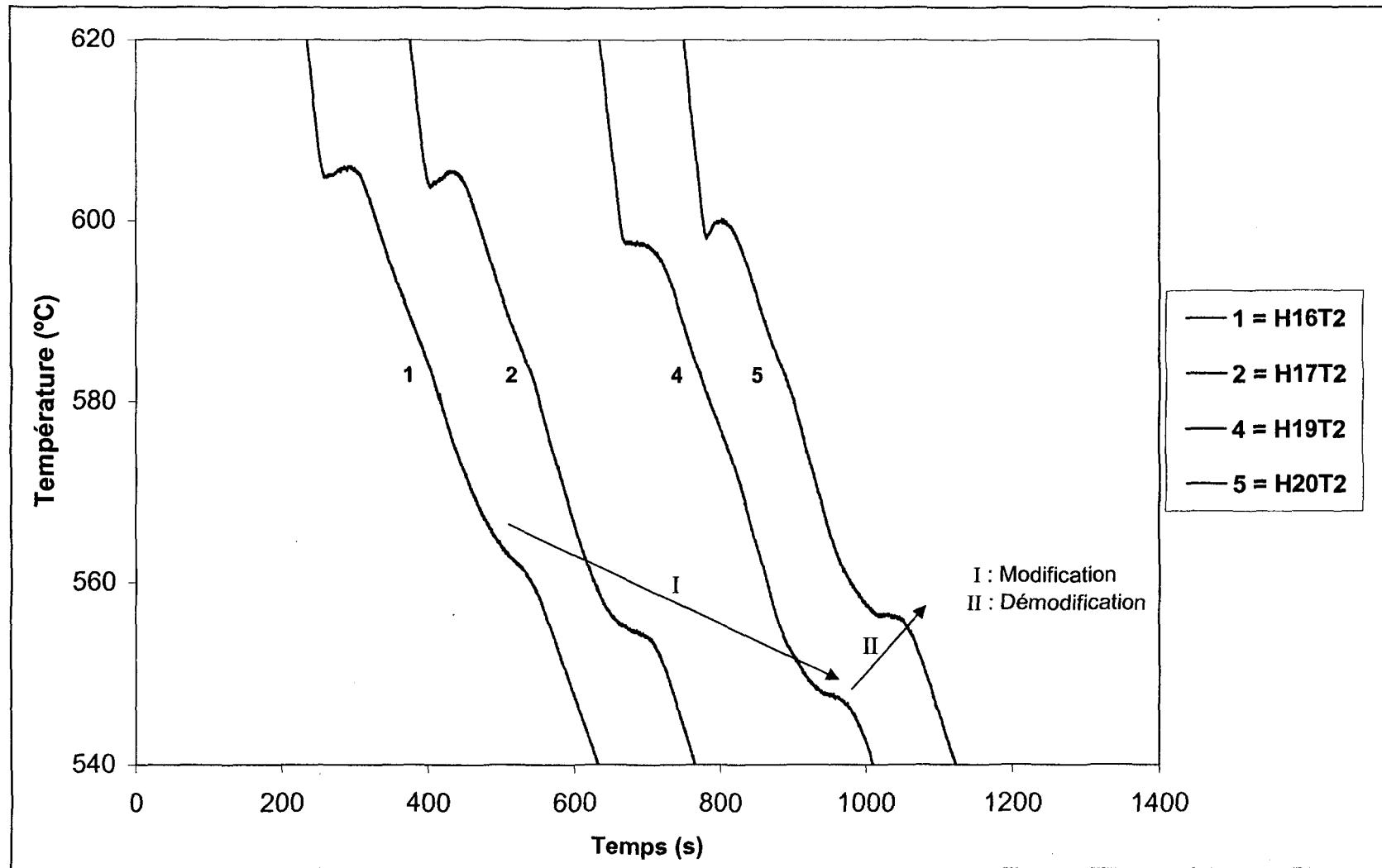


Figure 54. Courbes de solidification des alliages 1.2% Fe coulés à $T_2 = 950$ °C.

5.2.2 Analyse des intermétalliques de fer (phase β -Al₅FeSi)

Pendant la solidification des alliages A319, trois importantes phases intermétalliques sont rencontrées : les plaquettes ségrégées, la phase α -fer et la phase β -fer, nuisible aux propriétés mécaniques de ces alliages. Conformément aux résultats de Mackay et Gruzleski⁵³, la phase β -Al₅FeSi est résolvable sur les courbes d'analyse thermique des alliages Al-Si si le contenu de fer est \geq à 0.6 % et si le taux de refroidissement est très lent (~ 0.8 °C/s).

À titre d'exemple (voir figure 60), la séquence des réactions, la nature des phases et leurs températures pendant la solidification d'un alliage à haute teneur en fer (cas de l'alliage H16T2) sont présentées au tableau suivant :

Tableau 12. Phases et températures (alliage H16T2)*.

Pic	Température (°C)	Réaction
A	604	Début de solidification
B	588	Précipitation de la phase β -Fe pré-eutectique
C	564	Précipitation de l'eutectique Al-Si
D	545	Précipitation de la phase β -Fe post-eutectique
E	516	Précipitation de la phase Al ₂ Cu
F	502	Fin de solidification

* voir figure 60.

Durant le refroidissement de l'alliage hypo-eutectique A319, la précipitation de la phase β -Al₅FeSi aura lieu à différentes températures : pré-eutectique, co-eutectique et post-eutectique sera observée en fonction de différents paramètres. Parmi ces derniers, on cite la température de surchauffe, la teneur en fer et la présence d'agents neutralisants. La microstructure est déterminée par la température de formation de la phase β -Fe. En effet, quand la température de formation est très basse, la diffusion du fer est difficile, ce qui diminue la taille de chaque particule. La phase β -Al₅FeSi pré-eutectique qui se forme à haute température, là où la diffusion des atomes est facile, est caractérisée par de grandes tailles. Comme elle précipite dans la zone liquide-solide, la phase β pré-eutectique peut engendrer la formation de porosités dans l'alliage en bloquant l'écoulement du métal liquide pendant la suite de la solidification.

Les températures de formation des phases β -Fe observées sur les courbes de solidification sont comparées à celles trouvées par Mackay et Gruzleski⁵³ (voir tableau 13). En effet, l'alliage utilisé par Mackay et Gruzleski⁵³ était le A319 sans strontium. Dans les alliages coulés à $T_1 = 750$ °C (série1), le strontium comme agent de modification et le phosphore comme agent d'affinage de silicium primaire ont été utilisés; dans les alliages de la série 2, en plus de ces derniers éléments, une haute température de l'ordre de 950 °C a été utilisée.

Les résultats obtenus par Mackay et Gruzleski⁵³ mettent en évidence la relation qui existe entre la température de formation de la phase β pré-eutectique et la concentration en poids de fer. Cette relation a une tendance linéaire. Le tableau 13 présente les températures de formation de cette phase dans les alliages coulés à 750 °C et 950 °C.

Tableau 13. Températures de formation de la phase β -Al₅FeSi.

Alliages coulés à 750 °C	Températures de β pré-eutectique	Fe % en poids	Alliages coulés à 950 °C	Températures de β pré-eutectique	Fe % en poids	Réf ⁵³
H11T1	---	0.52	H11T2	574	0.90	567
H12T1	566	0.61	H12T2	577	0.87	570
H13T1	573	0.74	H13T2	574	0.77	572
H14T1	570	0.71	H14T2	575	0.86	576
H15T1	575	0.84	H15T2	574	0.82	578
H16T1	587	1.14	H16T2	588	1.29	579
H17T1	583	1.02	H17T2	588	1.27	582
H18T1	588	1.22	H18T2	586	1.32	592
H19T1	587	1.06	H19T2	582	1.22	597
H20T1	582	1.00	H20T2	592	1.30	601

La figure 55 montre encore cette relation dans les deux séries. La présence du strontium et du phosphore a diminué la température de formation de la phase β pré-eutectique; avec ces deux même éléments, et en opérant avec une température de surchauffe 950 °C, la température de la phase β -Fe a diminué de plus.

Sur la courbe, on constate une faible valeur de la température de formation de la phase β pré-eutectique dans l'alliage H19T2. Cette valeur peut être expliquée par la présence simultanée du strontium 126 ppm et du phosphore 116 ppm. Ces deux éléments tendent à interagir en affaiblissant la modification de la phase silicium et la formation d'aiguilles en grande quantité et en grande taille. La figure 56 montre la microstructure de cet alliage. Quant aux figures 57 et 59, elles présentent seulement la phase β -Al₅FeSi post-eutectique. D'autre part, les figures 58 et 60 illustrent clairement l'apparition de la phase β -Al₅FeSi pré-eutectique dans les alliages à haute teneur en fer coulés à T₁ = 750 °C et T₂ = 950 °C.

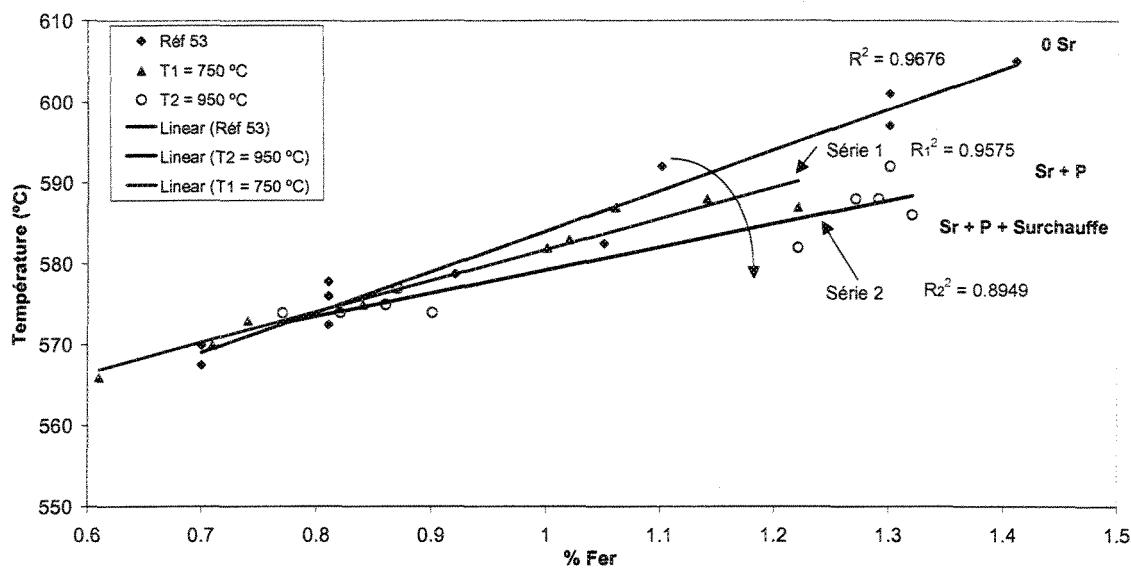


Figure 55. Variations de la température de la phase β pré-eutectique des alliages coulés à T1 et T2.

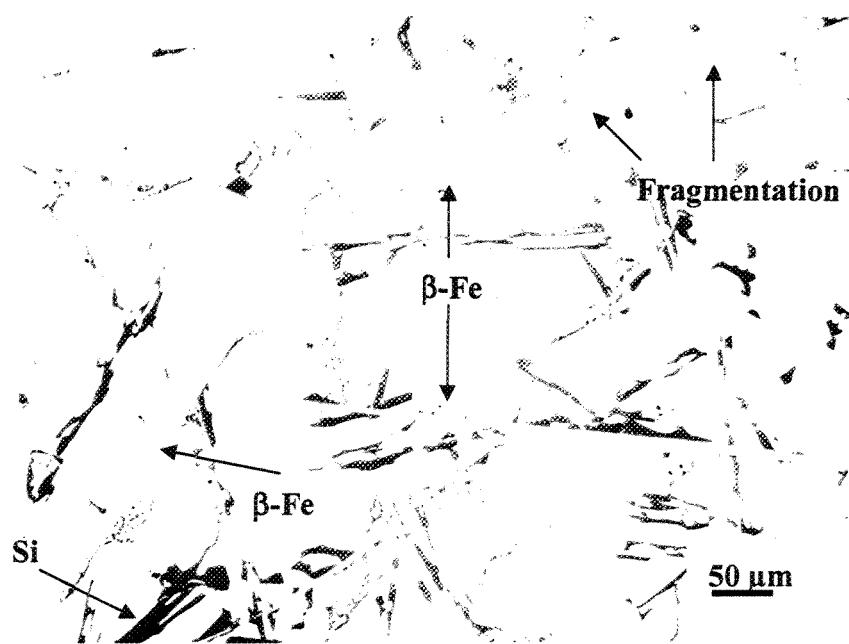


Figure 56. Microstructure de l'alliage H19T2 (119 ppm Sr, 126 ppm P).

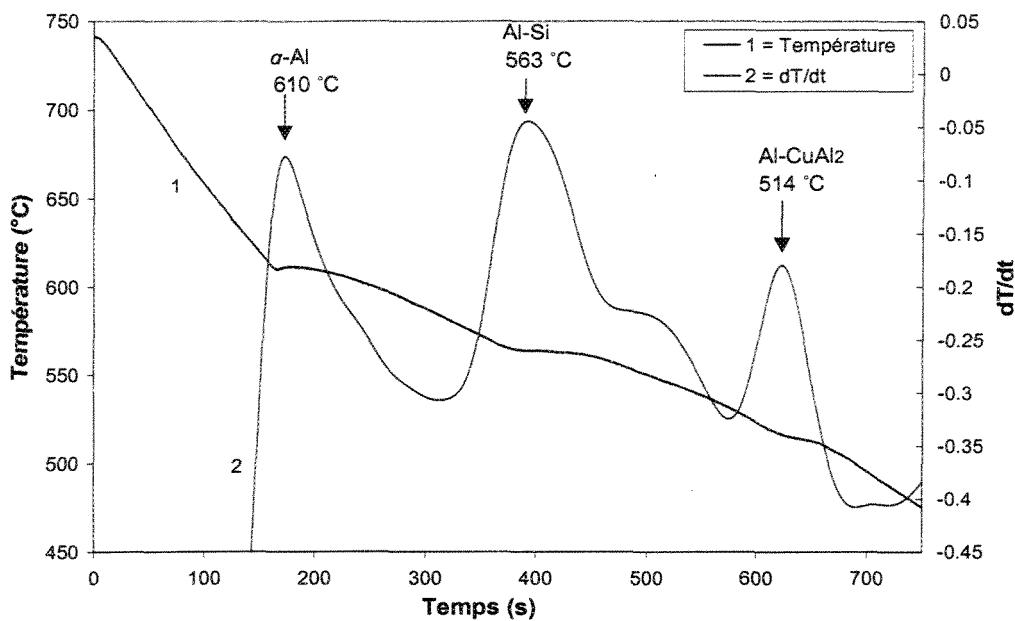


Figure 57. Courbe d'analyse thermique de l'alliage H1T1 coulé à $T_1 = 750$ °C.

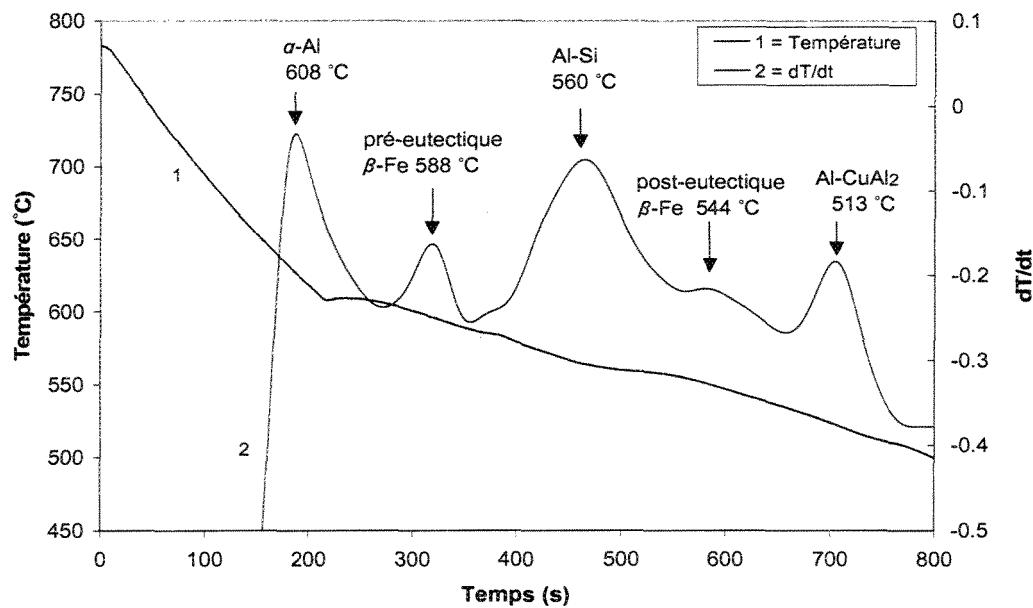


Figure 58. Courbe d'analyse thermique de l'alliage H16T1 coulé à $T_1 = 750$ °C.

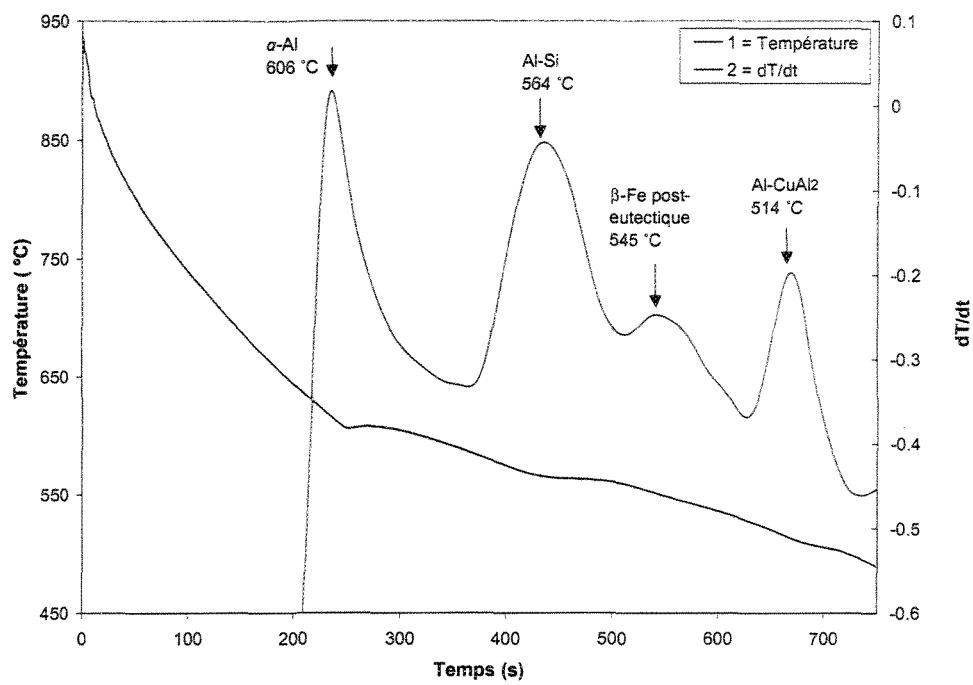


Figure 59. Courbe d'analyse thermique de l'alliage H1T2 coulé à $T_2 = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$.

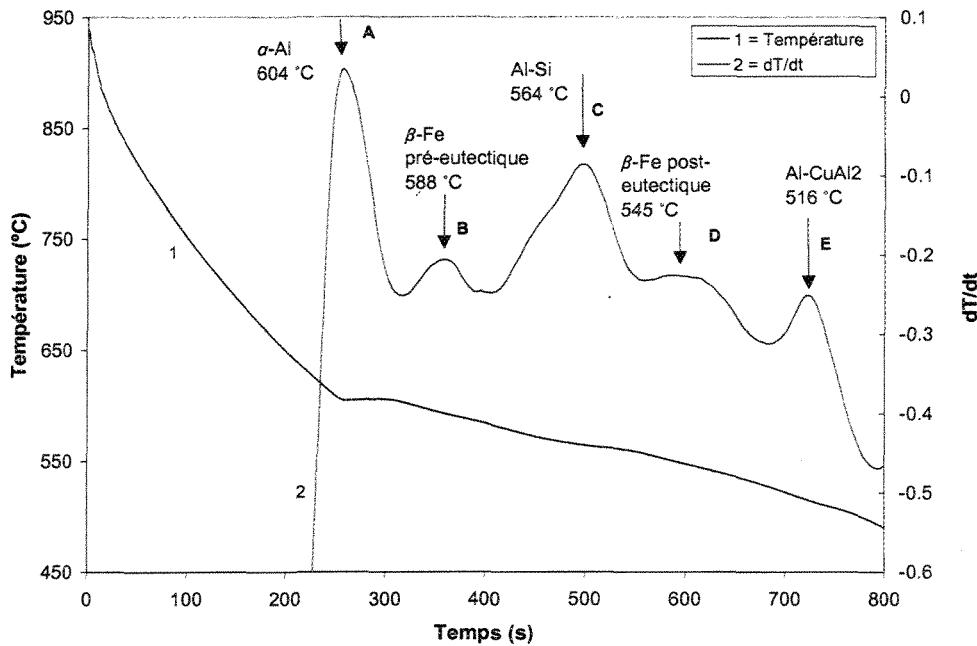


Figure 60. Courbe d'analyse thermique de l'alliage H16T2 coulé à $T_2 = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.2.3 Phase silicium eutectique

Avec une concentration de 6.5 % de silicium en poids, le silicium constitue l'élément principal dans l'alliage A319. Suivant la quantité d'un agent modificateur, la phase du silicium peut avoir des formes variées. Les propriétés mécaniques de l'alliage en question sont affectées par la forme sous laquelle le silicium se cristallise. Pour le présent travail, l'agent de modification utilisé pour la phase silicium eutectique est le strontium, avec une quantité de 200 ppm. La température de précipitation de la phase silicium eutectique de chaque alliage est obtenue grâce aux courbes d'analyse thermique. La figure 61 présente le diagramme des phases du système binaire Al-Si. On remarque un eutectique fondant à une température de 577 °C.

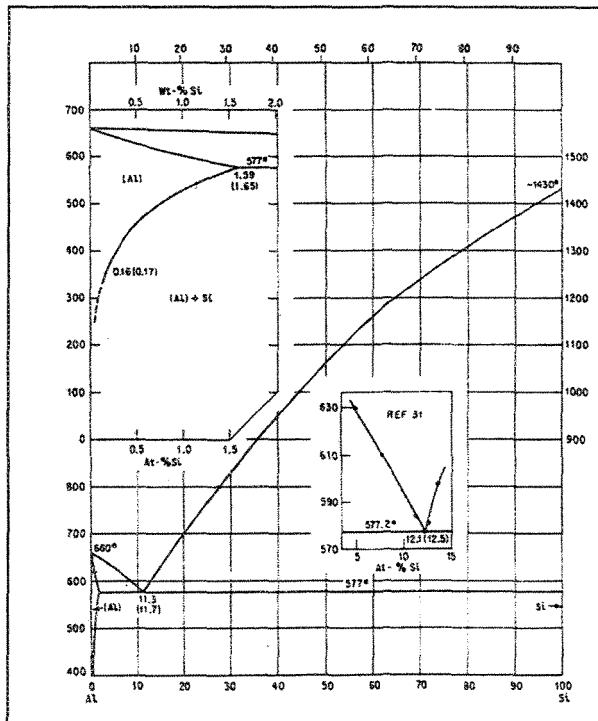


Figure 61. Diagramme des phases du système Al-Si⁵⁴.

Dans le cas de l'addition de strontium, et conformément aux résultats de Beumler *et al.*²⁹, la température du silicium eutectique a diminué de presque 10 °C dans certains alliages. De leur côté, DasGupta *et al.*⁵⁵ ont étudié la modification par le strontium dans les alliages Al-Si de type A356 (Al-6.5%Si-0.33%Mg). En l'absence de strontium, l'eutectique Al-Si prend naissance à la température de 572 °C, ce qui montre une dépression de la température de cet eutectique de 1.5 °C pour chaque 0.1% en Mg. En présence de strontium et avec une quantité de 50 ppm, la température de l'eutectique a diminué encore de 12 °C (560 °C). Les résultats de cette étude indiquent que des structures eutectiques bien modifiées ou fibreuses sont atteintes lorsque le niveau de strontium varie entre 50 et 100 ppm. Cette gamme permet ainsi la meilleure modification du silicium eutectique. Lorsque les niveaux de strontium excèdent 100 ppm (0.010%), la surmodification se produit, entraînant alors une fragilité dans les alliages. L'effet de strontium (dans l'absence de Mg) sur l'abaissement de la température de l'eutectique est presque 7.5 °C.

Pour les alliages A319 (Al-6.5%Si-3.5%Cu) coulés à $T_1 = 750$ °C et en l'absence du strontium, la température de l'eutectique Al-Si est de 563 °C, ce qui montre que pour chaque 1% de cuivre, on observe une diminution de 4 °C de la température de l'eutectique. De même pour les alliages A319 coulés à $T_2 = 950$ °C, on note que pour chaque 1% en cuivre, il y a un abaissement de la température de l'eutectique de 3.5 °C. La figure 62 montre la variation de la température de l'eutectique suivant la concentration en strontium dans les alliages A319 coulés à 750 °C et 950 °C, en comparaison avec celle des alliages Al-6.5%Si et A356.

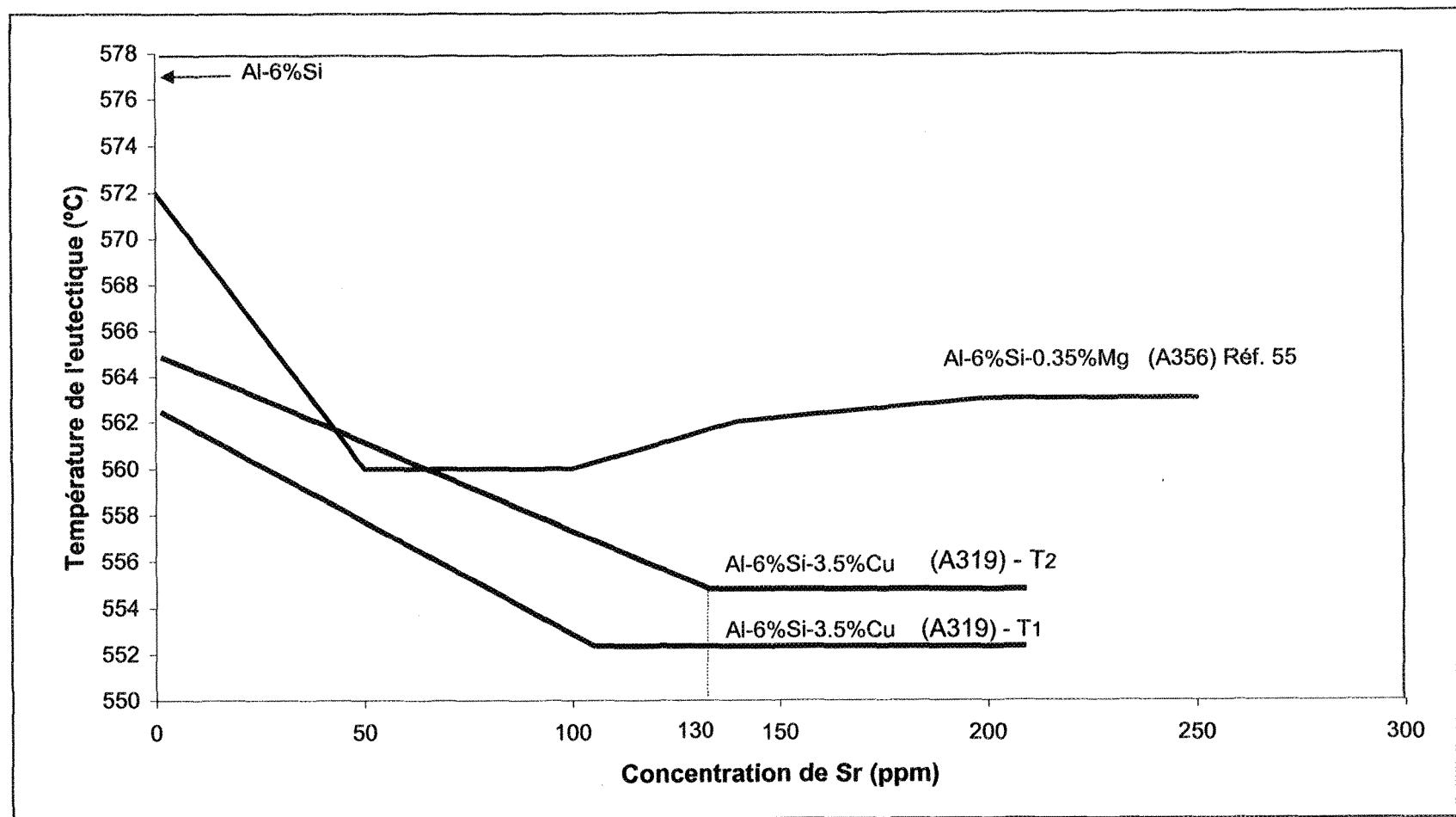


Figure 62. Variations de la température de l'eutectique en fonction du contenu de strontium (Sr) dans les alliages A319, comparée à celle dans les alliages Al-6.5%Si et dans A356.

Les températures de l'eutectique silicium des alliages coulés à $T_1 = 750$ °C montrent une gamme optimale de strontium (80 ~130 ppm), dans laquelle la modification du silicium eutectique est bien atteinte. À partir de 130 ppm, la température de l'eutectique reste constante malgré l'accroissement de la concentration en Sr, ce qui produit une surmodification dans les alliages. Cette gamme peut être expliquée par la présence du phosphore. Ce dernier réagit avec le strontium provoquant un abaissement ou un effacement de l'activité de modification. Pour les alliages coulés à la température de surchauffe $T_2 = 950$ °C, on remarque que la gamme optimale de la concentration en strontium, diminuant par conséquent la température de l'eutectique, se situe entre 130 et 180 ppm. Pour les deux températures utilisées, l'importance de la diminution de température de l'eutectique est importante dans les alliages contenant de faibles quantités en phosphore. La microstructure du silicium eutectique dépend donc de cette quantité de phosphore.

Le phosphore interfère sur la modification par le strontium, et les alliages contenant des niveaux plus élevés de phosphore exigent de plus grandes quantités de modificateur pour produire une structure eutectique modifiée. Les températures de l'eutectique silicium des alliages coulés à T_1 et T_2 sont données respectivement aux tableaux 10 et 11.

La figure 64 montre une structure modifiée du silicium comparativement à celle de l'alliage H1T1 non-modifié (figure 63). Sans modification, le silicium se présente sous forme aciculaire (figure 65). Il devient globulaire avec l'addition de 119 ppm de strontium. Quant à la figure 66, elle présente une modification avec seulement 87 ppm en Sr, d'où l'apparition encore de particules de silicium relativement larges, ce qui explique

l'abaissement de la température de l'eutectique de 5 °C seulement dans l'alliage H2T2, contrairement à l'alliage H2T1 dont la température de l'eutectique a diminué de 9 °C.

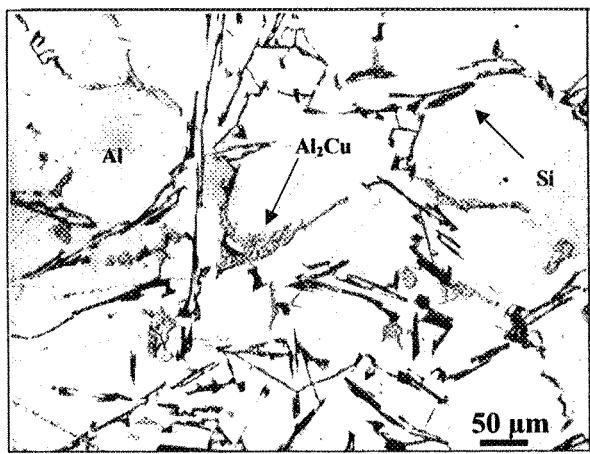


Figure 63. Microstructure de l'alliage H1T1 non-modifié.

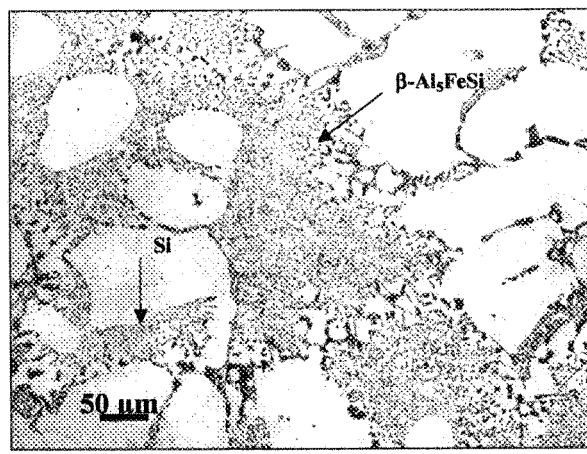


Figure 64. Microstructure de l'alliage H2T1 modifié (119 ppm Sr).

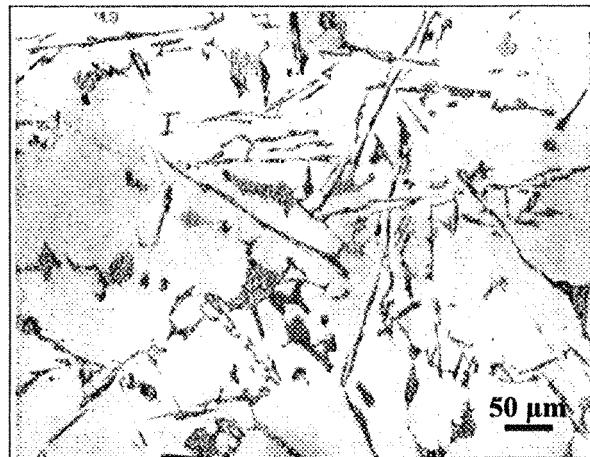


Figure 65. Microstructure de l'alliage H1T2 non-modifié.

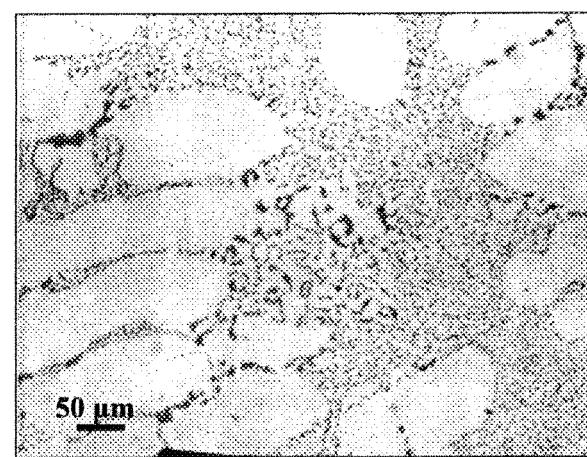


Figure 66. Microstructure de l'alliage H2T2 modifié (87 ppm Sr).

La densité de la phase du silicium est remarquable lorsque la concentration en fer augmente; même dans les alliages de base, cette même densité est favorisée à la température de sursaturation $T_2 = 950^\circ\text{C}$. La figure 67 montre la variation de la densité en fonction du pourcentage de fer. Les aiguilles de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ jouent un rôle important dans la précipitation de la phase silicium. À partir des figures 58 et 60, la précipitation de la phase $\beta\text{-Fe}$ précède la précipitation de l'eutectique silicium. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Liu *et al.*⁵⁶, qui ont utilisé le même alliage A319.

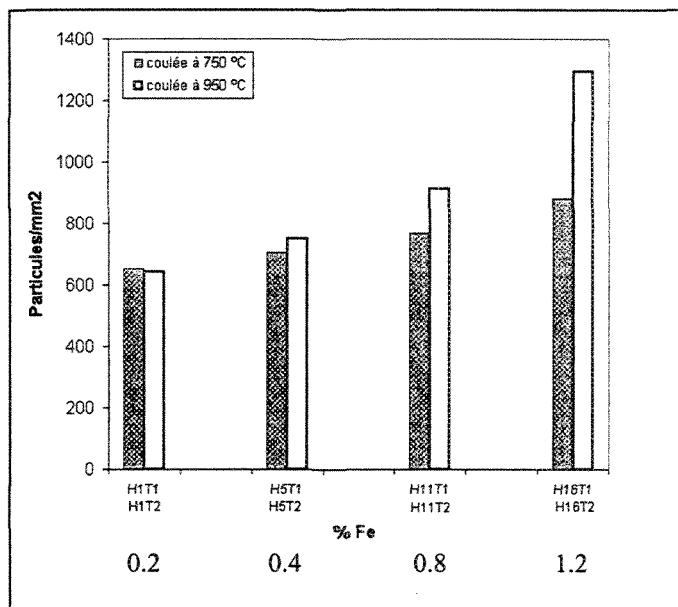


Figure 67. Variations de silicium (particules/ mm^2) en fonction du % en fer (alliages de base).

CHAPITRE VI

CARACTÉRISTIQUES MÉTALLOGRAPHIQUES

DE LA PHASE β -Al₅FeSi

CHAPITRE VI

CARACTÉRISTIQUES MÉTALLOGRAPHIQUES DE LA PHASE $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$

6.1 INTRODUCTION

Les propriétés mécaniques des alliages Al-Si dépendent considérablement de la structure de l'alliage, particulièrement le silicium eutectique, qui peut assumer une forme aciculaire pendant la solidification du métal liquide non-modifié. Dans les alliages A319, qui contiennent des éléments principaux d'alliage tels que le Si et le Cu et d'éléments d'impureté tels que le fer, plusieurs composés intermétalliques fragiles peuvent se former en plus des particules eutectiques de silicium. Parmi ces composés fragiles, on retrouve les intermétalliques de fer qui se produisent lors de la solidification, surtout la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ dont la taille est contrôlée par la teneur en fer et les conditions de solidification de l'alliage. La phase β , qui se manifeste sous forme d'aiguilles fragiles agissant comme concentrateurs de contraintes, est connue pour son effet nocif sur lesdites propriétés.

Dans ce chapitre, nous analysons d'une façon détaillée les intermétalliques de fer dans les alliages de type A319. Tout d'abord, nous examinons la forme des intermétalliques de fer, particulièrement la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. On identifie les effets de la surchauffe, du titane d'aluminium TiAl_3 et de la surmodification par le strontium sur la précipitation de la phase $\beta\text{-Fe}$ dans les alliages A319. Par la suite, on montre l'effet de l'interaction entre le strontium et le phosphore sur la forme de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. Nous utilisons une microsonde électronique pour analyser les phases et les intermétalliques, et pour examiner la carte des principaux éléments et leur dispersion dans les phases.

6.2 ANALYSE QUANTITATIVE

À l'aide d'un analyseur d'images de type Leco 2001, qui servira à mieux saisir le rôle du strontium (Sr) comme agent de modification et le rôle de phosphore (P) comme agent d'affinage de silicium primaire, et leur interaction sur les caractéristiques de la phase β -Al₅FeSi, la densité de cette phase et la longueur des aiguilles les plus longues ont été déterminées. Tous les alliages destinés à l'analyse métallographique ont été coulés en moule graphite à deux températures de sursaturation, 750 °C et 950 °C. Le moule a été préchauffée à 600 °C.

6.2.1 Surchauffe

Plusieurs études détaillées portant sur la fragmentation de la phase β -Al₅FeSi, due à la modification par le strontium, ont été réalisées. En effet, Shabestari *et al.*³² ont montré qu'il existe un titre optimum en strontium, se situant dans la gamme 400 – 600 ppm pour l'alliage 413, qui diminue la taille, le nombre et le pourcentage volumique des phases de fer. D'autre part, Samuel *et al.*⁵⁷ ont étudié l'effet du strontium sur l'alliage 319; ils ont noté que l'addition de 300 ppm en Sr accélère la dissolution de la phase β en la fragmentant en aiguilles de plus petites tailles. De plus, Pennors *et al.*³¹ ont remarqué qu'un titre optimum d'environ 400 ppm en Sr, ajouté à l'alliage 319, diminue au maximum la longueur moyenne de la phase β . Selon les mêmes auteurs, et pour une teneur élevée en Sr, il y a décomposition de la phase β en raison du rejet du silicium à partir de cette phase.

Plus récemment, Xiufang Bian *et al.*⁵⁸ ont étudié un autre aspect de la conversion des plaquettes de β -Al₅FeSi en surchauffant le métal à une température élevée. Ils

proposent que la forme d'aiguilles de la phase β -Fe puisse être transformée en forme sphéroïdale en surchauffant le métal. Selon eux, dans n'importe quel alliage Al-Si dont le contenu de fer se situe entre 0.8 et 1.8 %, la morphologie des composés de fer se transforme d'une longue forme aciculaire en rosettes, et ensuite en une forme sphéroïdale. En outre, et après un tel traitement de sphéroïdisation, la résistance à la traction et la ductilité de l'alliage sont considérablement augmentées et la forme sphéroïdale est maintenue après une autre coulée. La figure 68 illustre l'effet du fer et de la surchauffe sur la morphologie des intermétalliques de β -Al₅FeSi.

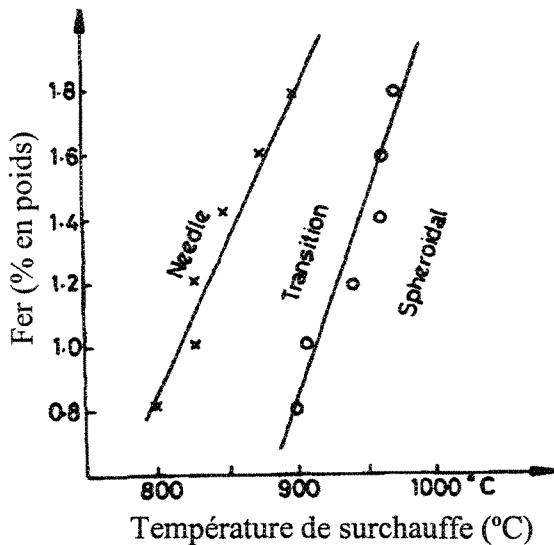


Figure 68. Effet du fer et de la température de surchauffe sur la morphologie des intermétalliques de fer⁵⁸.

Selon les mêmes auteurs⁵⁸, plus la température de surchauffe est élevée, plus les aiguilles longues se dégradent en petites aiguilles de forme sphéroïdale après un état de transition. La figure 69 montre le changement de la morphologie des aiguilles par la surchauffe.

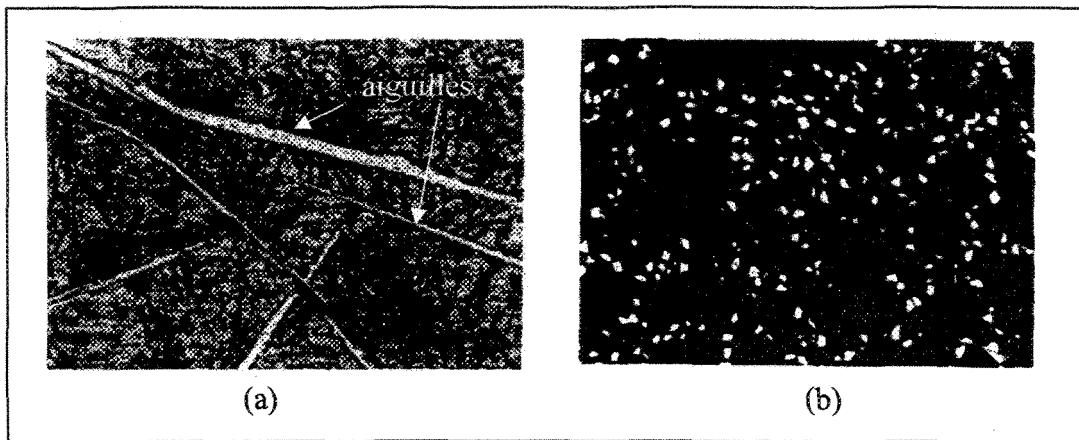


Figure 69. Transformation de morphologie des intermétalliques de fer⁵⁶.

- (a) forme aiguilles/plaquettes
- (b) forme sphéroïdale.

En utilisant l'alliage mère Al-10%Mn-2%Ti, Xiufang *et al.*⁵⁹ ont étudié la transformation des aiguilles de β -Al₅FeSi en forme sphéroïdale dans les alliages Al-Si. En effet, le titane peut se combiner avec le fer pour donner des composés plus complexes tels que (FeMn)₃Si₂Al₁₅ et FeMnAl₁₂. Dans un alliage Al-Si à plusieurs éléments, la majorité du titane se combine avec l'aluminium pour former TiAl₃. Pendant la solidification, le TiAl₃ peut agir en tant qu'emplacement hétérogène de nucléation pour les composés de fer en les transformant en forme sphéroïdale. La figure 70 montre le mécanisme de nucléation par TiAl₃, comme le proposent Gruzleski et Closset¹³. Les particules TiAl₃ réagiront avec la phase liquide. Au dessous de 665 °C, la réaction périctique se produit : liquide + TiAl₃ → solide (α). Cette phase solide formée est presque une phase d'aluminium pur qui enveloppe la particule TiAl₃ et qui agit en tant qu'emplacement favorisant la croissance des grains en aluminium. Au moyen d'un analyseur à rayons-X par énergie dispersive, Liu *et al.*⁶⁰ ont pu déterminer la présence des différents éléments dans les deux zones A et B, qui schématisent respectivement le centre

de nucléation TiAl_3 et les composés de fer sphéroïdisés entourant ce centre. La figure 71 montre la localisation du centre TiAl_3 et les composés de fer.

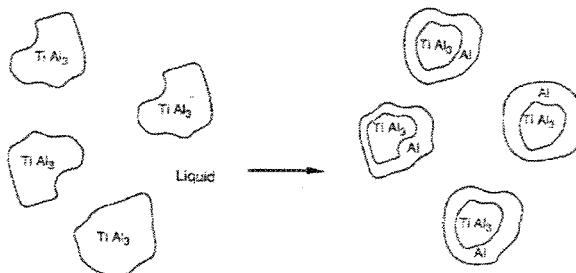
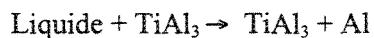


Figure 70. Nucléation par la réaction péritectique dans le système Al-Ti¹³.

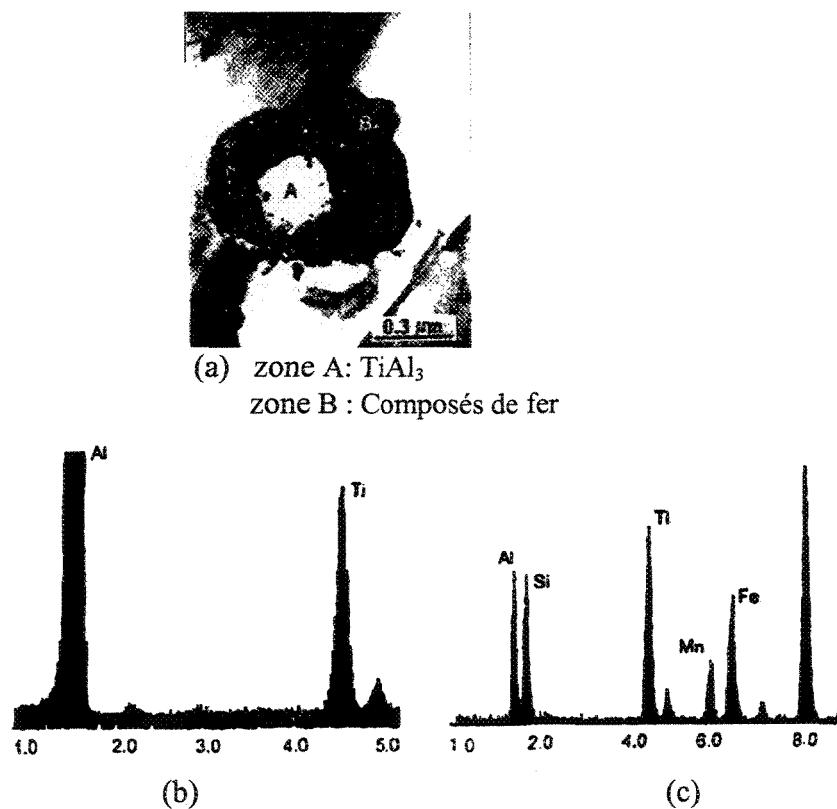


Figure 71. (a) le noyau du composé de fer.
(b) réflexion des éléments de la zone A (Al,Ti), EDXS.
(c) réflexion des éléments de la zone B (Al,Si,Ti,Mn,Fe), EDXS⁶⁰.

Les recherches de Mondolfo et Barlock⁴⁹, et celles de Bian *et al.*⁵⁸, font partie des quelques études illustrant la surchauffe du métal liquide. Ces deux études indiquent, cependant, que la surchauffe semble jouer un rôle important en décidant comment les phases de fer précipiteront et à quel endroit l'effet de la surchauffe est dû à des noyaux tel que TiAl₃.

À l'opposé, Awano et Shimizu²² ont étudié l'effet de la surchauffe dans les alliages Al-Si. En reportant le métal liquide à haute température, la phase β-Al₅FeSi change de morphologie et prend la forme d'écriture chinoise (phase α-Fe). Ces résultats sont confirmés par des travaux faits par Saoudi⁵⁰, qui a utilisé les mêmes alliages.

Contrairement aux résultats obtenus par Xiufang *et al.*⁵⁸, les résultats de notre étude montrent un phénomène de fragmentation des aiguilles de fer même pour les alliages contenant une haute concentration en fer (> 0.8 %), et non pas un phénomène de sphéroïdisation. La coulée des alliages à haute température (950 °C) a permis, de plus, de fragmenter et de dissoudre la phase β-Al₅FeSi, et ainsi de réduire sa taille.

6.2.2 Effet de TiAl₃

Afin de prouver l'absence du phénomène de sphéroïdisation de la phase β-Al₅FeSi lors de la surchauffe et lors de l'ajout du titane d'aluminium, et de mettre en évidence le type de nucléation qui se produit alors, des expériences d'analyse thermique ont été réalisées. En effet, en utilisant l'alliage mère Al-10% Ti, une quantité de 7000 ppm en titane a été ajoutée à l'alliage A319 (Al-6.5% Si-3.5% Cu) avec 1.2% en fer. L'alliage a été coulé à T₁ = 750 °C et à T₂ = 950 °C. La figure 72 montre clairement la forme des plaquettes de TiAl₃ dans l'alliage mère Al-10% Ti utilisé.

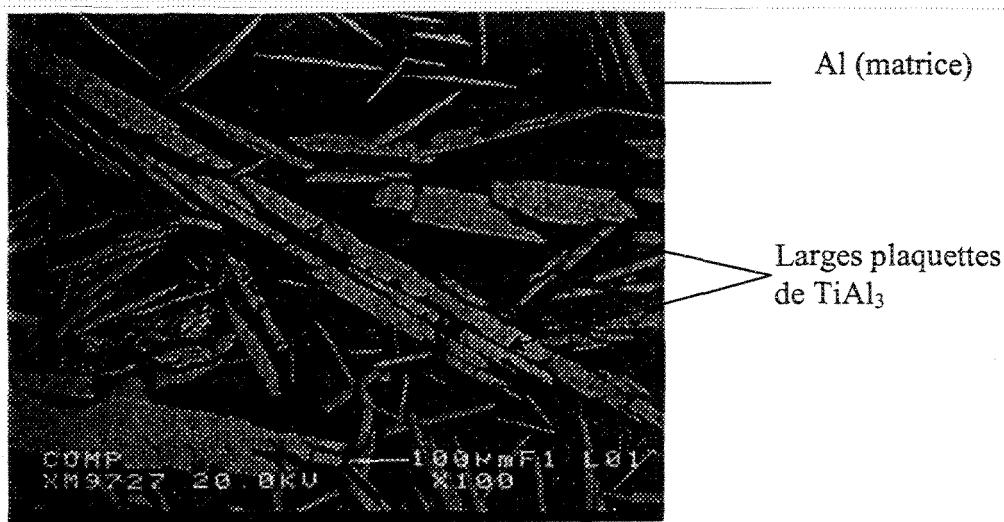


Figure 72. Microstructure de l'alliage commercial mère Al-10% Ti.

Les courbes d'analyses thermiques ainsi obtenues sont comparées à celles des alliages de base correspondants, H16T1 (A1) et H16T2 (A2), dont la composition chimique est la même mais sans titane. Les figures 73 et 74 montrent les courbes d'analyses thermiques de ces différents alliages. Toutes ces courbes montrent bien l'apparition de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ pré-eutectique. L'addition de titane sous forme d'alliage mère Al-10% Ti a mené à la précipitation de plaquettes épaisses dont la nature est $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$ (voir tableau 14), et a laissé solidifier la phase dendritique $\alpha\text{-Al}$ et la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ à des températures plus hautes que la normale. Ces plaquettes riches en titane sont de grande taille puisque leur température de formation est de l'ordre de 740 °C. La température de la phase silicium eutectique n'a pas été abaissé puisque le titane n'est pas un agent de modification. Comme le montre le diagramme de phase du système binaire Al-Ti (voir figure 75), à 950 °C l'alliage mère Al-10% Ti est complètement à l'état liquide. Durant la solidification, le titane entre en réaction avec l'aluminium pour former $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$. Par la suite, les aiguilles de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ se précipitent sur ces phases

formées de titane. Ces dernières ont donc réagi comme site ou emplacement de nucléation des intermétalliques de fer.

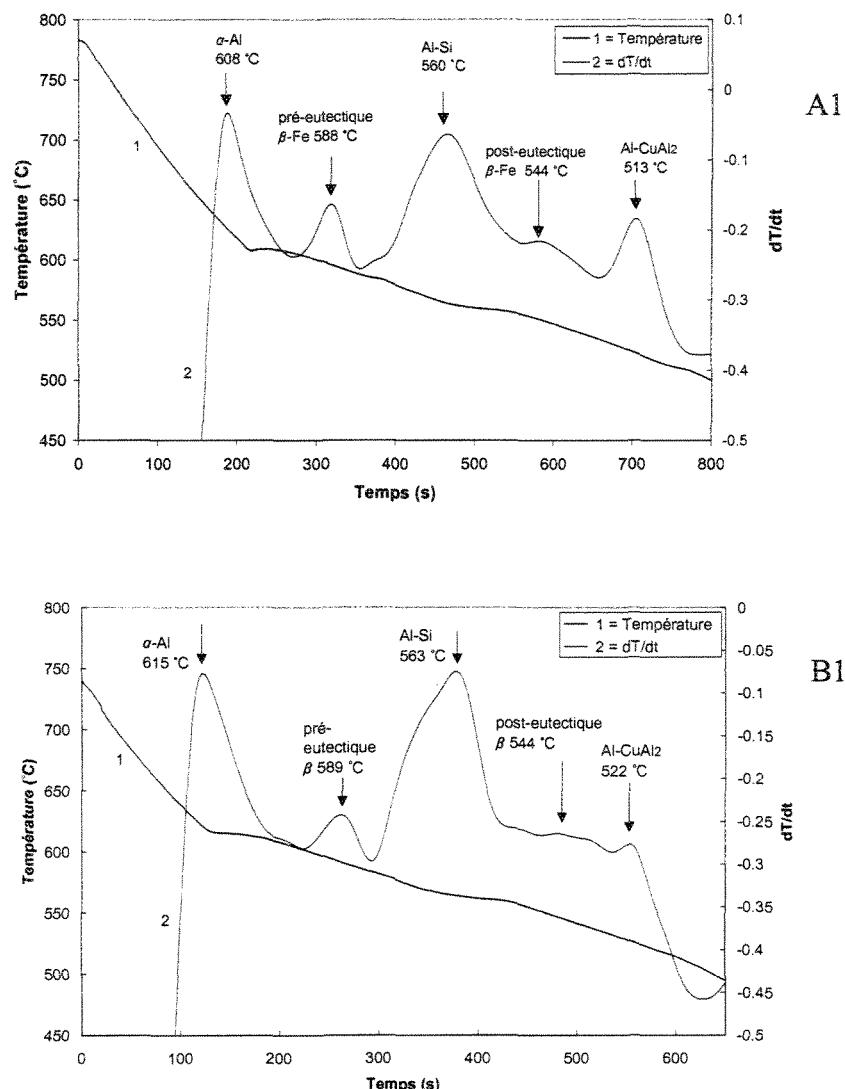


Figure 73. Courbes d'analyses thermiques des alliages coulés à $T_1 = 750$ °C.
(A1) alliage de base A319 (1.2% Fe).
(B1) alliage A319 (1.2% Fe) avec 0.7% Ti.

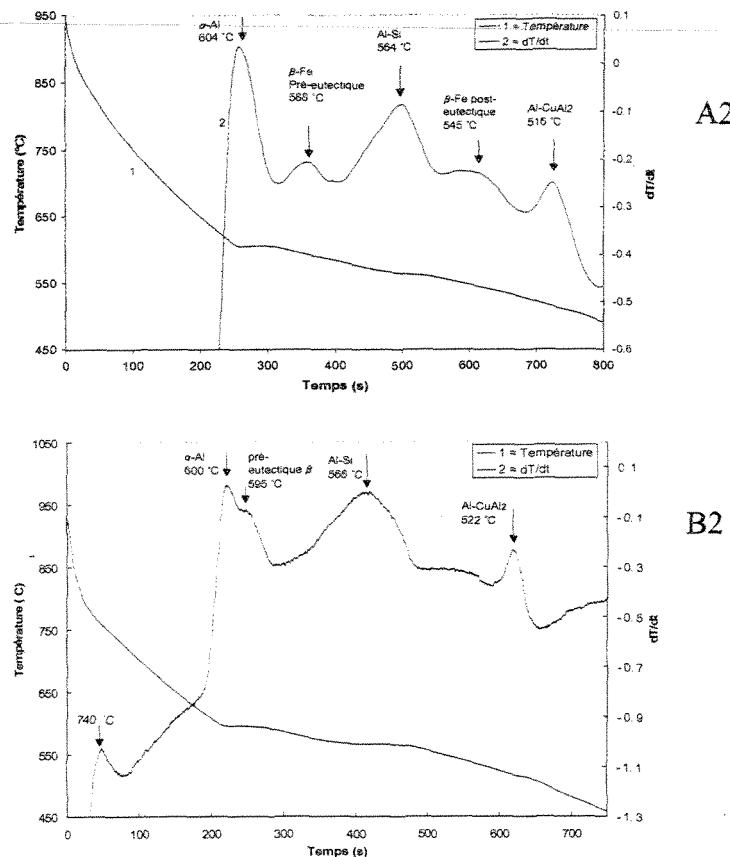


Figure 74. Courbes d'analyses thermiques des alliages coulés à $T_2 = 950$ °C.
 (A2) alliage de base A319 (1.2% Fe).
 (B2) alliage A319 (1.2% Fe) avec 0.7% Ti.

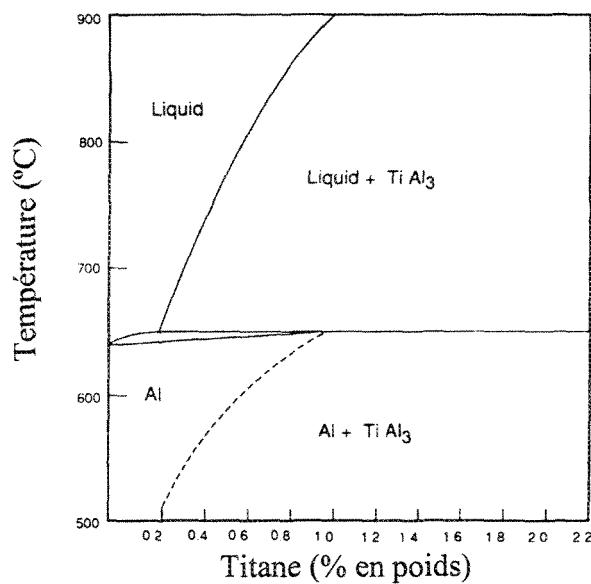


Figure 75. Diagramme de la phase Al-Ti¹³.

Une analyse microstructurale montre la forme des plaquettes de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. Ces plaquettes, relativement plus petites et plus fines, sont précipitées le long des côtés des plaquettes contenant la phase titane. La figure 76 illustre cette observation.

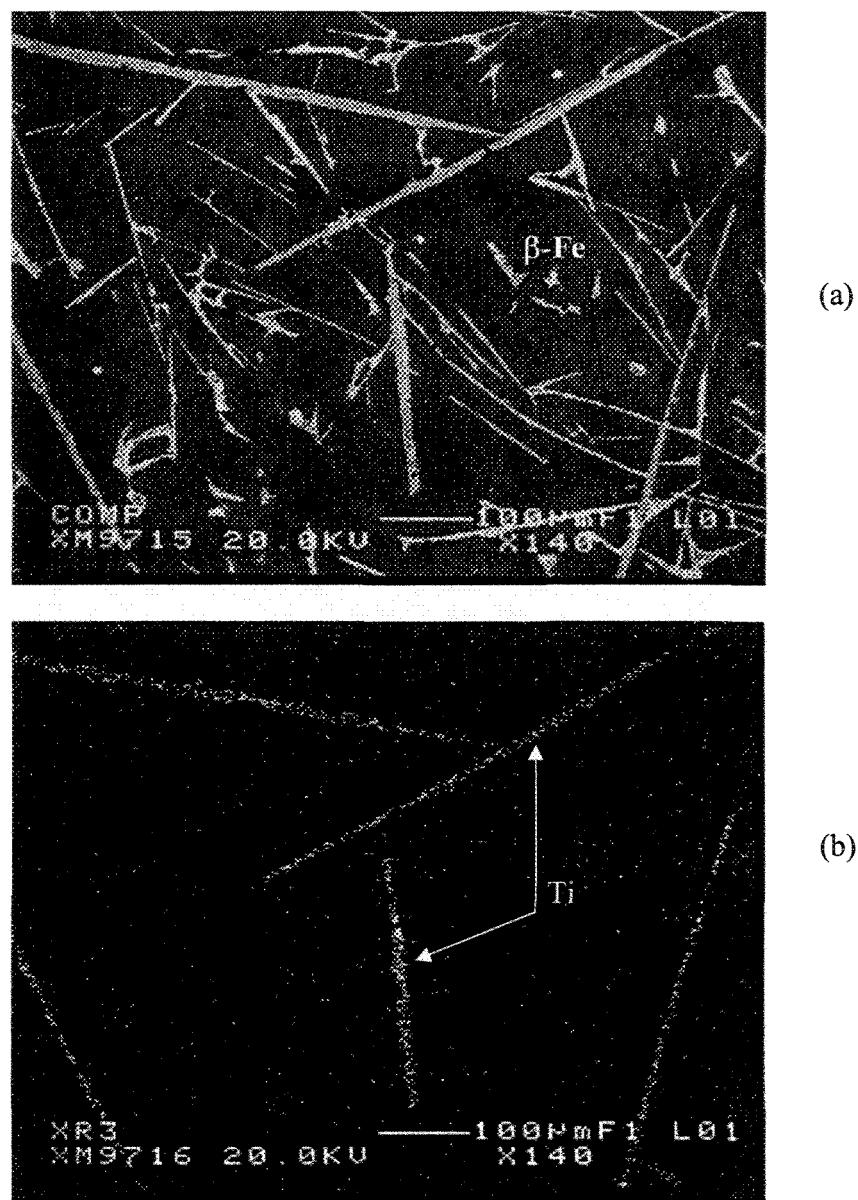


Figure 76. (a) Fines plaquettes de $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ précipitées le long des plaquettes riches en titane , (b) Distribution de titane dans ces plaquettes.

La figure 77 montre la forme des plaquettes de la phase contenant du titane et de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ dans un pore. Les plaquettes riches en titane sont plus longues et plus épaisses que celles de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. Le pore qui apparaît clairement sur cette figure est dû à la présence des plaquettes de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. Ces dernières constituent un obstacle pour le passage du métal liquide lors de la solidification, entraînant par conséquent la naissance de porosités dans la microstructure. Quant à la figure 78, elle illustre respectivement l'apparition du titane et du fer dans les deux phases mentionnées auparavant. Les distributions de l'aluminium, de silicium et de titane dans la phase riche en titane sont présentées par la figure 79.

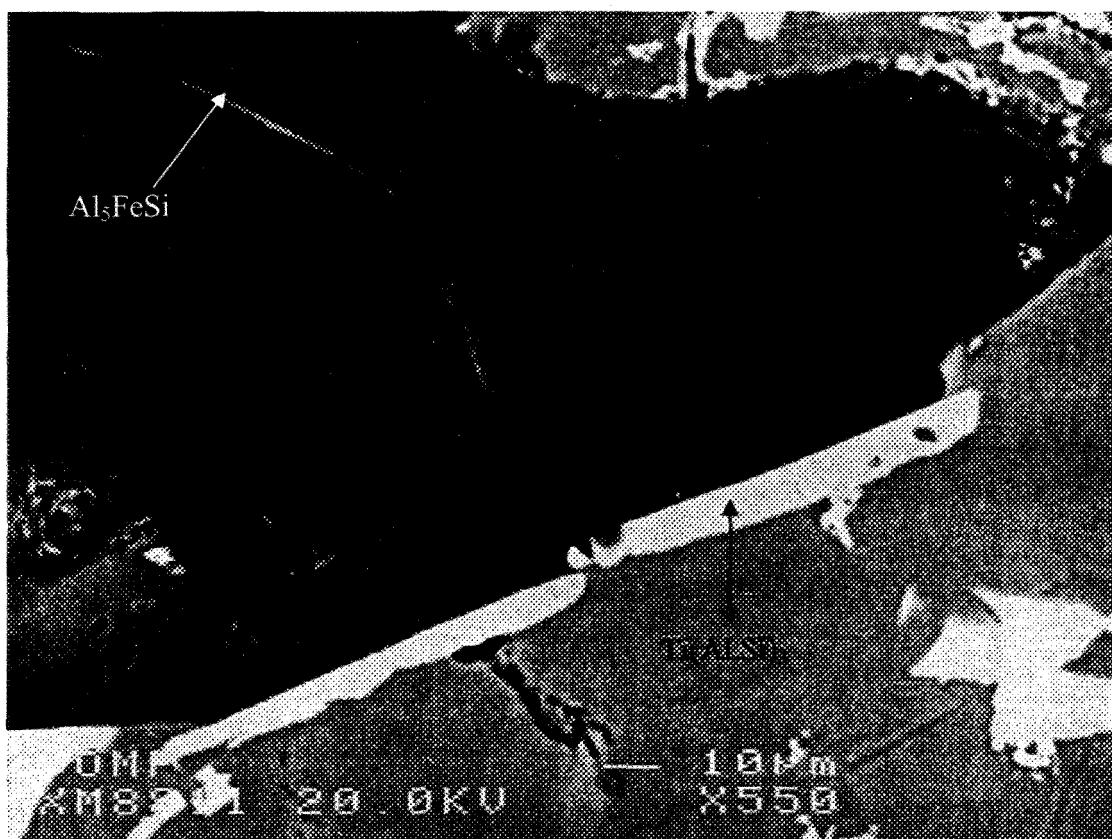


Figure 77. Distribution des plaquettes de $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$ et Al_5FeSi dans la microstructure (alliage coulé à 950 °C).

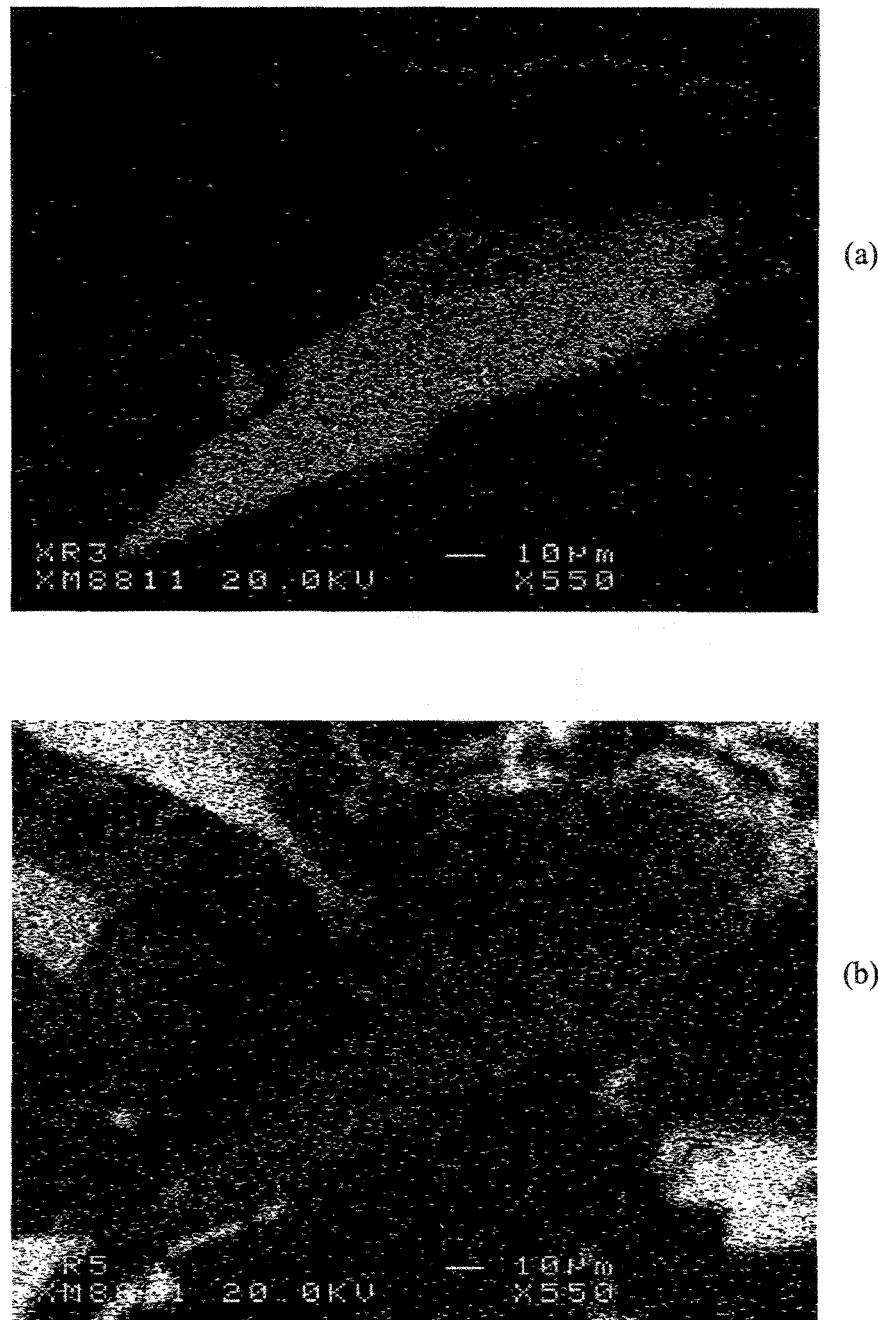


Figure 78. Distribution du (a) titane et du (b) fer correspondant à la microstructure montrée dans la figure 77.

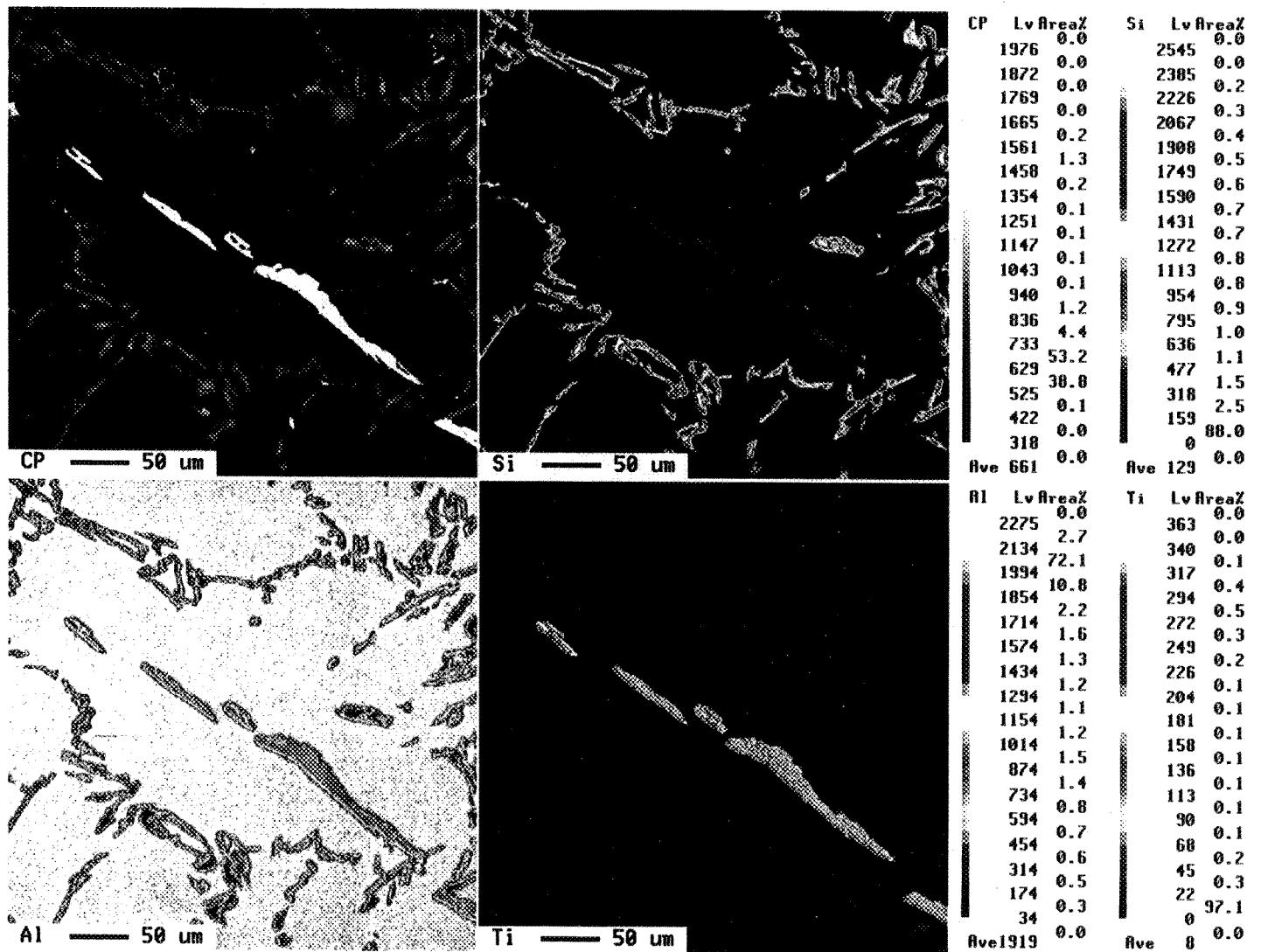


Figure 79. Distribution de l'aluminium, du titane et du silicium dans la phase riche en titane.

La formule suggérée de la phase riche en titane a été identifiée au moyen de la technique de spectrométrie des rayons-X par longueurs d'ondes. Le tableau 14 montre le pourcentage atomique des éléments présents dans différentes régions. La composition mentionnée au tableau est prouvée par les résultats des travaux de Youdelis et Yang⁶¹.

Tableau 14. Identification de la phase riche en titane.

Points	Élément	% atomique	Formule suggérée
1	Al	63.895	$\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$
	Ti	24.224	
	Si	10.096	
2	Al	63.935	$\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$
	Ti	23.994	
	Si	10.144	
3	Al	64.300	$\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$
	Ti	24.101	
	Si	10.006	
4	Al	63.969	$\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$
	Ti	24.391	
	Si	10.085	
5	Al	64.762	$\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$
	Ti	24.017	
	Si	10.061	
6	Al	64.762	$\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$
	Ti	24.017	
	Si	10.061	
7	Al	64.104	$\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$
	Ti	24.260	
	Si	9.797	

6.2.3 Effet de la surmodification

Afin de montrer l'effet de la surmodification par le strontium, des expériences d'analyses thermiques ont été faites. En utilisant l'alliage mère Al-10% Sr (soit 7000 ppm Sr), l'alliage A319 (Al-6.5%Si-3.5%Cu) avec 1.2% en fer a été coulé à $T_1 = 750^\circ\text{C}$ et à $T_2 = 950^\circ\text{C}$. Les courbes d'analyses thermiques obtenues (C1 et C2) sont comparées à celles des alliages de base (A1 et A2). La figure 80 montre ces courbes obtenues.

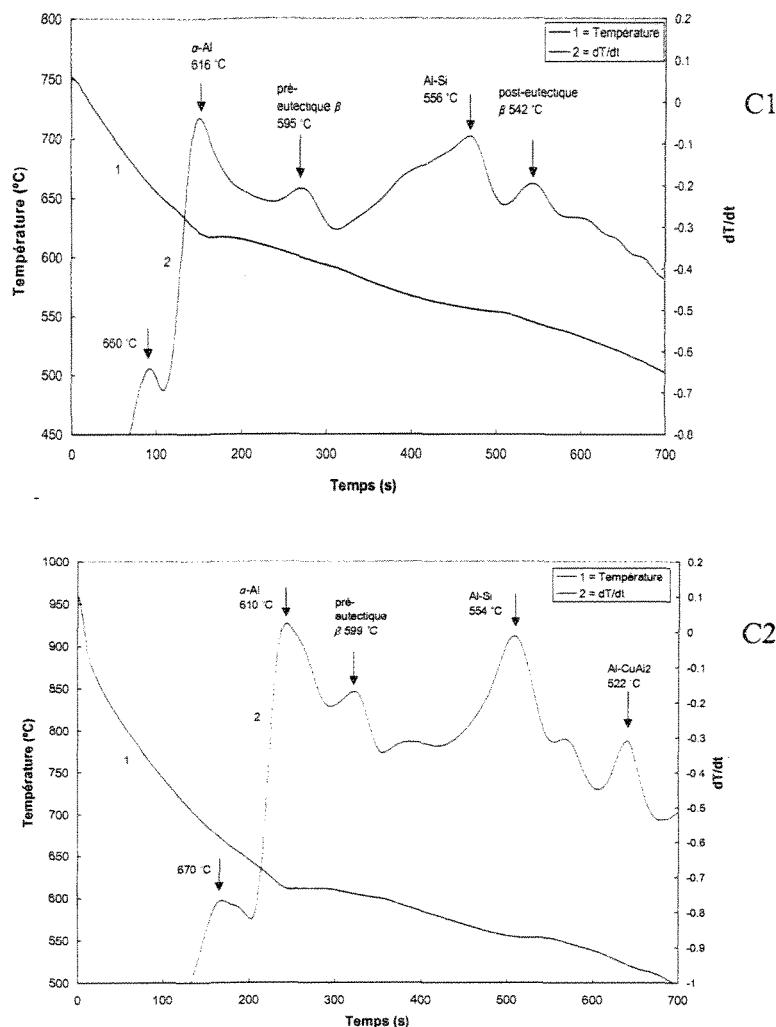


Figure 80. (C1) alliage A319 (1.2% Fe) avec 0.7% Sr coulé à $T_1 = 750$ °C.
(C2) alliage A319 (1.2% Fe) avec 0.7% Sr coulé à $T_2 = 950$ °C.

Les deux courbes d'analyses thermiques montrent clairement l'apparition de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ pré-eutectique. Les alliages contenant le strontium montrent une nouvelle phase qui prend naissance à une température ~ 660 °C, soit ~ 50 °C avant la précipitation de la phase $\alpha\text{-Al}$ dendritique. Cette nouvelle phase prédendritique, qui est riche en strontium, prend une forme polyédrique. Ces particules prédendritiques riches en strontium augmentent la précipitation de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ par une nucléation

hétérogène. Pour les deux alliages contenant le strontium, la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ a eu lieu à des températures supérieures à la normale, soit ~ 12 °C de plus. L'addition du strontium en quantité excessive a permis de fragmenter de façon significative les intermétalliques de fer. Le strontium a pénétré dans les aiguilles, causant ainsi la dissolution des intermétalliques et la déstabilisation de la température de formation de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$.

De son côté, la surchauffe a encore fragmenté la phase $\beta\text{-Fe}$ et a changé la morphologie des intermétalliques de fer de $\beta\text{-Fe}$ (aiguilles) en phase $\alpha\text{-Fe}$ (écriture chinoise), qui est plus compacte et moins nuisible que la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. La figure 81 montre bien la forme des intermétalliques de fer. Elle met en évidence les aiguilles de fer, qui prennent une longue taille en l'absence du strontium (figure 81-a). Par contre, en présence d'une quantité excessive de strontium (figure 81-b), ces aiguilles diminuent de taille et deviennent plus fines et plus fragmentées. Les taches blanches correspondent bien au strontium restant dans la matrice. Quant à la figure 81-c, les aiguilles sont en plus fragmentées lorsque le métal est coulé à haute température (950 °C).

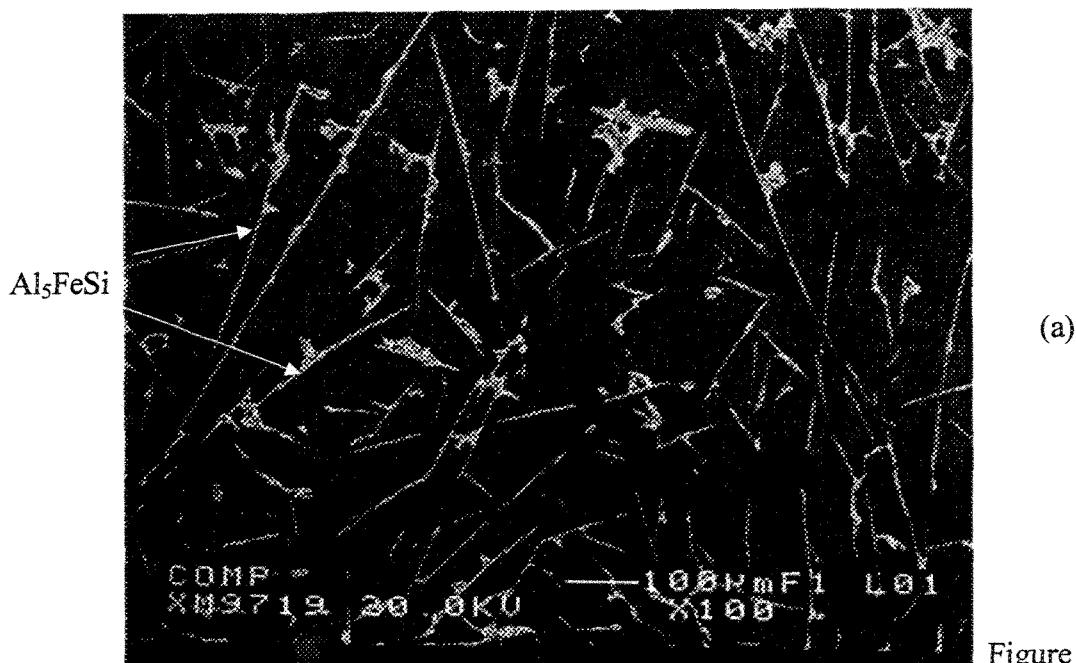


Figure 81.

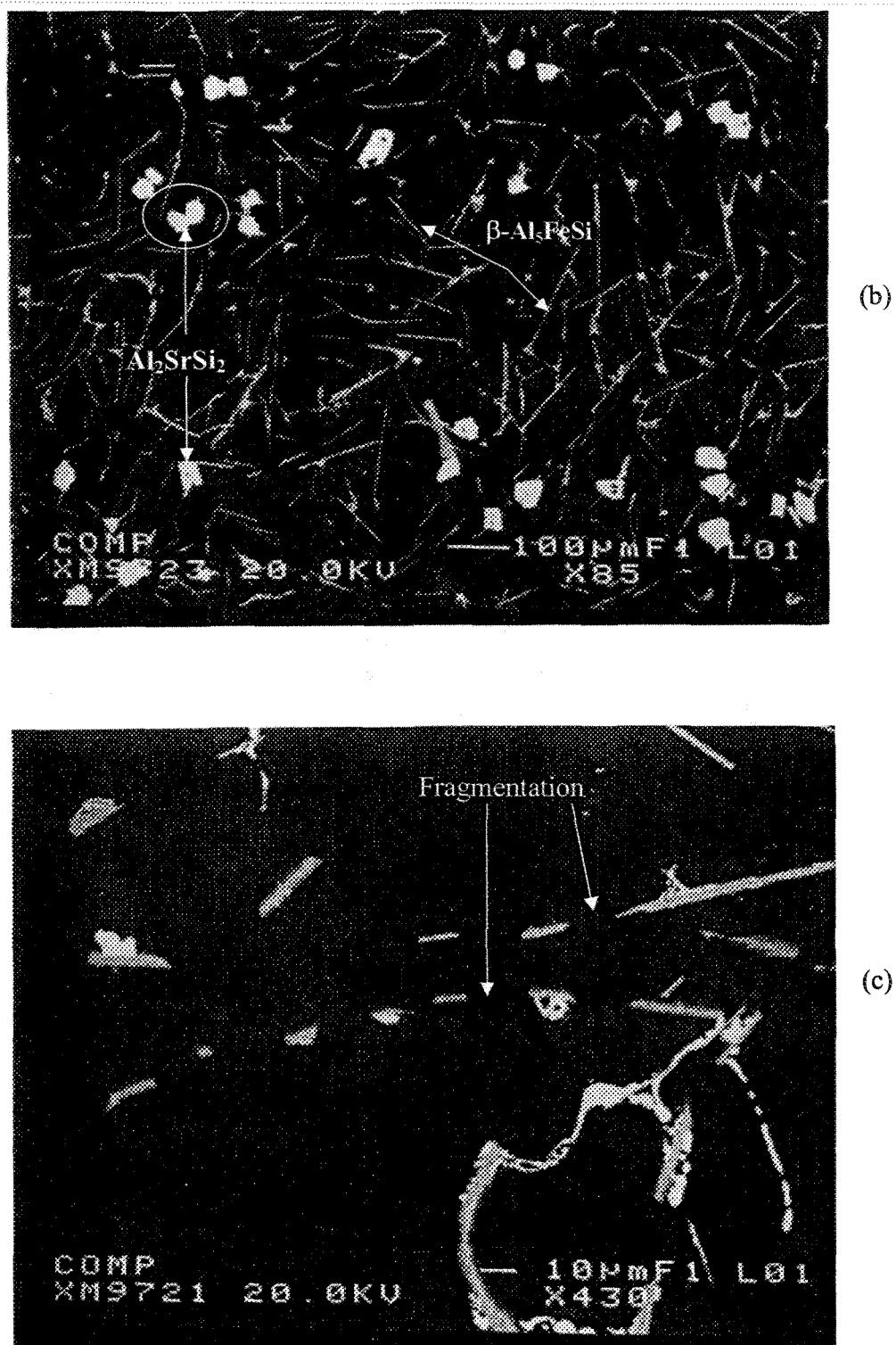


Figure 81. (a) alliage A2 (1.2% Fe) coulé à $T_2 = 950$ °C.
(b) alliage B1 (1.2% Fe) avec 0.7% Sr coulé à $T_1 = 750$ °C.
(c) alliage B2 (1.2 % Fe) avec 0.7% Sr coulé à $T_2 = 950$ °C.

Le cercle indiqué sur la figure 81-b montre bien la forme de la phase riche en strontium qui prend une forme polyédrique. La figure 82 illustre la précipitation de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ qui se fait sur les arêtes ou les côtés de la phase riche en strontium (comme le montre l'analyse à rayons-X par énergie dispersive).

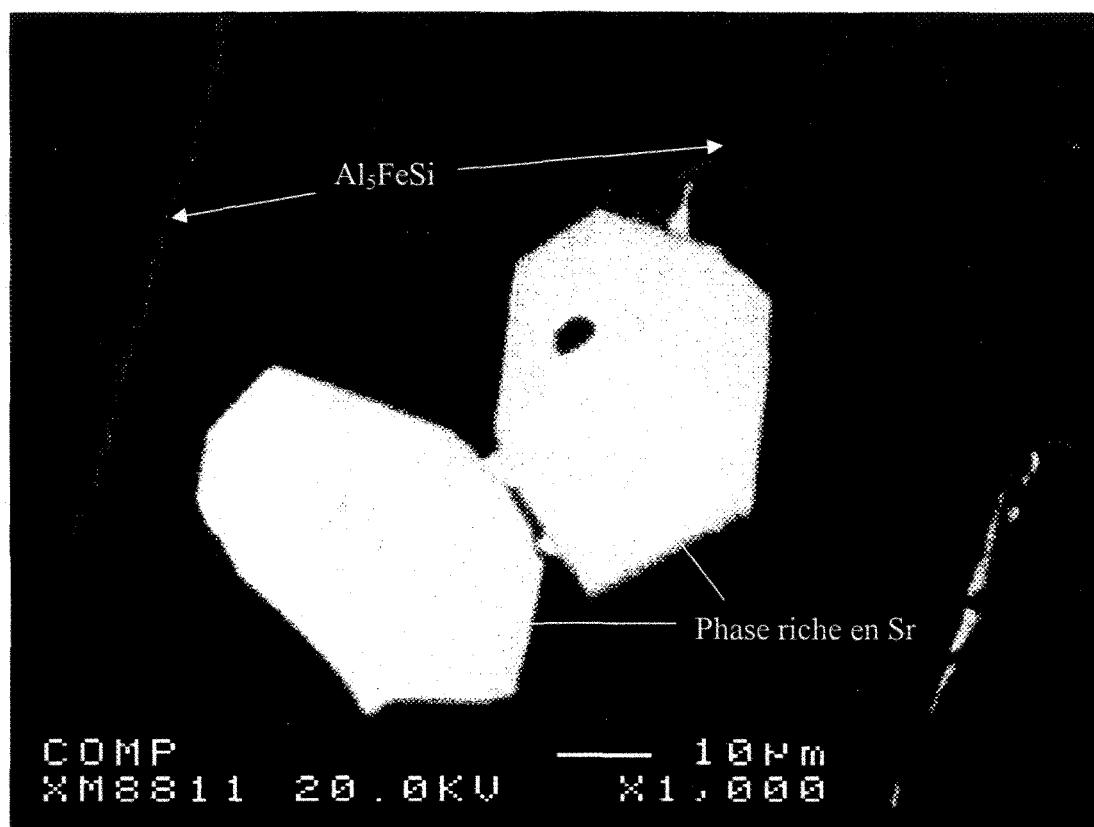


Figure 82. Forme polyédrique des particules riches en strontium.

Au moyen de la microsonde électronique, la formule suggérée de ces particules riches en strontium a été identifiée en utilisant la méthode de spectrométrie des rayons-X par longueurs d'ondes. Le tableau 15 montre le pourcentage atomique des éléments présents dans différentes régions.

Tableau 15. Identification de la phase riche en strontium.

Point	Élément	% atomique	Formule suggérée
1	Al	40.576	Al_2SrSi_2
	Si	39.821	
	Sr	18.293	
2	Al	40.582	Al_2SrSi_2
	Si	40.180	
	Sr	18.205	
3	Al	41.171	Al_2SrSi_2
	Si	37.616	
	Sr	20.192	
4	Al	41.093	Al_2SrSi_2
	Si	37.758	
	Sr	20.017	
5	Al	41.180	Al_2SrSi_2
	Si	37.557	
	Sr	20.198	

Pour les six alliages, la longueur maximale moyenne de la phase β - Al_5FeSi a été mesurée. Cette longueur est importante dans les alliages non-modifiés (alliages de base A1 et A2). Dans les alliages contenant du titane, la longueur maximale moyenne de la phase β -Fe a diminué. Cette diminution est causée par la formation de plusieurs germes en présence du titane d'aluminium, ce qui mène à former la phase β -Fe en grande quantité mais en petite taille. La phase $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$ a donc agi comme agent de fragmentation par germination. L'addition du strontium en quantité excessive a permis de fragmenter de façon significative les intermétalliques de fer. Le strontium, qui pénètre dans les aiguilles, cause ainsi la dissolution des intermétalliques et la déstabilisation de la température de formation de la phase β - Al_5FeSi . De son côté, la surchauffe a en plus fragmenté la phase β -Fe et a changé la morphologie des intermétalliques de fer de β -Fe en phase α -Fe, ce qui conforte les résultats obtenus par Awano et Shimizu²². Même

lorsque la température de formation de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ est élevée, on note une fragmentation par germination dûe à la phase $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$ dans les alliages B1 et B2, et une fragmentation dans les alliages C1 et C2 dûe à la présence du strontium. Le tableau 16 résume la longueur maximale moyenne de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ de chaque alliage, accompagnée de sa température de formation.

Tableau 16. Longueur maximale moyenne β_{\max} (μm) des alliages.

Alliage	Longueur maximale moyenne β_{\max} (μm)	Température de formation de $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ ($^{\circ}\text{C}$)	% volumique des intermétalliques
A1	169 \pm 65	588	4.37
A2	164 \pm 61	588	4.03
B1	125 \pm 40	589	--
B2	131 \pm 31	595	--
C1	131 \pm 30	595	3.95
C2	109 \pm 22	599	4.90

Shabestari³² a étudié l'effet du strontium sur la taille et sur la morphologie des intermétalliques de fer dans les alliages de type A413, 413.P et 413 synthétique. Dans tous les cas, le strontium est très efficace : il réduit la taille, le nombre et le pourcentage volumique de la phase β . Cet élément permet aussi de transformer la morphologie de la phase $\beta\text{-Fe}$ en phase $\alpha\text{-Fe}$. Un optimum dans la teneur en Sr, se situant entre 0.04 et 0.06 % pour l'alliage 413, a été remarqué. Cet optimum réduit au maximum le pourcentage volumique des phases de fer. Comme le montre la figure 83, l'addition de 600 ppm Sr affaiblit nettement le pourcentage en volume d'intermétalliques : de 1.2 à presque 0.1 %. Une teneur en Sr supérieure à 600 ppm inverse l'effet du strontium et augmente le

pourcentage et la taille des intermétalliques. Cette augmentation est dûe à la surmofication.

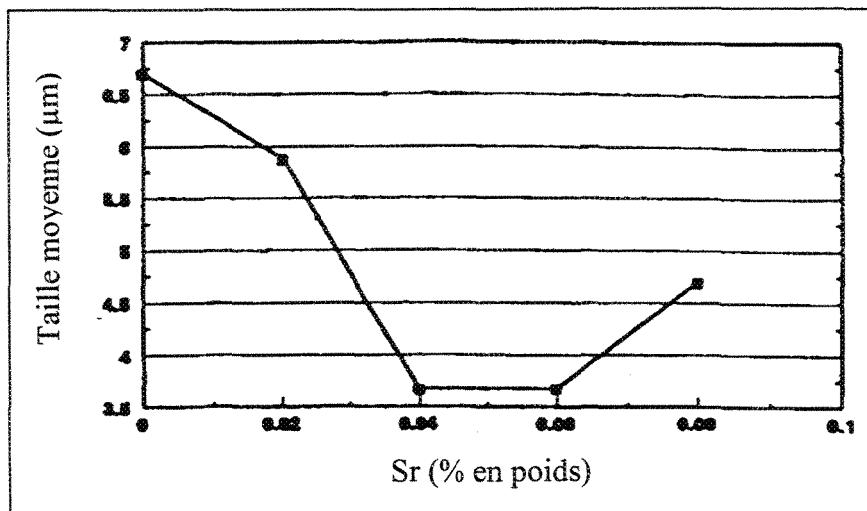


Figure 83. Effet du strontium sur les intermétalliques dans l'alliage 413 coulé en moule permanent³².

Notons que Shabestari³² a utilisé l'alliage 413 avec 1.2 % en fer et a effectuée la coulée en moule permanent. Lorsque la teneur en Sr est de 400 ~ 600 ppm, il y a réduction de 45 % de la taille des intermétalliques et de 92 % du volume total des intermétalliques. Mais lorsque le strontium est présent en quantité excessive, la taille des intermétalliques augmente. Théoriquement, si le pourcentage en Sr est de 0.7%, cette taille atteindra une très grande valeur, ce qui n'est pas le cas dans les alliages C1 et C2 étudiés.

Pennors *et al.*³¹ ont aussi étudié l'effet du strontium sur la longueur moyenne de la phase β -Al₅FeSi. Ces auteurs ont utilisé l'alliage Al-6.5%Si-3.5%Cu coulé en moule de sable. Puisque le refroidissement dans l'ailette la plus épaisse donne un espace interdendritique de l'ordre de 85 μm , on peut comparer les résultats obtenus avec ceux

des alliages coulés en moule graphite. En effet, Pennors *et al.*³¹ ont observé qu'une gamme optimale de concentration en Sr apparaît entre 400 et 600 ppm, lorsque la fragmentation et la dissolution des aiguilles de fer sont maximales. Comme le montre la figure 84, à des concentrations élevées en Sr, un effet fini de modification est observé et la longueur de la phase β -Fe commence à augmenter.

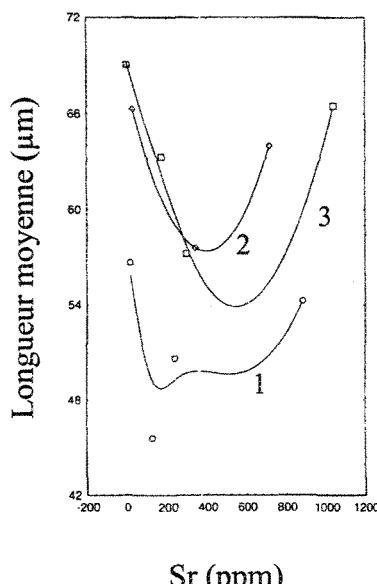


Figure 84. Effet du Sr sur la longueur moyenne de la phase β -Al₅FeSi.
1(0.5%Fe), 2(1%Fe), 3(1.5%Fe)³¹.

6.2.4 Longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi

En l'absence du strontium et du phosphore (alliages de base), la variation de la longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi en fonction de la concentration de fer suit une courbe linéaire ascendante, conformément aux résultats obtenus par Villeneuve et Samuel⁴⁷. Cette longueur maximale moyenne devient plus courte, avec une diminution de presque 20 μm lorsque le métal liquide est coulé à 950 °C. En effet, les

intermétalliques de fer se dissolvent rapidement avec l'augmentation de la température de la solution. Cette diminution de 20 μm reste stable et indépendante de l'accroissement du pourcentage de fer. La figure 85 montre l'effet de l'augmentation du contenu en fer et de la surchauffe sur la longueur maximale moyenne des aiguilles de fer dans les alliages de base.

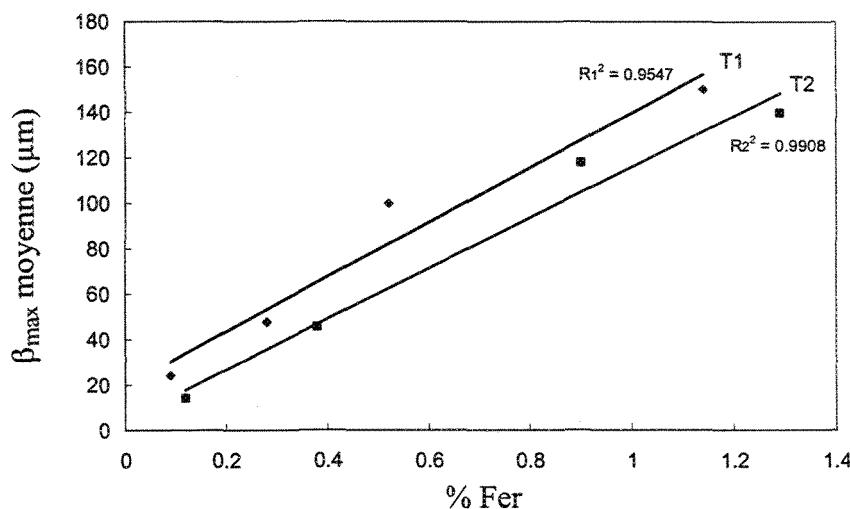


Figure 85. Variations de β_{\max} moyenne (μm) dans les alliages de base en fonction du pourcentage de fer.

En présence du strontium et du phosphore, la variation de la longueur maximale moyenne de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ suit une courbe linéaire croissante. Cette variation est confirmée par les observations faites par Iwahori *et al.*⁶², et par Narayanan *et al.*¹. Puisque la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ pré-eutectique n'apparaît pas sur les courbes d'analyses thermiques des alliages dont le pourcentage en fer est moins de 0.6 %, c'est la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ post-eutectique qui se forme. N'ayant pas de grande énergie lors de la solidification, cette phase ne connaîtra pas de grande croissance qui allongerait sa taille, d'où la facilité de sa fragmentation. Par contre, dans les alliages à haute teneur en fer (> 0.6 %), la phase $\beta\text{-Fe}$ se forme à haute température, là où la diffusion des atomes est

facile, d'où sa grande taille. La surchauffe et l'addition du strontium jouent un rôle important dans la fragmentation de la phase β -Al₅FeSi. Comme le montre la figure 86, on peut observer que la différence de la longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi ne dépasse pas 10 μm dans les alliages contenant une basse concentration en fer (0.2 et 0.4 %). Cette différence minime augmente et peut atteindre 60 μm dans les alliages contenant une haute teneur en fer (0.8 et 1.2%). En opérant à haute température (950 °C), la fragmentation des intermétalliques de fer par le strontium et la nucléation par les composantes de phosphore ont provoqué l'affinage de la phase β -Al₅FeSi pré-eutectique.

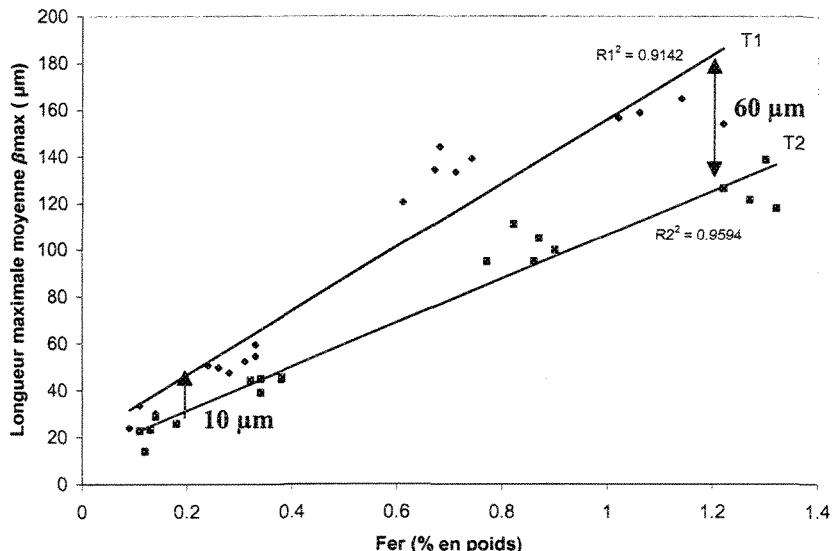


Figure 86. Variations de la longueur maximale moyenne β_{\max} (μm) en fonction du fer, du strontium, du phosphore et de la surchauffe.

Les variations de la longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi dans les alliages coulés à $T_1 = 750$ °C, et en fonction des teneurs en strontium et en phosphore, sont données au tableau 17; celles des alliages coulés à $T_2 = 950$ °C sont résumées au tableau 18. Les valeurs qui sont en caractère gras correspondent aux alliages avec haute teneur en fer, les autres correspondent aux alliages avec faible teneur en fer (0.2 et 0.8%).

Tableau 17-a. Longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi (en μm).
Alliages avec 0.2% et 0.4% Fe, $T_1 = 750^\circ\text{C}$.

Sr (ppm) \ P (ppm)	14	16	18	20	25	31	37	71
<2		$\mu = 52.47$ $\sigma = 29.19$	$\mu = 59.47$ $\sigma = 24.58$					
39							$\mu = 54.66$ $\sigma = 24.15$	
72			$\mu = 50.76$ $\sigma = 29.82$					
87				$\mu = 33.58$ $\sigma = 24.51$				
107						$\mu = 49.81$ $\sigma = 31.08$		$\mu = 56.80$ $\sigma = 33.12$
117		$\mu = 47.70$ $\sigma = 29.83$						
119	$\mu = 24.10$ $\sigma = 14.81$							
127					$\mu = 54.59$ $\sigma = 28.25$			
140			$\mu = 30.24$ $\sigma = 23.68$					

Tableau 17-b. Longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi (en μm).
Alliages avec 0.8% et 1.2% Fe, $T_1 = 750^\circ\text{C}$.

Sr (ppm) \ P (ppm)	13	15	31	33	42	52	80
<2	$\mu = 122.41$ $\sigma = 50.93$	$\mu = 163.32$ $\sigma = 67.01$					
53	$\mu = 120.48$ $\sigma = 45.35$						
65			$\mu = 134.38$ $\sigma = 60.21$				
67			$\mu = 133.16$ $\sigma = 59.56$		$\mu = 139.41$ $\sigma = 49.58$		
73		$\mu = 150.32$ $\sigma = 53.65$					
86					$\mu = 164.73$ $\sigma = 70.88$		
114				$\mu = 154.88$ $\sigma = 54.35$			$\mu = 156.17$ $\sigma = 52.75$
126	$\mu = 126.43$ $\sigma = 44.87$			$\mu = 144.20$ $\sigma = 53.93$		$\mu = 150.12$ $\sigma = 54.75$	

Tableau 18-a. Longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi (en μm).
Alliages avec 0.2% et 0.4% Fe, $T_2 = 950^\circ\text{C}$.

Sr (ppm)	17	17	49	58	75	87	112	120
P (ppm)								
<2	$\mu = 29.08$ $\sigma = 13.78$	$\mu = 45.63$ $\sigma = 22.56$					$\mu = 36.09$ $\sigma = 16.09$	
87		$\mu = 14.19$ $\sigma = 6.64$						
107				$\mu = 30.01$ $\sigma = 15.09$				
109			$\mu = 25.48$ $\sigma = 15.37$					
117								$\mu = 46.24$ $\sigma = 26.69$
123					$\mu = 44.61$ $\sigma = 27.25$			
133							$\mu = 39.97$ $\sigma = 23.81$	
177	$\mu = 39.08$ $\sigma = 27.24$							
202						$\mu = 23.91$ $\sigma = 16.24$		

Tableau 18-b. Longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi (en μm).
Alliages avec 0.8% et 1.2% Fe, $T_2 = 950^\circ\text{C}$.

Sr (ppm)	16	22	32	60	65	81	91	116
P (ppm)								
<2		$\mu = 126.96$ $\sigma = 43.27$	$\mu = 169.00$ $\sigma = 66.87$					
91					$\mu = 118.32$ $\sigma = 40.12$			
103					$\mu = 95.21$ $\sigma = 31.13$			
109						$\mu = 111.30$ $\sigma = 42.28$		
124							$\mu = 126.00$ $\sigma = 43.83$	
126								$\mu = 139.91$ $\sigma = 42.45$
164	$\mu = 121.98$ $\sigma = 37.68$							
165	$\mu = 105.24$ $\sigma = 41.93$							
186				$\mu = 95.62$ $\sigma = 35.66$				

Dans les alliages de la série 1, les valeurs de la longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi post-eutectique se situent entre 20 μm et 60 μm . L'addition du strontium a provoqué une fragmentation facile des aiguilles. Lorsque le phosphore se trouve en faible quantité, le strontium a pour effet la réduction de la durée de la réaction eutectique; par conséquent, la teneur en silicium qui reste au moment de la solidification est élevée pour favoriser la précipitation de la phase β -Al₅FeSi post-eutectique. À l'opposé, lorsque le phosphore est en grande quantité, il mène à la formation des oxydes, agissant comme site de germination pour les aiguilles de fer dans la structure.

Dans les alliages dont le pourcentage de fer varie entre 0.2 et 0.4%, l'addition du strontium réduit considérablement la longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi : une réduction maximale de 217 % pour l'alliage H2T1 (119 ppm Sr), comparativement à l'alliage H1T1; et une réduction maximale de 110 % pour l'alliage H17T1 (73 ppm Sr), comparativement à l'alliage H16T1 dans les alliages pré-eutectiques.

Dans les alliages dont le pourcentage en poids de fer varie entre 0.8% et 1.2%, les aiguilles sont de grande taille et leurs valeurs s'élèvent de 120 μm à 164 μm suivant la teneur en strontium. En comparant les valeurs des concentrations en strontium pour la série 1, on peut remarquer que le strontium est présent en grande quantité dans les alliages post-eutectiques. Par contre, dans les alliages pré-eutectiques, le strontium se trouve en faible quantité. Cela prouve que le strontium a une tendance de pénétration plus forte dans les aiguilles de β -Al₅FeSi des alliages pré-eutectiques que dans celles des alliages post-eutectiques, pour que la fragmentation soit réalisée.

Quant aux alliages coulés à $T_2 = 950$ °C, les valeurs des longueurs maximales moyennes des aiguilles/plaquettes post-eutectiques varient entre 15 μm et 46 μm , et

celles des aiguilles pré-eutectiques varient entre 95 µm et 163 µm suivant la teneur en fer.

De plus, en présence du strontium, la surchauffe a diminué la taille des aiguilles. En effet, l'addition du strontium réduit considérablement la longueur maximale moyenne de la phase β -Al₅FeSi : une réduction maximale de 200 % pour l'alliage H2T2 (87 ppm Sr), comparativement à l'alliage H1T2; et une réduction maximale de 140 % pour l'alliage H17T2 (164 ppm Sr), comparativement à l'alliage H16T2.

En l'absence du strontium, et avec l'augmentation de la température du métal liquide (950 °C) et de la concentration de phosphore de 30 ppm à 600 ppm (afin d'identifier la formation des composés de phosphore), ce dernier se précipite sous forme d'oxydes de type (Al,P)O₂ qui agissent en tant qu'emplacements de nucléation pour la phase de β -Al₅FeSi. La figure 87 montre la difficulté d'identification du phosphore lorsqu'il est en faible quantité (30 ppm). Cette quantité est inférieure au seuil de détection de la sonde électronique utilisée dans ce travail. Il est donc difficile de distinguer entre le phosphore dans la matrice et celui qui se trouve dans les intermétalliques. La présence de ces oxydes réduit de manière significative l'efficacité de la modification de strontium; par conséquent, la taille des aiguilles de la phase β -Al₅FeSi augmente. À l'aide de la microsonde électronique, la formule suggérée de l'oxyde déjà mentionné a été identifié. Cela a été réalisé au moyen de spectrométrie des rayons-X par longueurs d'ondes. Le tableau 19 montre le pourcentage atomique des éléments présents dans différents points de la microstructure.

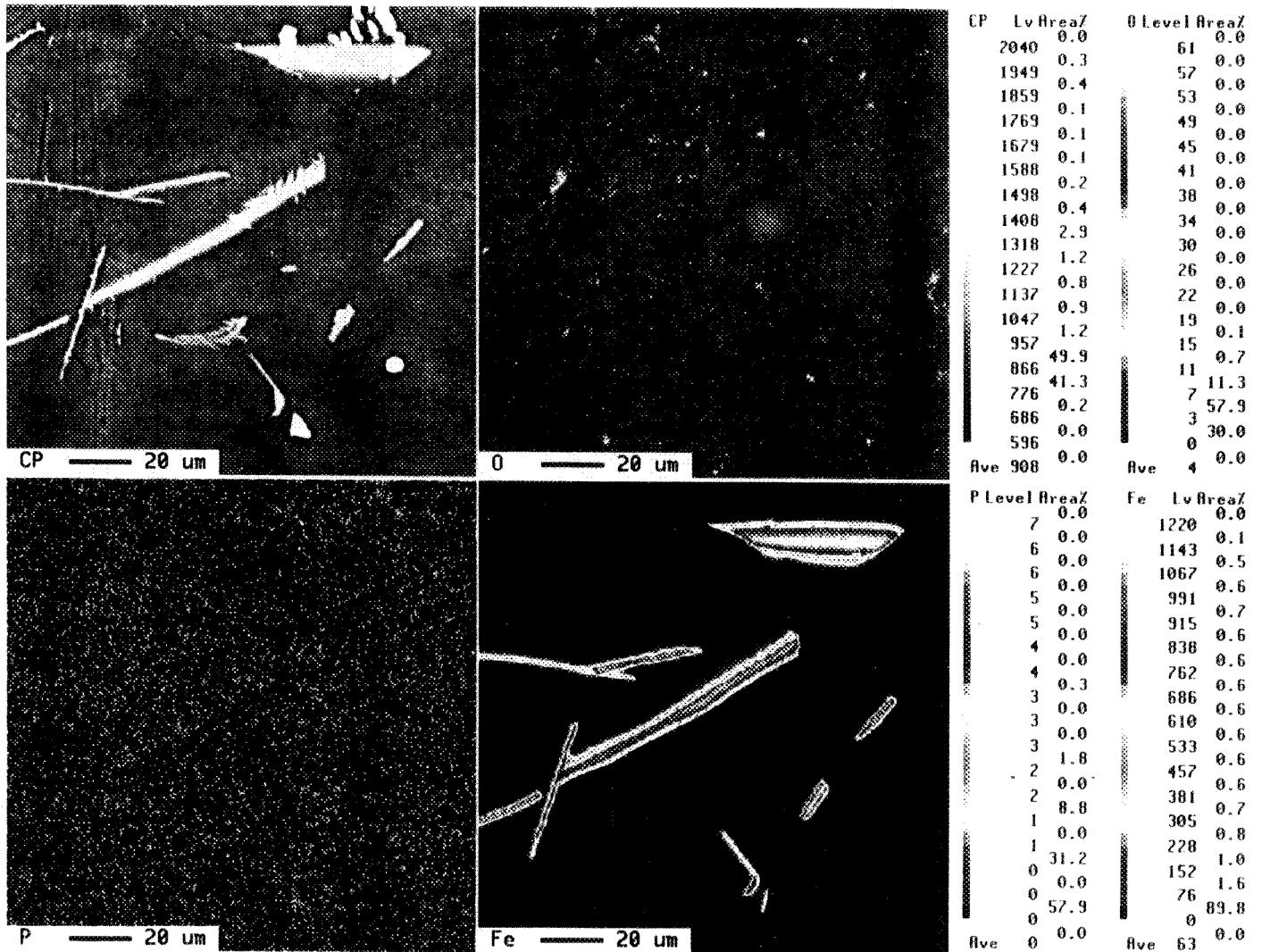


Figure 87. Difficulté d'identification du phosphore avec faible concentration (30 ppm).

Tableau 19. Identification de l'oxyde $(\text{Al},\text{P})\text{O}_2$.

Points	Élément	% atomique	Formule suggérée approchée
1	O Al P	64.250 32.130 1.07	$(\text{Al},\text{P})\text{O}_2$
2	O Al P	63.550 31.175 2.050	$(\text{Al},\text{P})\text{O}_2$
3	O Al P	64.420 34.890 1.66	$(\text{Al},\text{P})\text{O}_2$

En utilisant le microscope électronique, une analyse microstructurale a été réalisée. Cette dernière a permis de prouver la présence de ces oxydes de phosphore dans la microstructure, oxydes identifiés comme nucléants efficaces pour les aiguilles de fer. Ces aiguilles se précipitent sur ces oxydes formés. La figure 88 montre bien ce phénomène.

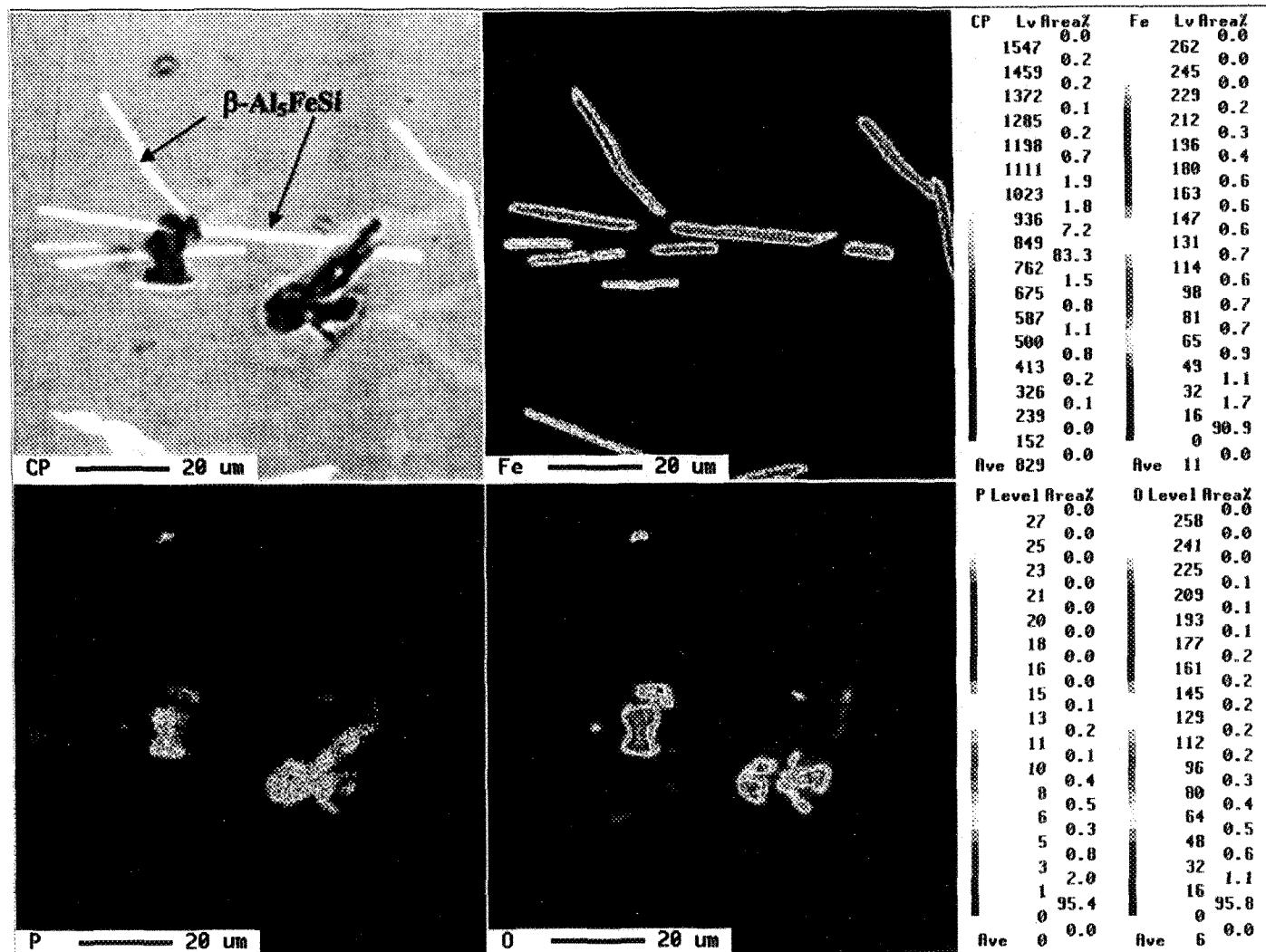


Figure 88-a. Formation des oxydes de phosphore $(\text{Al},\text{P})\text{O}_2$ dans la microstructure.

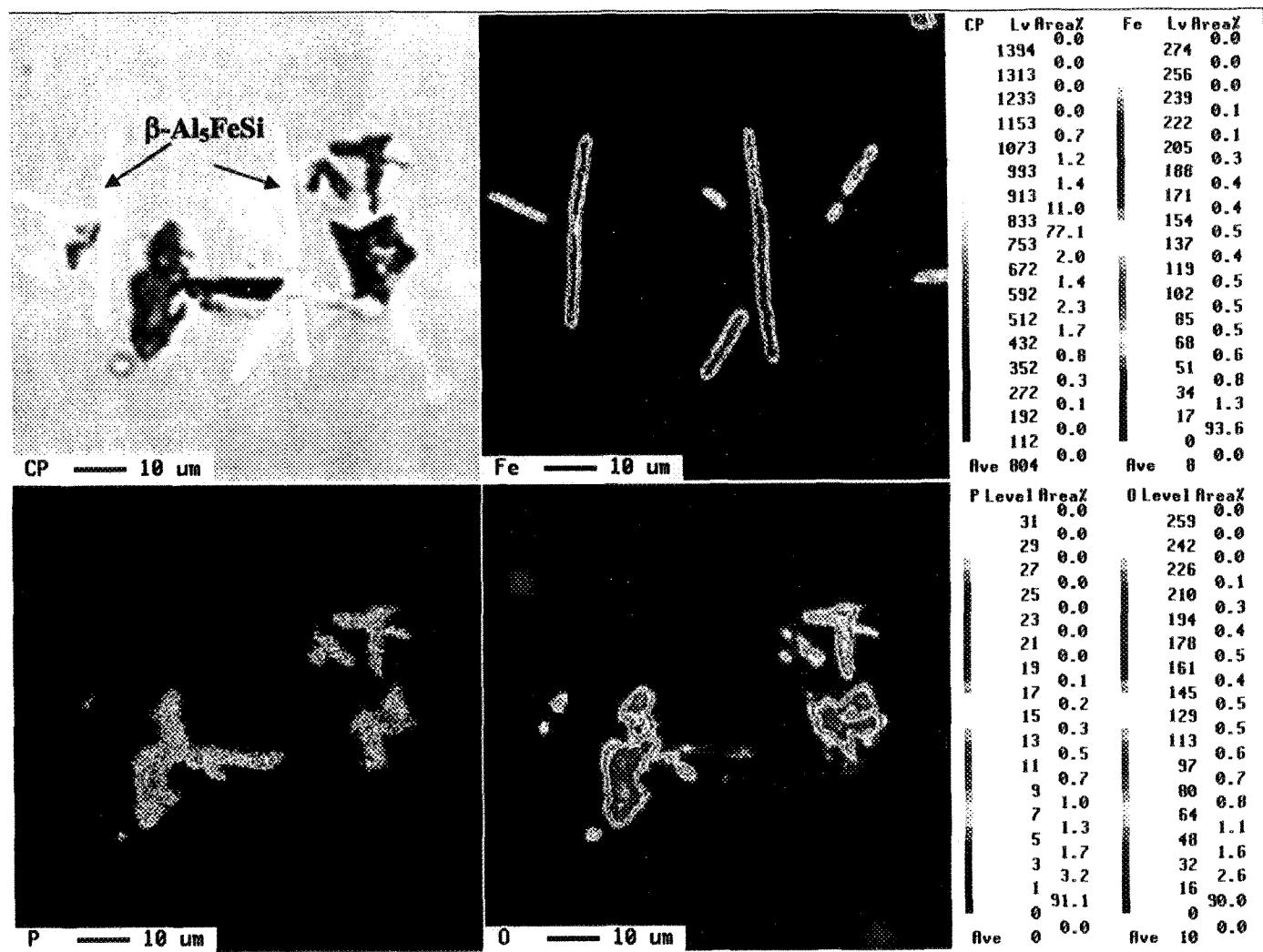


Figure 88-b. Formation des oxydes de phosphore $(\text{Al},\text{P})\text{O}_2$ dans la microstructure.

6.2.5 Densité de la phase β -Al₅FeSi

De la même façon dans les alliages de base, la densité de la phase β -Al₅FeSi augmente lorsque la concentration en fer accroît. Comme le montre la figure 89, cette densité devient plus importante quand l'alliage est coulé à 950 °C, puisque la surchauffe permet la fragmentation partielle des aiguilles en plusieurs particules de petites tailles. Quant à la figure 90, elle montre la variation de la densité de la phase β -Al₅FeSi dans tous les alliages (c'est-à-dire avec Sr et P) coulés à T₁ = 750 °C et à T₂ = 950 °C. Dans les alliages coulés à T₂ dont le fer ne dépasse pas 0.6 % en poids (alliages post-eutectiques), la densité de la phase β -Al₅FeSi est plus grande que celle des alliages coulés à T₁. Ce phénomène s'inverse dans les alliages contenant une haute teneur en fer. En effet, la densité augmente dans les alliages coulés à T₁ par rapport à ceux qui sont coulés à T₂.

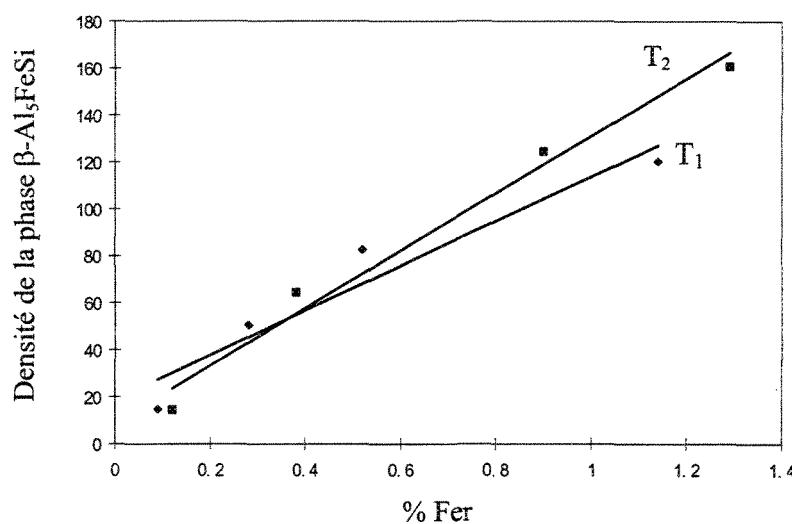


Figure 89. Variations de la densité de la phase β -Al₅FeSi en fonction du pourcentage en poids de fer dans les alliages de base.

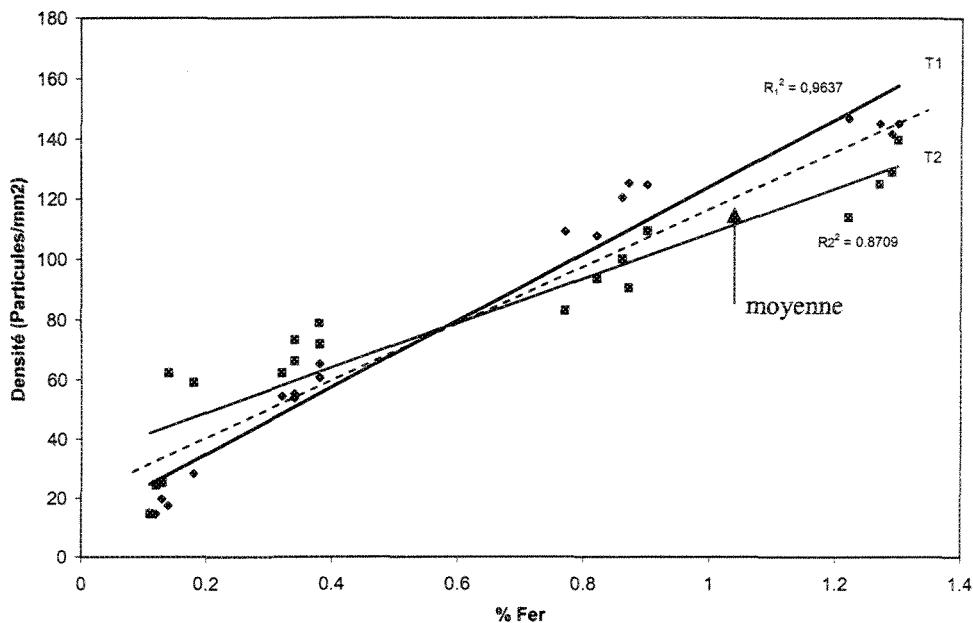


Figure 90. Variations de la densité de la phase β -Al₅FeSi en fonction du pourcentage en poids de fer.

Les variations de la densité de la phase β -Al₅FeSi en fonction des teneurs en Sr et en P des alliages coulés à $T_1 = 750$ °C sont données au tableau 20; et celles des alliages coulés à $T_2 = 950$ °C sont regroupées au tableau 21. Les valeurs qui sont en caractère gras correspondent aux alliages avec grande concentration de fer, et les autres correspondent aux alliages avec faible teneur en fer.

Pour les alliages coulés à $T_1 = 750$ °C, les valeurs de la densité de la phase β -Al₅FeSi post-eutectique varient entre 14 et 78 particules/mm². L'addition du strontium à l'alliage H2T1 a modifié considérablement la densité de la phase β -Fe par rapport à l'alliage H1T1. En effet, le nombre de particules par mm² de surface passe de 14 à 65, soit une augmentation maximale de 450 % avec 119 ppm Sr. Au-delà de cette teneur, on remarque une diminution de la densité. Cela est dû au phénomène de la surmodification causée par une grande quantité en Sr. Cette dernière mène à la formation d'aiguilles ou de plaquettes de grande taille, ce qui entraîne une diminution de la densité. Quand le

phosphore. Cette grande quantité d'aiguilles/plaquettes se trouve même à des taux de refroidissement élevés.

Tableau 20-a. Densité de la phase β -Al₅FeSi.
Alliages avec 0.2% et 0.4% Fe, T₁ = 750 °C.

Sr (ppm)	P (ppm)	14	16	18	20	25	31	37	71	92
<2			14.72	61.71						
39								78.41		
72				25.19						
87					62					
107							58.88		62.18	
117			72.75							
119	65.68									
127						71.34				67.12
140				24.35						

Tableau 20-b. Densité de la phase β -Al₅FeSi.
Alliages avec 0.8 et 1.2% Fe, T₁ = 750 °C.

Sr (ppm)	P (ppm)	13	15	31	42	52	80
<2	139.6		82.66		77.66		
53	93.42						
65				109.27			
67				113.80	99.93		
73			124.8				
86					128.8		
114				163.6			
126				90.3		127.2	

Tableau 21-a. Densité de la phase β -Al₅FeSi.
Alliages avec 0.2% et 0.4% Fe, T₂ = 950 °C.

P (ppm) Sr (ppm)	17	17	49	58	75	87	112	120
<2	60.01	14.44						
87		17.27						
107			19.53	15				
117								54.64
123					53.79			
133							64.54	
177		53.22						
202						28.03		

Tableau 21-b. Densité de la phase β -Al₅FeSi.
Alliages avec 0.8% et 01.2% Fe, T₂ = 950 °C.

P (ppm) Sr (ppm)	16	22	32	60	65	81	91	116
<2		124.56	141.5					
91					149.2			
103					120.31			
109						107.57		
124							144.9	
126								144.6
164	144.9							
165	125.12							
186				108.99				

CHAPITRE VII

CARACTÉRISTIQUES MÉTALLOGRAPHIQUES DE LA PHASE SILICIUM EUTECTIQUE

CHAPITRE VII

CARACTÉRISTIQUES MÉTALLOGRAPHIQUES DE LA PHASE SILICIUM EUTECTIQUE

7.1 INTRODUCTION

L'influence du silicium dans les alliages Al-Si dépend de ses configurations. Le silicium se présente en grande partie sous forme d'eutectique avec l'aluminium remplissant l'espace interdendritique. Le silicium présent dans le constituant eutectique a normalement une morphologie aciculaire, mais, au moment de la coulée, une addition de strontium permet de modifier cette morphologie : le silicium devient alors globulaire ou fibreux. À l'opposé de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, la dimension particulaire de silicium et la morphologie de l'eutectique sont reconnues pour leur effet significatif sur les propriétés mécaniques de l'alliage.

Plusieurs variables déterminent la microstructure de l'alliage. Parmi ces variables, on cite : le type de modificateur utilisé, les impuretés présentes dans le métal liquide, la quantité du modificateur utilisé, le taux de refroidissement, la teneur du silicium dans l'alliage. La figure 91 montre différentes morphologies du silicium eutectique dans l'alliage hypoeutectique de type 356. En effet, la figure 91(a) illustre la microstructure de cet alliage non-modifié. En l'absence de tout agent de modification, on remarque que le silicium eutectique précipite sous la forme de particules aciculaires, détériorant par conséquent les propriétés mécaniques de l'alliage. Pour une modification partielle, le silicium eutectique prend à la fois une forme aciculaire et fibreuse. La figure 91(b) montre ce type de modification. L'addition d'une dose élevée de strontium à cet alliage

permet de modifier entièrement les particules du silicium, comme le montre la figure 91(c). (points 1 et 2, voir section 7.3.2, page 165).

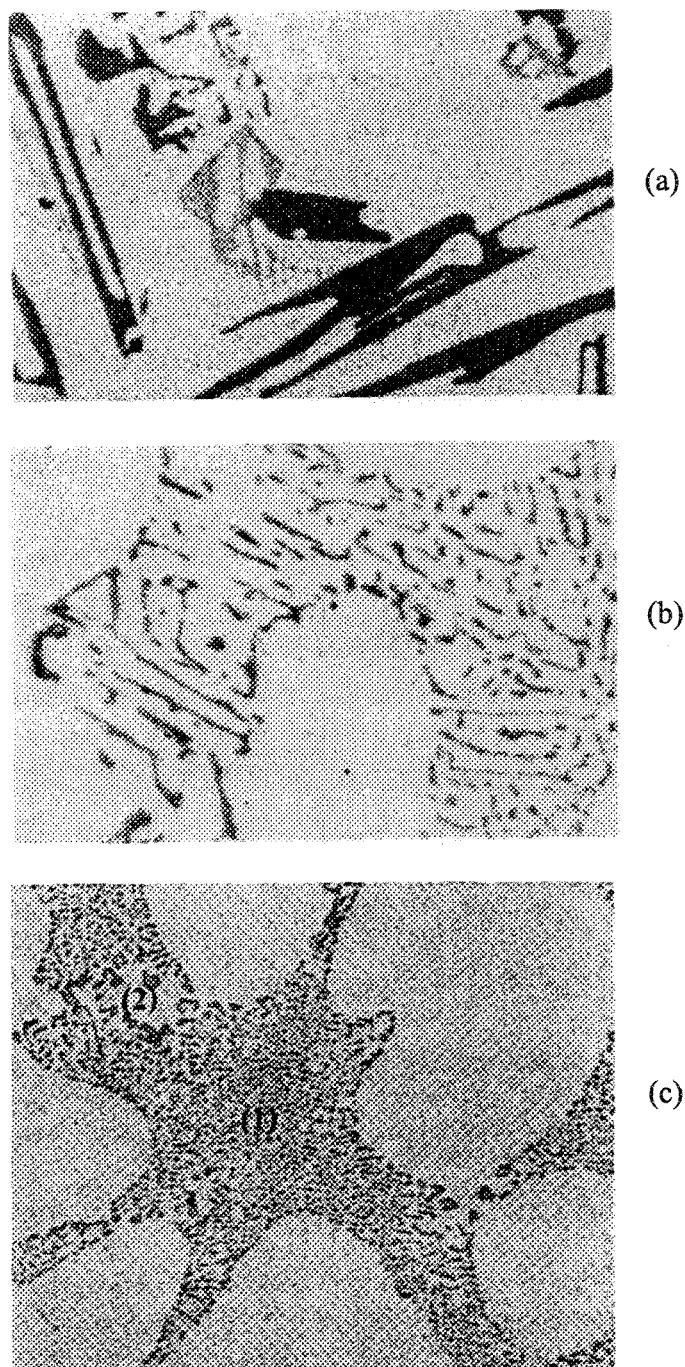


Figure 91. Différentes morphologies du silicium eutectique dans l'alliage 356.
(a) structure non-modifiée (forme aciculaire).
(b) modification partielle (formes aciculaire et fibreuse).
(c) modification complète (forme fibreuse).

Des niveaux en strontium plus élevés que nécessaire, visant à produire une microstructure entièrement modifiée, exerce un effet délétère sur les propriétés de l'alliage. Gruzleski et Closset¹³ ont étudié l'effet de la surmodification par le strontium dans les alliages Al-Si de type 356. En effet, deux phénomènes distincts sont associés à la surmodification par le strontium. Un de ceux-là est la croissance de la structure de silicium et suivie du retour du silicium fibreux fin à une plate-forme. La figure 92 montre un micrographie optique d'un alliage 356 traité avec 0.09% Sr⁵⁵. Une autre conséquence de la surmodification par le strontium est l'aspect du strontium contenant des phases intermétalliques dans la microstructure, telles que les particules Al₄SrSi₂ vues sur la figure 93⁶³. Il est clair que tous ces deux effets réduisent les propriétés mécaniques de l'alliage, provoquant le retour des valeurs plus typiques du matériel non-traité.

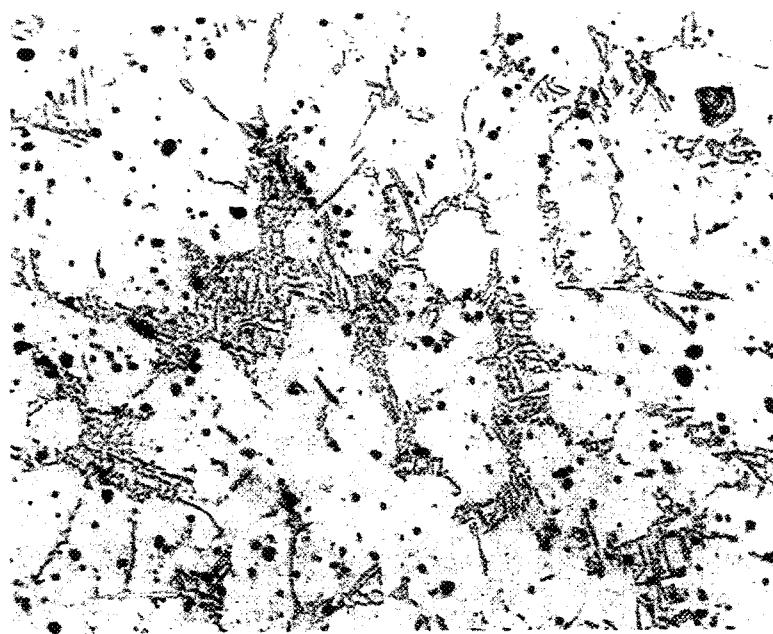


Figure 92. Croissance du silicium causée par la surmodification avec 0.09% Sr dans l'alliage A356⁵⁵.

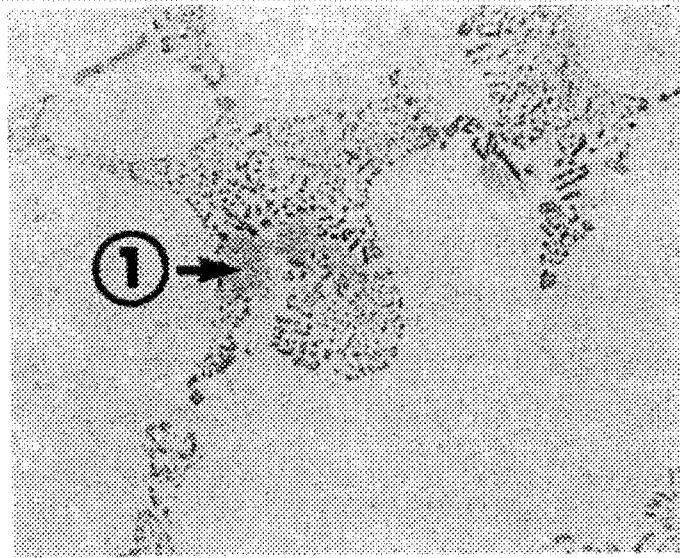


Figure 93. Phase Al_4SrSi_2 (1) causée par la surmodification dans l'alliage A356⁶³.

7.2 ANALYSE QUANTITATIVE DE LA PHASE SILICIUM EUTECTIQUE

Pour identifier le rôle de l'agent de modification (Sr) et du phosphore (P) comme agent d'affinage de silicium primaire, et leur interaction sur les caractéristiques de la phase silicium eutectique, la longueur moyenne et la densité des particules eutectiques du silicium ont été déterminées à l'aide d'un analyseur d'images de type Leco 2001. Tous les alliages destinés à l'analyse métallographique ont été coulés en moule graphite (chauffé à 600 °C) à deux températures de surchauffe, 750 °C et 950 °C, avec un taux de refroidissement ~ 0.8 °C/s.

7.2.1 Longueur moyenne de la phase silicium eutectique

Dans les alliages de base (absence de strontium et de phosphore) et à la température de 750 °C, la variation de la longueur moyenne des particules de silicium en fonction de la teneur en fer a une tendance linéaire décroissante. Cette longueur moyenne

devient plus courte, avec une diminution de presque 2 μm si l'on opère à une température de 950 °C. Cette diminution est indépendante de la croissance du pourcentage de fer. La figure 94 montre l'effet du fer et de la haute température sur la longueur moyenne des particules de silicium dans ces alliages.

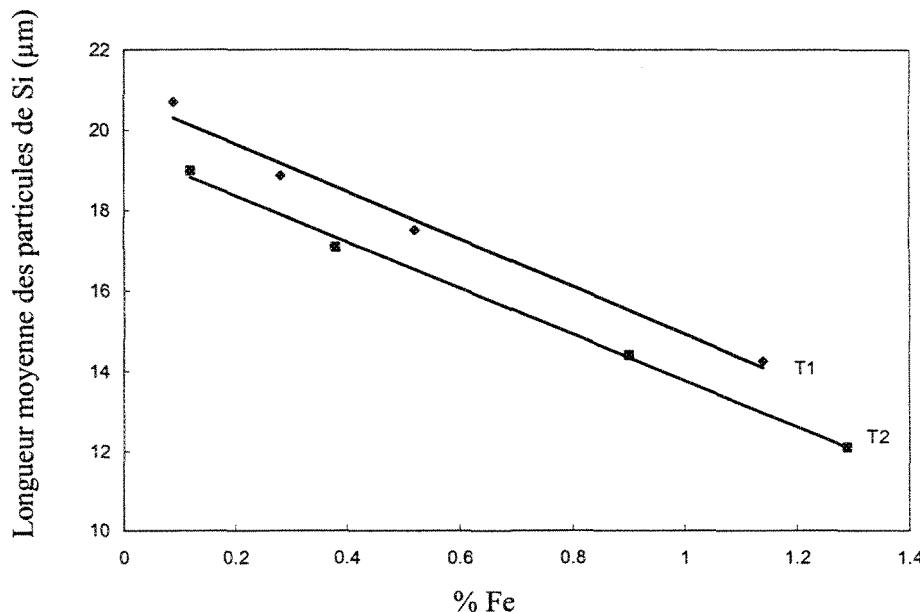


Figure 94. Variations de la longueur moyenne des particules de Si en fonction du pourcentage de fer et de la température de surchauffe.

Les variations de la longueur moyenne de la phase silicium eutectique, dans les alliages coulés à $T_1 = 750$ °C et en fonction des teneurs en strontium et en phosphore, sont données au tableau 22; celles des alliages coulés à $T_2 = 950$ °C sont résumées au tableau 23. Les valeurs qui sont en caractère gras correspondent aux alliages avec haute teneur en fer (soit 0.4% et 1.2% Fe); les autres correspondent aux alliages avec faible teneur en fer (soit 0.2% et 0.8% Fe), et ce suivant chaque tableau.

Tableau 22(a). Longueur moyenne des particules de silicium (μ) et écart type (σ).
Alliages avec 0.2 et 0.4% Fe, $T_1 = 750$ °C.

Sr (ppm) \ P (ppm)	16	18	25	31	37	71	92
<2	$\mu = 20.70$ $\sigma = 22.73$	$\mu = 18.62$ $\sigma = 20.39$					
39	$\mu = 9.50$ $\sigma = 11.16$				$\mu = 6.54$ $\sigma = 9.70$		
72		$\mu = 6.62$ $\sigma = 7.07$					
87			$\mu = 4.33$ $\sigma = 5.48$				
107				$\mu = 3.93$ $\sigma = 4.78$		$\mu = 4.77$ $\sigma = 4.46$	
117	$\mu = 3.63$ $\sigma = 4.45$						
119	$\mu = 3.87$ $\sigma = 4.41$						
127			$\mu = 3.94$ $\sigma = 5.06$				$\mu = 4.57$ $\sigma = 4.49$
140			$\mu = 3.83$ $\sigma = 4.68$				

Tableau 22(b). Longueur moyenne des particules de silicium (μ) et écart type (σ).
Alliages avec 0.8 et 1.2% Fe, $T_1 = 750$ °C.

Sr (ppm) \ P (ppm)	13	15	31	33	42	52	80
<2	$\mu = 17.51$ $\sigma = 18.38$	$\mu = 13.65$ $\sigma = 13.88$					
53	$\mu = 4.38$ $\sigma = 5.69$				$\mu = 6.70$ $\sigma = 7.81$		
65			$\mu = 4.70$ $\sigma = 6.31$				
67			$\mu = 5.80$ $\sigma = 7.41$				
67					$\mu = 5.91$ $\sigma = 7.86$		
73		$\mu = 3.05$ $\sigma = 3.54$					
86					$\mu = 3.16$ $\sigma = 3.84$		
114				$\mu = 3.07$ $\sigma = 3.81$			$\mu = 4.21$ $\sigma = 5.47$
126	$\mu = 3.22$ $\sigma = 3.90$			$\mu = 3.65$ $\sigma = 4.69$		$\mu = 3.42$ $\sigma = 4.86$	

Tableau 23(a). Longueur moyenne des particules de silicium (μ) et écart type (σ).
Alliages avec 0.2 et 0.4% Fe, $T_2 = 950$ °C.

Sr (ppm)	P (ppm)	17	17	58	75	87	112	120
<2	$\mu = 18.08$ $\sigma = 18.15$	$\mu = 19.26$ $\sigma = 19.08$					$\mu = 19.24$ $\sigma = 20.78$	
87	$\mu = 5.39$ $\sigma = 6.65$							
107				$\mu = 4.23$ $\sigma = 5.44$				
109				$\mu = 3.94$ $\sigma = 4.78$				
117								$\mu = 6.62$ $\sigma = 7.95$
123					$\mu = 3.33$ $\sigma = 4.52$			
133							$\mu = 4.65$ $\sigma = 6.42$	
177			$\mu = 4.88$ $\sigma = 5.85$					
202						$\mu = 3.11$ $\sigma = 3.97$		

Tableau 23(b). Longueur moyenne des particules de silicium (μ) et écart type (σ).
Alliages avec 0.8 et 1.2% Fe, $T_2 = 950$ °C.

Sr (ppm)	P (ppm)	15	15	32	67	81	91	116
<2	$\mu = 14.40$ $\sigma = 11.91$	$\mu = 14.40$ $\sigma = 11.91$	$\mu = 13.38$ $\sigma = 10.88$					
91					$\mu = 3.45$ $\sigma = 4.87$			
103					$\mu = 4.51$ $\sigma = 5.23$			
109						$\mu = 3.80$ $\sigma = 4.22$		
124							$\mu = 3.41$ $\sigma = 4.36$	
126								$\mu = 3.95$ $\sigma = 4.61$
164	$\mu = 4.06$ $\sigma = 4.56$	$\mu = 3.20$ $\sigma = 3.85$						
186					$\mu = 3.73$ $\sigma = 4.47$			

Dans les alliages de base coulés à $T_1 = 750$ °C, la longueur moyenne des particules eutectiques de silicium varie entre 13.65 et 20.70 μm . En l'absence du strontium, le silicium se présente sous forme de larges plaquettes. En ajoutant des quantités de modificateur (~ 80 ppm Sr), on aboutit à une microstructure partiellement modifiée. En augmentant la teneur en strontium (~ 120 ppm Sr), on obtient une microstructure fine. La modification est alors complète. C'est le cas de l'alliage dont la quantité en strontium varie entre 2 et 119 ppm Sr. Pour des quantités excessives, on note une augmentation de la longueur des particules de silicium; la surmodification a donc comme effet un léger retour à la forme brute de la microstructure.

Lorsqu'il est présent en grande quantité, le phosphore annule l'efficacité du strontium. L'alliage garde sensiblement sa forme initiale. La neutralisation de la modification résulte d'une réaction entre le strontium (Sr) et le phosphore (P), formant alors des oxydes qui diminuent le mode d'activation du strontium. Afin d'avoir une microstructure bien modifiée, de grandes quantités de strontium sont exigées.

La longueur moyenne des particules de silicium dans les alliages coulés à $T_2 = 950$ °C varie entre 14.40 et 18.08 μm . La surchauffe a donc fait diminuer cette longueur de 2 μm . En ajoutant des quantités de strontium et en coulant les alliages à haute température ($T_2 = 950$ °C), les valeurs des longueurs moyennes des particules de silicium diminuent considérablement par rapport à celles des alliages coulés à $T_1 = 750$ °C. Même pour des alliages coulés à haute température, des quantités supplémentaires de strontium sont nécessaires pour obtenir une forme convenable de la microstructure de l'alliage, surtout en présence d'une grande concentration de phosphore.

7.2.2 Densité de la phase silicium eutectique

Dans les alliages de base (absence de strontium et de phosphore), la densité de la phase silicium augmente lorsque la concentration en fer augmente. Ce dernier a un effet de germination sur les particules eutectiques de silicium. Comme le montre la figure 95, cette densité augmente quand l'alliage est coulé à $T_2 = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$.

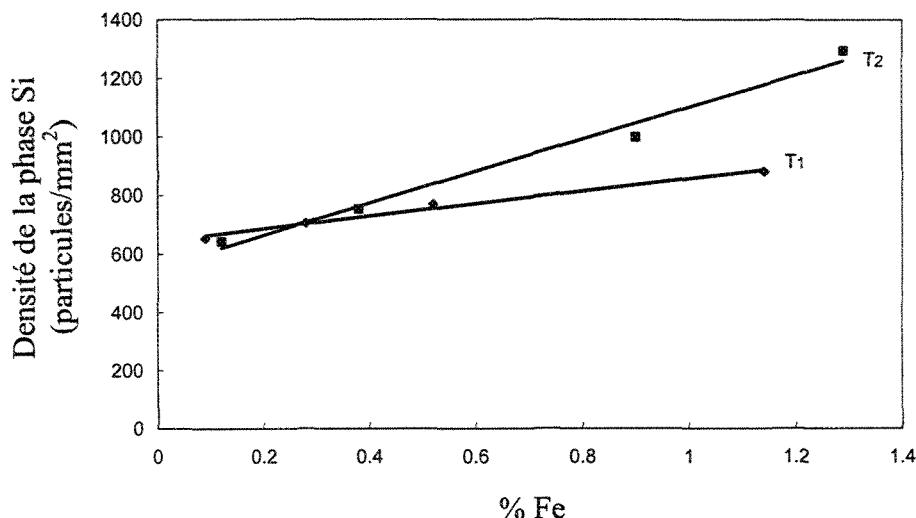


Figure 95. Variations de la densité de la phase Si en fonction de fer et de la surchauffe dans les alliages de base.

Les variations de la densité de la phase silicium eutectique, dans les alliages coulés à $T_1 = 750\text{ }^{\circ}\text{C}$ et en fonction des teneurs en strontium et en phosphore, sont données au tableau 24; celles des alliages coulés à $T_2 = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ sont résumées au tableau 25. Les valeurs qui sont en caractère gras correspondent aux alliages avec haute teneur en fer; les autres correspondent aux alliages avec faible teneur en fer.

Tableau 24(a). Densité de la phase silicium eutectique (particules /mm²).
Alliages avec 0.2 et 0.4% Fe, T₁ = 750 °C.

P (ppm) \ Sr (ppm)	16	18	20	25	37	71	92
<2	652	704					
39					2642		
72		4087					
87			6302				
107					6852	4560	
117	8518						
119	9204						
127				7893			6114
140			7594				

Tableau 24(b). Densité de la phase silicium eutectique (particules /mm²).
Alliages avec 0.8 et 1.2% Fe, T₁ = 750 °C.

P (ppm) \ Sr (ppm)	14	31	42	52	80
<2	769			701	
<2	881				
53	5822				
65		6060			
67		3670	3752		
73	10511				
86					
114		9321			5444
126		5922		8068	

Tableau 25(a). Densité de la phase silicium eutectique (particules /mm²).
Alliages avec 0.2 et 0.4% Fe, T₂ = 950 °C.

P (ppm) Sr (ppm)	16	16	49	58	75	112	120
<2	642	752					
87		4394					
107				6017			
109			9301				
117							3126
123					8271		
133						5095	
177	7354						
202					10573		

Tableau 25(b). Densité de la phase silicium eutectique (particules /mm²).
Alliages avec 0.8 et 1.2% Fe, T₂ = 950 °C.

P (ppm) Sr (ppm)	15	32	60	65	81	91	116
<2	913	1294					1123
91				7752			
103				6720			
109					5785		
124						8942	
126							7204
164	6652						
165	9411						
186			7306				

Dans les alliages de base coulés à $T_1 = 750$ °C, la densité des particules eutectiques de silicium varie entre 652 et 913 particules/mm². Comme le strontium permet de fragmenter les plaquettes de silicium en plusieurs particules minuscules, la densité augmente fortement. En l'absence de phosphore, on note une densité maximale; c'est le cas de l'alliage dont la teneur en strontium est de 73 ppm. Pour des quantités successives de strontium, on remarque une diminution de la densité des particules de silicium. En effet, la densité de l'alliage A319 (0.2% Fe) passe de 9204 en présence de 119 ppm, et à 7594 particules/mm² en présence de 140 ppm Sr. Lorsque le phosphore est présent en grande quantité, il diminue l'efficacité de la modification par le strontium; par conséquent, la morphologie du silicium devient aciculaire et la densité des particules de silicium devient faible. C'est le cas de l'alliage dont la densité passe de 9321 à 5444 lorsque la teneur en phosphore augmente de 31 à 80 ppm.

Pour les alliages de base coulés à $T_2 = 950$ °C, on note une légère augmentation de la densité de silicium. Cette dernière est favorisée par la présence du strontium. Même en coulant les alliages à haute température, des teneurs importantes en strontium sont exigées pour diminuer l'effet du phosphore, et, par la suite, pour avoir une morphologie acceptable de l'alliage. En l'absence du phosphore et pour tous les alliages, une concentration de strontium de l'ordre de 140 ppm est suffisante pour bien modifier l'alliage. Au delà de cette teneur, une surmodification apparaît avec son effet négatif. En présence du phosphore, des quantités en strontium de plus de 140 ppm sont nécessaires pour garder une structure bien modifiée.

7.3 ANALYSE MÉTALLOGRAPHIQUE

7.3.1 Modification par le strontium

Avec l'utilisation d'un alliage binaire expérimental (Al-6.5%Si), une série d'analyses thermiques a été effectuée afin d'identifier l'effet de la surmodification par le strontium sur la phase silicium eutectique. Après l'ajout de différentes quantités en strontium allant de 0 à 8000 ppm, l'alliage binaire Al-6.5% Si a été coulé à 750 °C. Pour l'alliage de base, la précipitation du silicium eutectique s'est produite à 577 °C. Pour une dose de 100 ppm en Sr, la température du silicium eutectique prend naissance à 572 °C, soit une diminution de 5 °C. Et pour une quantité de 8000 ppm Sr, cette température diminue légèrement pour atteindre 570 °C, ce qui est en accord avec les résultats obtenus par DasGupta *et al.*⁵⁵. La figure 96 illustre les courbes d'analyses thermiques de l'alliage de base et celui traité avec 0.8% Sr.

Lorsque l'alliage subit une surmodification par le strontium, la précipitation de la phase Al_2SrSi_2 se produit sur une gamme de température et sous forme de particules polyédriques. En effet, la première précipitation a lieu à une température élevée et précède la phase dendritique α -Al, ce qui explique sa grande taille; la deuxième prend naissance avant la phase silicium eutectique; par la suite, une troisième précipitation post-eutectique se produit. Dans tous les cas, la modification du silicium eutectique n'a pas été influencée par la précipitation de la phase Al_2SrSi_2 . En l'absence du strontium, le silicium n'est pas modifié et il est sous forme aciculaire. La figure 97 montre bien cette microstructure non-modifiée. En ajoutant des quantités en strontium de l'ordre de 200 ppm, le silicium est bien modifié et il devient fibreux. La phase Al_2SrSi_2 commence à apparaître et prend une forme géométrique irrégulière. La figure 98 illustre la

microstructure de l'alliage : les taches blanches correspondent bien à la phase riche en strontium. Pour des quantités en strontium de 500 ppm, les particules d' Al_2SrSi_2 commencent à avoir une forme régulière. Pour cette teneur en strontium, le silicium est trop modifié et la microstructure est beaucoup trop fine. La figure 99 montre ce phénomène. Pour des quantités excessives en strontium (8000 ppm Sr), les particules d' Al_2SrSi_2 prennent une grande taille, une forme polyédrique et elles sont bien ordonnées dans la microstructure. Notons aussi que le silicium est toujours modifié, même si la phase Al_2SrSi_2 se précipite avant le développement dendritique. La figure 100 montre la morphologie du silicium fibreux et la forme polyédrique des particules d' Al_2SrSi_2 .

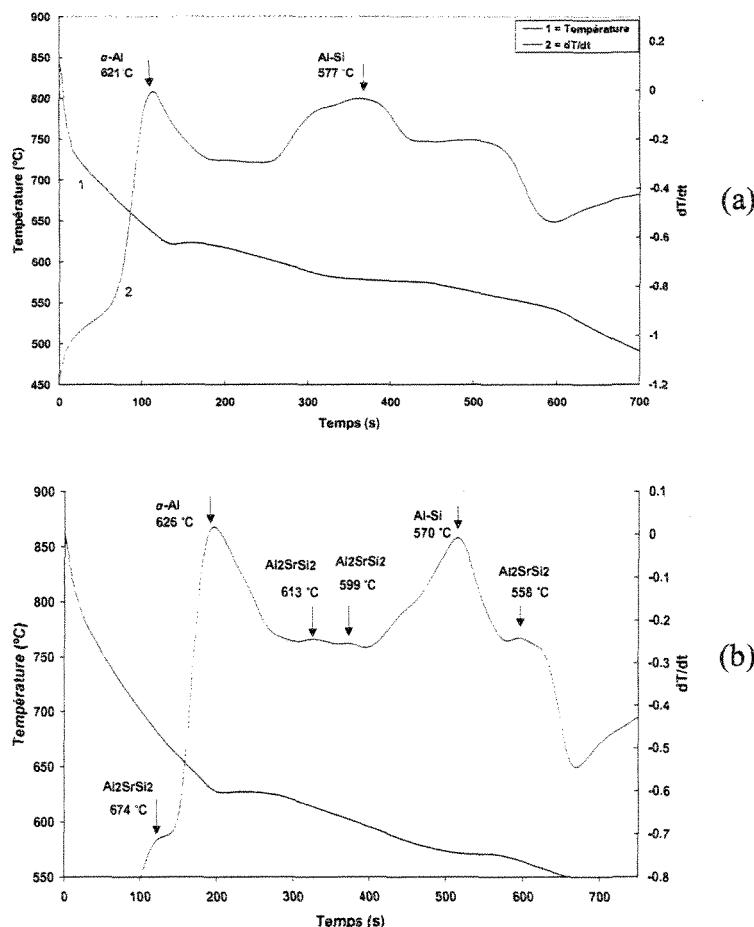


Figure 96. Courbe d'analyses thermiques.

(a) alliage de base Al-6.5% Si, (b) alliage Al-6.5% Si avec 0.8% Sr.

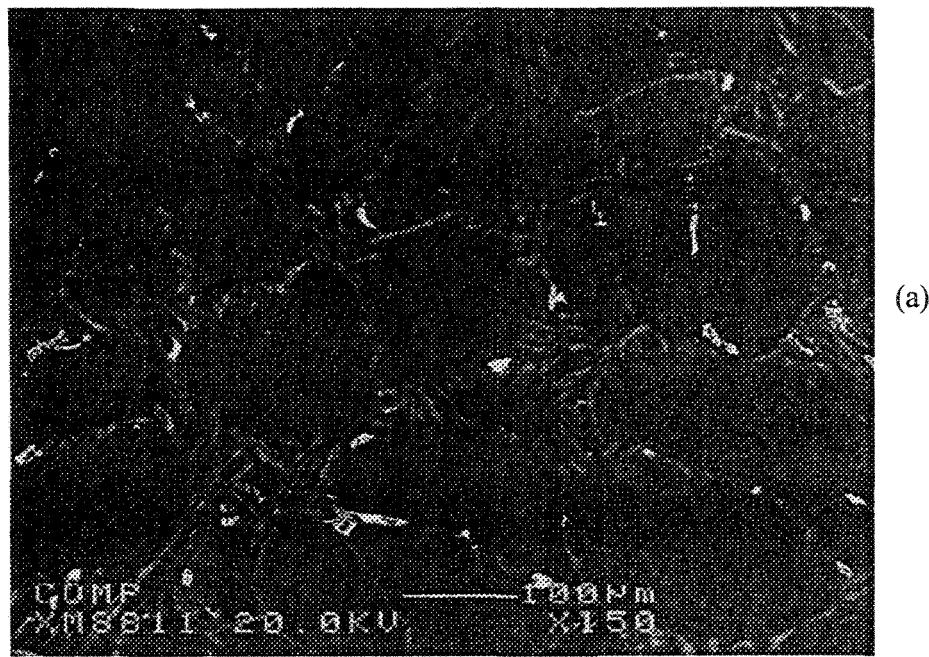


Figure 97. (a) Microstructure de l'alliage Al-6.5% Si non-modifié.
(b) Cartographie du silicium montrant sa forme aciculaire.

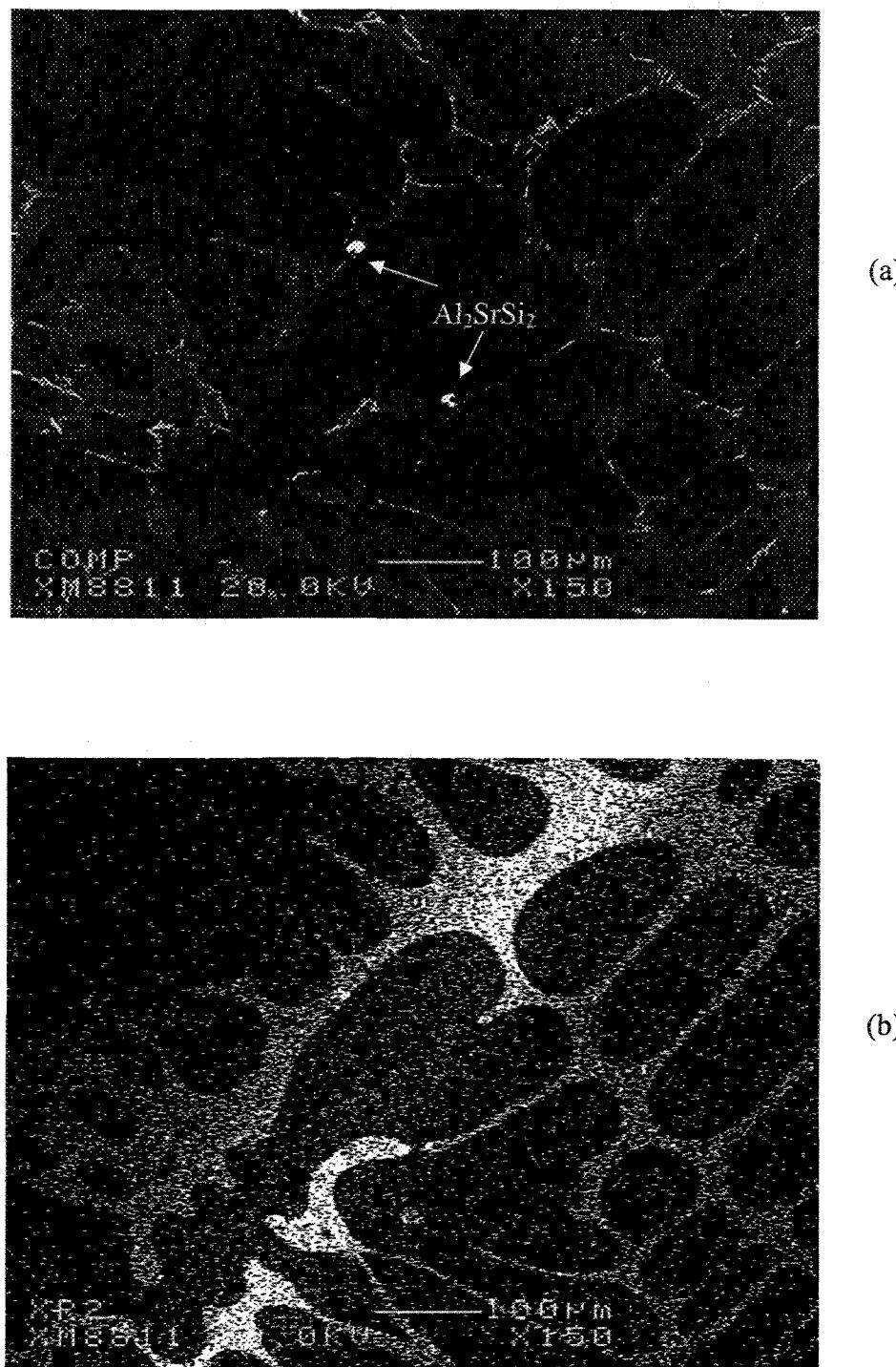


Figure 98. (a) Apparition des particules d' Al_2SrSi_2 .
(b) Cartographie du silicium montrant sa structure modifiée.

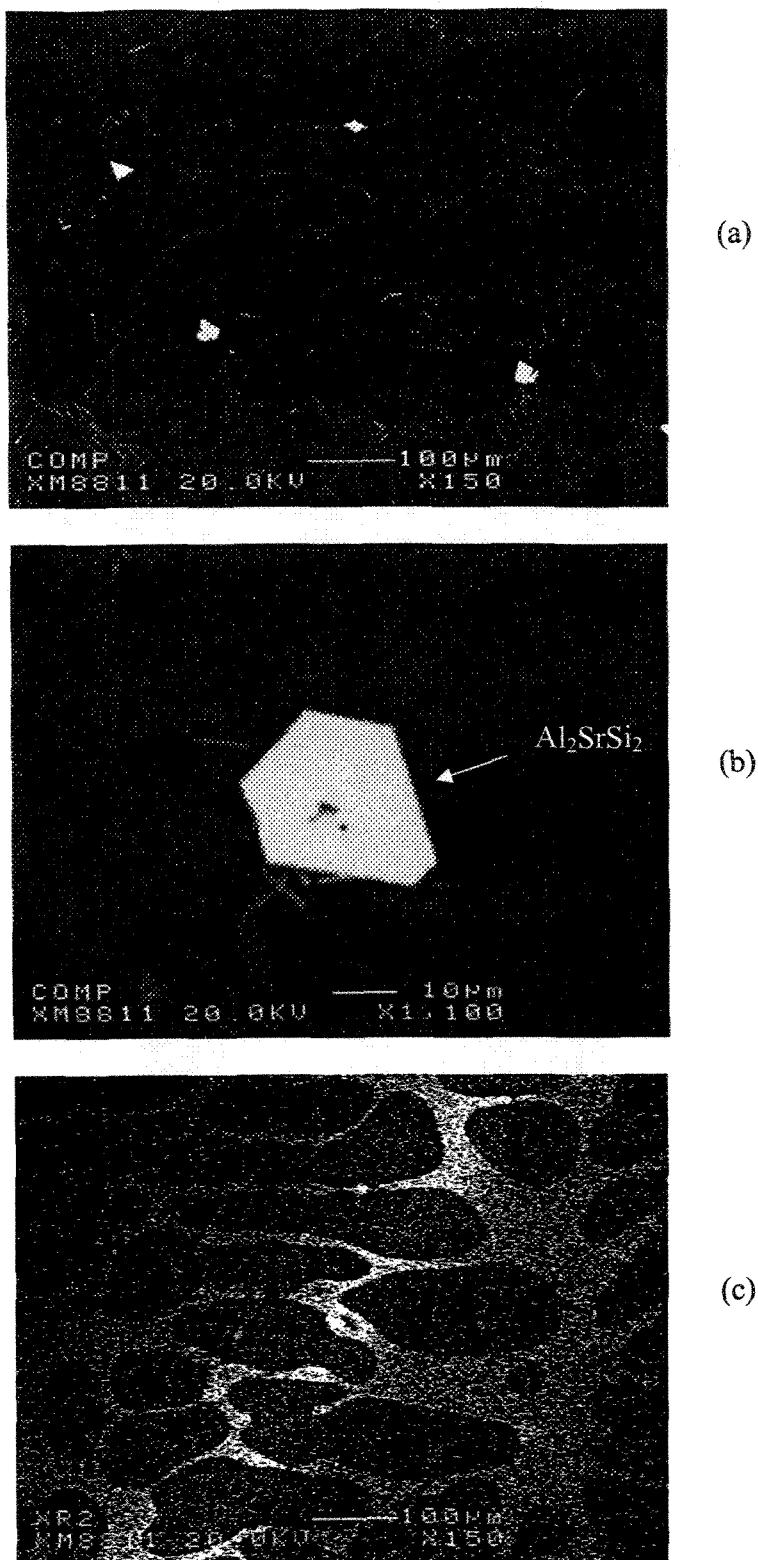


Figure 99. (a) Distribution des particules d' Al_2SrSi_2 .
(b) Forme régulière des particules d' Al_2SrSi_2 .
(c) Cartographie du silicium montrant sa structure fine.

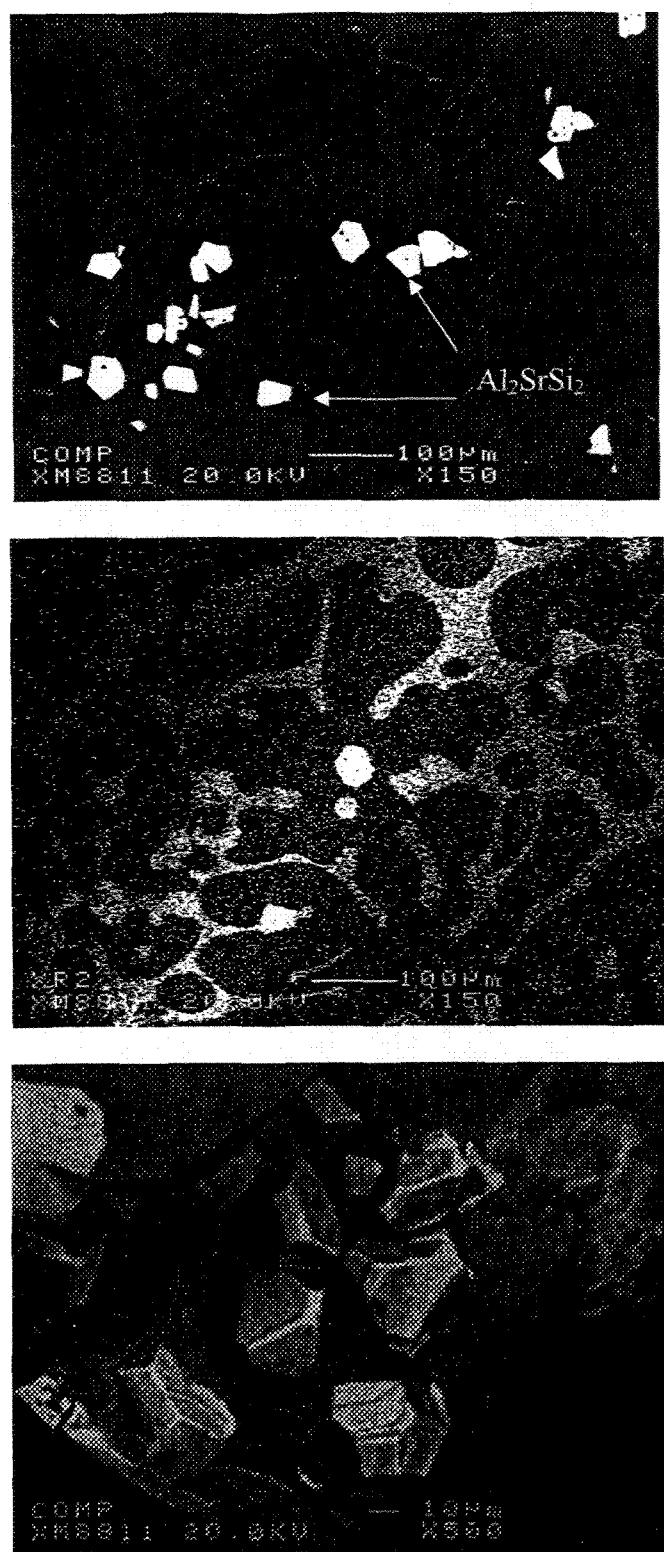


Figure 100. (a) Présence des particules d' Al_2SrSi_2 .
(b) Cartographie du silicium montrant sa structure fibreuse et la forme fine du silicium eutectique.
(c) Forme géométrique régulière des particules Al_2SrSi_2 .

7.3.2 Interaction Sr-P

En l'absence de phosphore et en présence de strontium, le silicium eutectique prend une structure modifiée : sa morphologie passe donc d'une forme aciculaire à une forme fibreuse. La figure 101 met en évidence la distribution du strontium dans la microstructure et la concentration de ce dernier dans les particules de silicium, dans un alliage A319 dont la composition chimique est 120 ppm Sr et 15 ppm P avec 0.2% Fe. Dans ces conditions, la forme des particules de silicium eutectique est sphérique.

À l'opposé, une fois le phosphore ajouté au métal liquide, le mode d'activation du strontium est annulé. Le silicium eutectique reprend donc sa forme brute ou aciculaire dans la microstructure. Quand il se trouve en grande quantité, le phosphore mène à la formation de composés complexes de P-Sr. Ces composés réduisent significativement l'efficacité de la modification au strontium. La figure 102 montre bien cet effet sur la microstructure du même alliage, dont la teneur en phosphore est de l'ordre de 600 ppm P.

Lorsque les alliages contiennent des quantités importantes de phosphore, la neutralisation du modificateur par une réaction entre le strontium et le phosphore se produit. Puisque cette réaction consommera le Sr dans le métal liquide, le degré de modification diminuera et la structure deviendra plus aciculaire, comparativement à la forme globulaire du point 1 de la figure 91(c). Après que la réaction entre le Sr et le P soit accomplie, la réaction entre le Sr restant et le silicium peut encore augmenter le degré de modification. L'addition du phosphore à l'alliage A319, modifié par le strontium, mène à la formation de composés complexes de P-Sr. La présence de ces composés a un effet délétère sur la microstructure puisque la taille des particules du silicium eutectique augmente. Grâce à la microsonde électronique, la formule suggérée de ces composés

complexes en P et en Sr a été identifiée en utilisant la technique de spectrométrie des rayons-X par longueurs d'ondes. Le tableau 26 montre le pourcentage atomique des éléments présents dans différentes régions de ces composés complexes.

Tableau 26. Identification des composantes P-Sr.

Point	Élément	% atomique	Formule suggérée
1	O	62.937	$(\text{Al},\text{P},\text{Sr})_2\text{O}_5$
	Al	25.589	
	P	2.241	
	Sr	2.100	
2	O	71.428	$(\text{Al},\text{P},\text{Sr})_2\text{O}_5$
	Al	23.943	
	P	1.707	
	Sr	1.006	
3	O	67.770	$(\text{Al},\text{P},\text{Sr})_2\text{O}_5$
	Al	25.279	
	P	1.984	
	Sr	1.993	
4	O	68.410	$(\text{Al},\text{P},\text{Sr})_2\text{O}_5$
	Al	25.128	
	P	1.388	
	Sr	1.523	

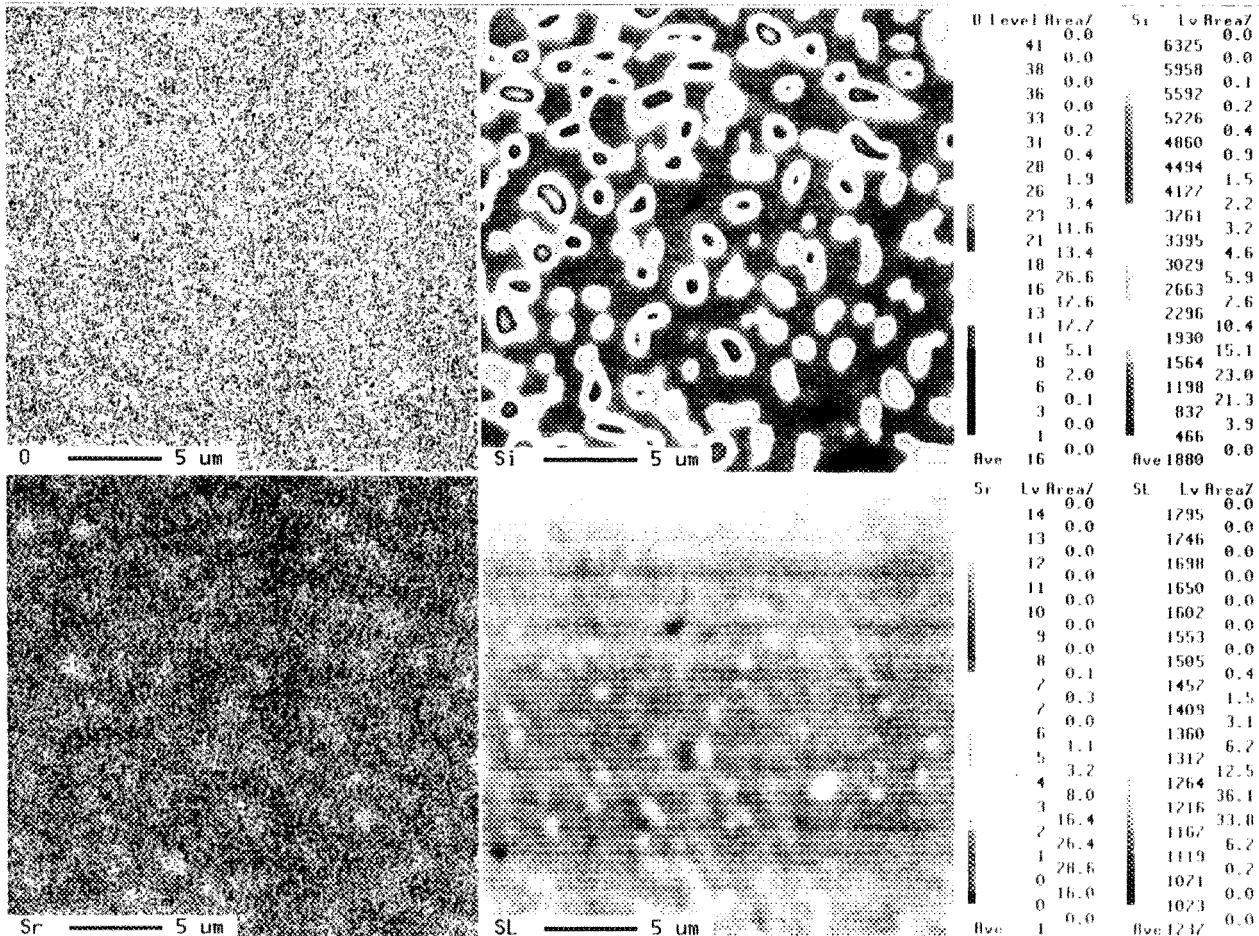


Figure 101(a). Forme du silicium eutectique en l'absence du phosphore et la distribution de strontium dans les particules de silicium, correspondant au point 1 de la figure 91.

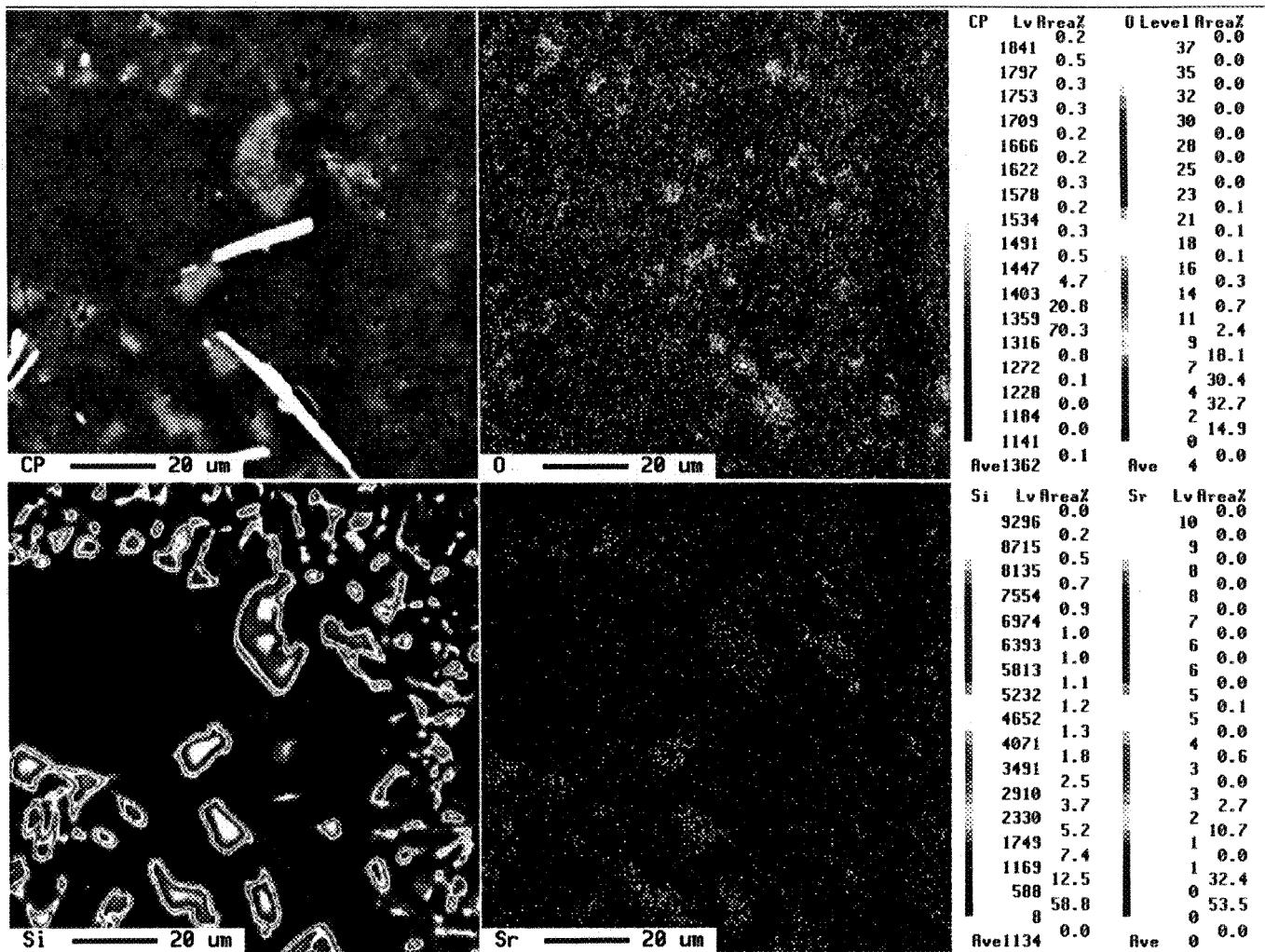


Figure 101(b). Concentration du strontium dans les particules de silicium eutectique, correspondant au point 2 de la figure 91.

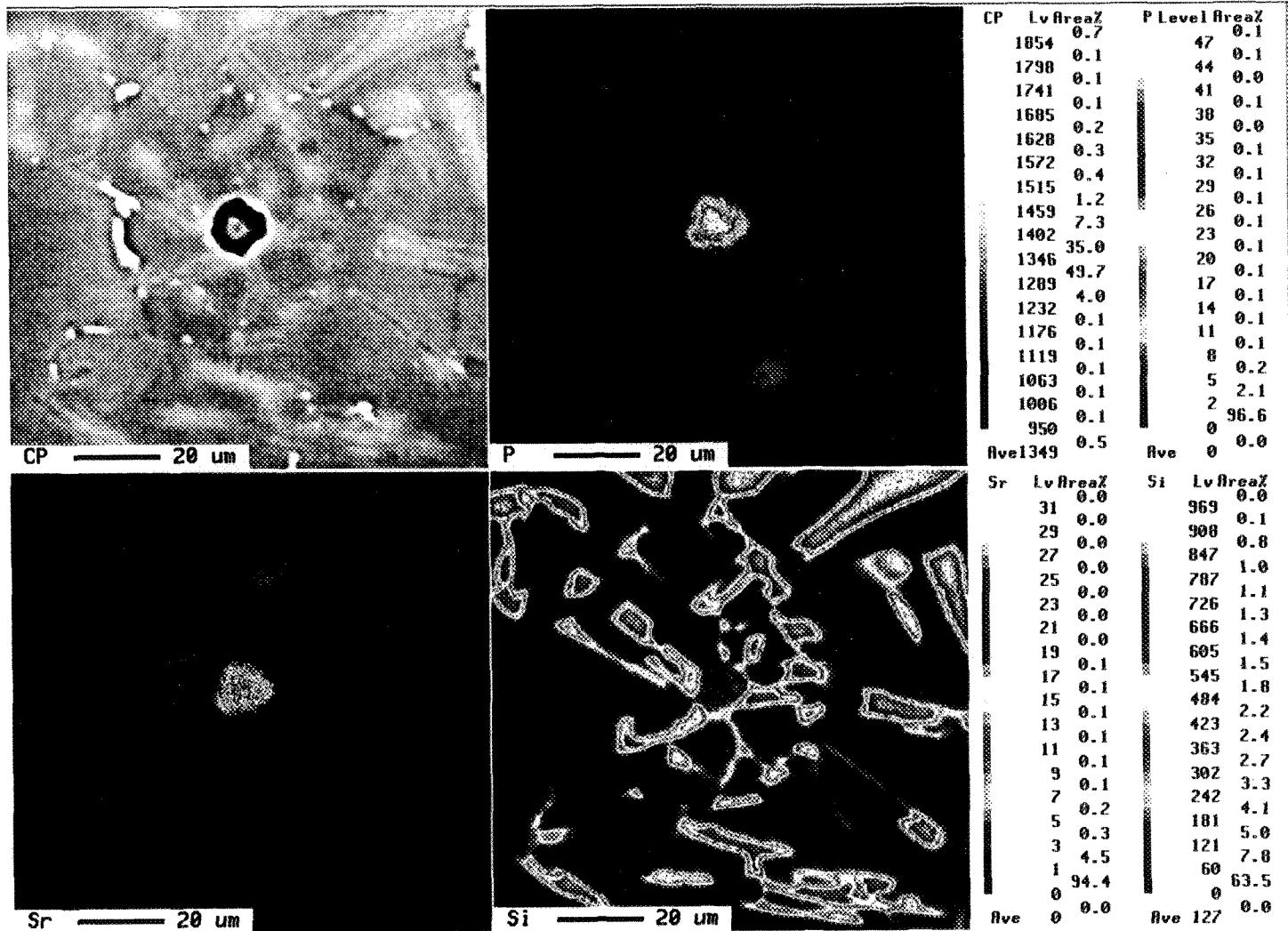


Figure 102. Désactivation de la modification du strontium par le phosphore (regroupement du strontium).

CHAPITRE VIII

CONCLUSIONS

CHAPITRE VIII

CONCLUSIONS

En se basant sur les résultats obtenus dans le présent travail de recherche sur l'alliage A319, les conclusions suivantes sont tirées :

A) Essais de traction

L'analyse des essais de traction a prouvé que :

1. Le fer a un effet nocif sur ces trois paramètres : la limite élastique (L.E), la limite ultime (L.U) et l'allongement à la rupture (A%). Cet effet est dû à la formation des plaquettes de la phase β -Al₅FeSi. La présence de strontium améliore les propriétés mécaniques des alliages en raison de la fragmentation des plaquettes de la phase β -Al₅FeSi, particulièrement lorsque la teneur en fer est faible. Le phosphore a un effet anormal sur les trois paramètres des essais de traction. L'addition de phosphore dans les alliages modifiés par le strontium diminue l'effet positif du strontium. Cette diminution s'explique par la réaction entre le strontium et le phosphore: la formation de composantes complexes.

B) Microstructure et identification des phases

2. Dans les alliages de base, la densité de la phase silicium augmente lorsqu'on accroît la concentration en fer. Cette observation indique que les plaquettes de la phase β -Al₅FeSi

pré-eutectique agissent comme site pour la précipitation de la phase silicium. Avec l'addition du strontium, cette densité est beaucoup plus élevée.

3. La surchauffe a fait augmenter le taux de solidification qui, à son tour, a produit une augmentation de la surfusion. Dans les alliages coulés à $T_1 = 750$ °C, une moyenne de 1.25 °C est observée; et dans les alliages coulés à $T_2 = 950$ °C, on enregistre une moyenne de 1.70 °C.

4. Les résultats montrent qu'en augmentant la teneur en fer de 0.2 à 1.2%, et la température de coulée de 750 °C à 950 °C, la température de germination T_{N1} diminue de 609 °C à 604 °C. En ajoutant le strontium à cet alliage, la température T_{N1} diminue de plus jusqu'à 600 °C. Par contre, les additions en strontium de l'ordre de 200 ppm, et en opérant sous une température de 950 °C, la température T_{N1} descend de 606 °C à 597 °C.

5. La présence des oxydes accélèrent la précipitation de la phase β -Al₅FeSi. Quant au phosphore, il diffuse principalement dans la phase Cu₂Al. En présence de strontium et de phosphore et à la température de 950 °C, la température de formation de la phase β -Al₅FeSi pré-eutectique a diminué par ~ 6 °C. A basse teneur en fer et en augmentant la température de surchauffe de 750 °C à 950 °C, la concentration optimale de strontium passe respectivement de 100 ppm à 130 ppm.

6. Le strontium est principalement concentré dans les particules eutectiques de silicium.

Lorsque l'alliage subit une surmodification par le strontium, les phénomènes suivants apparaissent :

- i) La précipitation d' Al_2SrSi_2 sous forme de particules polyédriques. La précipitation des particules d' Al_2SrSi_2 se produit sur une gamme de température. En effet, la première précipitation a lieu à une température élevée et précède la phase dendritique α -Al, ce qui explique sa grande taille; la deuxième prend naissance avant la phase silicium eutectique; par la suite, une troisième précipitation post-eutectique se produit. Dans tous les cas, la modification du silicium eutectique n'a pas été influencée par la précipitation de la phase Al_2SrSi_2 .
- ii) En augmentant la concentration de strontium (5000-8000 ppm Sr), on a noté une augmentation de la température de formation de la phase de β - Al_5FeSi d'environ 12 degrés. Cette augmentation de température est associée à la formation des particules Al_2SrSi_2 pré-dendritiques.
- iii) Le strontium entraîne la fragmentation des aiguilles/plaquettes, ramenant les longueurs maximales moyennes de 160 μm dans l'alliage non-modifié à 109 μm dans l'alliage modifié, cela à un taux de refroidissement de ~ 0.8 °C/s. Cependant, le pourcentage volumique de la phase β - Al_5FeSi reste quasiment inchangé.

7. En l'absence de strontium et avec l'augmentation de la température du métal liquide (950 °C), le phosphore précipite sous forme d'oxydes de type $(\text{Al},\text{P})\text{O}_2$ qui agissent en tant qu'emplacement de nucléation pour la phase de β - Al_5FeSi . En l'absence de

strontium et de phosphore, la surchauffe seule ne produit pas de changement apparent sur la taille des plaquettes de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$.

8. L'addition de phosphore à l'alliage 319 modifié par le strontium mène à la formation des composés complexes de P-Sr, dont la formule stœchiométrique approchée est de la forme $(\text{Al},\text{P},\text{Sr})_2\text{O}_5$. La présence de ces composés réduit l'efficacité de la modification de Sr d'une manière significative.

9. En présence de phosphore, une quantité de strontium supérieure à 200 ppm est exigée pour réaliser une structure eutectique modifiée convenable. Avec de faibles quantités de phosphore, il se produit un affinement léger des particules eutectiques de silicium.

10. L'addition du titane Al_3Ti , sous forme d'alliage mère Al-10%Ti, mène à la précipitation des plaquettes épaisses de $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$. La température de formation de cette phase est de 740 °C. Des plaquettes de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, relativement plus petites et plus fines (130 μm), sont précipitées le long des côtés des plaquettes riches en titane $\text{Ti}(\text{Al},\text{Si})_3$.

RECOMMANDATIONS

RECOMMANDATIONS

À la suite des résultats obtenus par cette étude, et pour expliquer les paramètres contrôlant la précipitation des intermétalliques de fer, on propose :

- 1) une étude sur l'effet des métaux terres rares (mischmetal) sur la microstructure.
- 2) une série d'essais mécaniques (traction, fatigue, dureté, impact...) pour chaque composition afin d'obtenir une bonne moyenne avec un écart type plus faible.
- 3) d'utiliser d'autres techniques de refroidissement. On pense, par exemple, à la solidification dirigée qui affinerait les phases apparaissant lors de la solidification, cela dans le but d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques.

Les résultats de cette étude proposée pourraient être d'une très grande utilité à l'industrie automobile.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

1. L.A. Narayanan, F.H. Samuel et J.E. Gruzleski, "Dissolution of iron intermetallics in Al-Si alloys through nonequilibrium heat treatment", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1995, vol. 26A, pp. 2161-2174.
2. S. Murali, K.S. Raman et K.S.S. Murthy, "The formation of β -Al₅FeSi and Be-Fe phases in Al-7Si-0.3Mg alloy containing Be", *Materials Science and Engineering A*, 1995, vol. 190A, pp. 165-172.
3. A. Couture, "Iron in Aluminum Casting Alloys - A Literature Survey", *AFS, International Cast Metals Journal*, Dec. 1981, vol. 6, no. 4, pp. 9-17.
4. A.M. Samuel, F.H. Samuel, C. Villeneuve, H.W. Doty et S. Valtierra, "Effect of trace elements on β -Al₅FeSi characteristics, porosity and tensile properties of Al-Si-Cu (319) cast alloys", *International Journal of Cast Metals Research*, 2001, vol. 14, pp. 97-120.
5. J.E. Hatch (ed.), *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, USA, 1984, pp. 144-148.
6. G.L. Armstrong, "Alloy selections for automotive aluminum castings", SAE Technical Paper No. 780249, *Society of Automotive Engineers*, 1978.
7. L. Bäckerud, G. Chai et J. Tamminen, "Solidification Characteristics of Aluminum Alloys, vol. 2: Foundry Alloys", AFS/Skanaluminum, Des Plaines, IL, USA, 1990, pp. 71-84.
8. D. Apelian, G.K. Sigworth et K.R. Whaler, "Assessment of grain refinement and modification of Al-Si foundry alloys by thermal analysis", *AFS Transactions*, 1984, vol. 92, pp. 297-307.
9. S. Yaneva, N. Stoichev, Z. Kamenova et S. Budurov, "Quaternary iron-containing phases in Al-Si cast alloys", *Zeitschrift für metallkunde*, 1984, vol. 75, pp. 395-398.

10. Carl Villeneuve, "Neutralisation et dissolution des intermétalliques de fer dans les alliages Al-Si", Mémoire de maîtrise en ingénierie, UQAC, Chicoutimi, août 1998, 192 pp.
11. A.M. Samuel, P. Ouellet, H.W. Doty et F.H. Samuel, "Microstructural interpretation of thermal analysis of commercial 319 aluminum alloy with Mg and Sr additions", *AFS Transactions*, 1997, vol. 105, pp. 951-962.
12. J.E. Davis (ed.), *Aluminum and Aluminum Alloys*, ASM Specialty Handbook, ASM International, Materials Park, Ohio, 1993, pp. 784.
13. J.E. Gruzleski et B.M. Closset, *The Treatment of Liquid Aluminum Silicon Alloys*, American Foundrymen's Society Inc., Des Plaines, IL, USA, 1990, p. 16.
14. P. Barrand et R. Gadeau, *L'aluminium: productions-propriétés-alliages*, Tome 1, Éditions Éyrolles, boulevard St-Germain, France, 1964.
15. J.M. Dorlot, J.P. Baillon et J. Masounave, *Des matériaux*, Éditions de l'école polytechnique de Montréal, Montréal, décembre 1991, p. 330.
16. C.H. Caceras, C.J. Davidson, J.R. Griffiths, L.M. Hogan et Q.G. Wang, "Hypoeutectique Al-Si-Mg foundry alloys", *Materials Forum*, 1997, vol. 21, pp. 27-43.
17. A.N. Lakshmanan, S.G. Shabestari et J.E. Gruzleski, "Microstructure control of iron intermetallics in Al-Si Castings Alloys", *Zeitschrift für metallkunde*, 1995, vol. 86, pp. 457-464.
18. S.G. Shabestari et J.E. Gruzleski, "The effect of solidification conditions and chemistry on the formation and morphology of complex intermetallic compounds in aluminum silicon alloys", *Cast Metals*, 1994, vol. 6, no. 4, pp. 217-224.
19. L.A. Narayanan, "Crystallization and dissolution studies of iron intermetallics in Al-Si alloys", Ph. D. Thesis, McGill University, Montréal, 1994, pp. 80-145.
20. L.A. Narayanan, F.H. Samuel et J.E. Gruzleski, "Crystallization behavior of iron-containing intermetallics compounds in 319 aluminum alloy", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1994, vol. 25A, pp. 1761-1773.
21. M.H. Mulazimoglu, F. Paray, G. Stephen, B. Kulunk et J.E Gruzleski, "Modification of intermetallic phases by strontium in aluminum wrought alloys", *Light Metals 1994*, U. Mannweiler (ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1994, pp. 1047-1056.
22. Y. Awano et Y. Shimizu, "Nonequilibrium crystallization of AlFeSi compound in melt-superheat Al-Si alloy castings", *AFS Transactions*, 1990, vol. 98, pp. 889-895.

23. C. Mascré, "Influence du fer et du manganèse sur les alliages de type de l'A-S13 (Alpax)", *Fonderie*, janvier 1955, vol. 108, pp. 4330- 4336.
24. J.E. Gruzleski, F. Paray et S.G. Shabestari, " Applications of Strontium in Cast and Wrought Aluminum Alloys", AL13, le magazine de l'aluminium, 1997, vol. 3, pp. 26-33.
25. N. Fat-Halla, "Structural modification of Al-Si eutectic alloy by Sr and its effect on tensile and fracture characteristics", *Journal of Materials Science*, 1989, vol. 27, pp. 2488 - 2490.
26. F. Paray et J.E. Gruzleski, "Modification - a parameter to consider in the heat treatment of Al-Si alloys", *Cast Metals*, 1993, vol. 5, no. 4, pp. 187-195.
27. G. Chai et L. Bäckerud, "Factors Affecting Modification of Al-Si Alloys by adding Sr-Containing Master Alloys", *AFS Transactions*, 1992, vol. 100, pp. 847-862.
28. L. Katgerman et M.H. Sluiter, in *Modification Processing*, J. Beech, H. Jones (eds), The Institute of Metal, Sheffield, UK, 1987, p. 482.
29. H. Beumler, A. Hammerstad, B. Wieting et R. DasGupta, "Analysis of modified 319 aluminum alloy", *AFS Transactions*, 1988, vol. 96, pp. 1-12.
30. S. Jacob, "Modification de l'A-S7 G06 par le sodium, l'antimoine et le strontium", *Fonderie*, janvier 1977, vol. 363, pp. 13- 25.
31. A. Pennors, A. M. Samuel, F.H. Samuel et H.W. Doty, "Precipitation of β -Al₅FeSi iron intermetallic in Al-6%Si-3.5%Cu (319) Type Alloys: Role of Sr and P", *AFS Transactions*, 1998, vol. 106, pp. 251-264.
32. S.G. Shabestari et J.E. Gruzleski, "Modification of iron intermetallics by strontium in 413 aluminum alloys", *AFS Transactions*, 1995, vol. 103, pp. 285-293.
33. A.M. Samuel et F.H. Samuel, "Modification of iron intermetallics by magnesium and strontium in Al-Si alloys", *International Journal of Cast Metals Research*, 1997, vol. 10, pp. 147-157.
34. E. Kato, H. Nomura et N. Oshiro, "Microstructure of high purity Al-Si eutectic alloys containing minute amounts of phosphorus", *Journal of Japan Institute of Light Metals*, August 1996, vol. 46, no. 8, pp. 377-82.
35. E. Kato, H. Nomura et N. Oshiro, "Effect of phosphorus on solidified structure of hypereutectic Al-Si alloys", *Journal of Japan Institute of Lights Metals*, Dec. 1997, vol. 47, no. 12, pp. 667-671.

36. M. Garat et R. Scalliet, "A Review of Recent French Casting Alloy Developments", *AFS Transactions*, 1978, vol. 87, pp. 549-562.
37. C. Villeneuve, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra, "Role of Trace Elements in Enhancing The Performance of 319 Aluminum Foundry Alloys ", *AFS Transactions*, 2001, Vol 109, pp. 287-300.
38. L.F. Mondolfo, *Manganese in Aluminum Alloys*, The Manganese Centre, Neuilly sur Seine, France, 1990, pp. 1-35.
39. P. Jonason, " Thermal Fatigue of Cylinder Head Alloys", *AFS Transactions*, 1992, vol. 100, pp. 601-607.
40. S. Murali, K.S. Raman et K.S.S. Murthy, "Morphological studies on β -Al₅FeSi phase in Al-7Si-0.3Mg alloy with trace additions of Be, Mn, Cr and Co", *Materials Characterization*, 1994, vol. 33, pp. 99-112.
41. Y. Shimizu, Y. Awano et M. Nakamura, *AFS Transactions*, 1992, vol. 100.
42. D. Apelian, Private communication: Internal Lab Report, 1991.
43. S. Hajas, "Effect of iron contamination on the mechanical properties of aluminium castings alloys", *Chemical Abstracts*, 1970, vol. 73, no. 133571.
44. W. Bonsack, "Discussion on the effect of minor alloying elements on aluminum casting alloys", *ASTM Bulletin*, August 1942, vol. 117, pp. 45-59.
45. A. Griger, V. Stefanniay, A. Lendvai et T. Turmezey, "Possible modification of cast structure by continuous casting technology in AlFeSi, Part III: Intermetallic Phases", *Aluminium*, 1989, vol. 10, pp. 1049-1056.
46. G. Gustafsson, T. Thorvaldsson et G.L. Dunlop, "The influence of Fe and Cr on the microstructure of cast Al-Si-Mg alloys", *Metallurgical Transactions A*, 1986, vol. 17A, pp. 45-52.
47. C. Villeneuve et F.H. Samuel, "Fragmentation and dissolution of β -Al₅FeSi phase during solution heat treatment of Al-13wt%Si-Fe alloys", *International Journal of Cast Metals Research*, 1999, vol. 12, pp. 145-160.
48. P.Y. Zhu et Q.Y. Liu, *Materials Science and Technology*, 1986, vol. 2, pp. 500-507.
49. L.F. Mondolfo et J.G. Barlock, "Effect of superheating on the structure of some aluminum alloys", *Metallurgical Transactions B*, December 1974, vol. 6B, pp. 565-572.

50. A. Saoudi, "Effet du taux de refroidissement, de la surchauffe et d'un mélange des métaux terres rares sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Si de type 319.2", Mémoire de maîtrise en ingénierie, UQAC, Chicoutimi, hiver 2001, 186 pp.
51. Z. Ma, "Effets des intermétalliques de fer et des porosités sur les propriétés de traction et d'impact sur les alliages de coulée Al-Si-Cu et Al-Si-Mg", thèse du doctorat en ingénierie, UQAC, Chicoutimi, août 2002, 281 pp.
52. F. Dimayuga, "Primary and Secondary Porosity in Sandcast Aluminum-Silicon Alloys", M. Eng. Thesis, McGill University, Montreal, 1981.
53. R.I Mackay et J.E. Gruzleski, "Quantification of iron in aluminium-silicon foundry alloys via thermal analysis", *International Journal of Cast Metals Research*, 1997, vol. 10, pp. 131-145.
54. M. Hansen, *Constitution of Binary Alloys*, Second Edition, McGraw-Hill Book Company Inc., New York, 1958, p. 133.
55. R. DasGupta, C.G. Brown et S. Marek, "Analysis of Overmodified 356 Aluminum Alloy", *AFS Transactions*, 1988, vol. 96, pp. 297-310.
56. L. Liu, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra, "Role of iron in relation to silicon modification in Sr-treated 319 and 356 alloys", *International Journal of Cast Metals Research*, 2003, sous presse.
57. A.M. Samuel, F.H. Samuel et H.W. Doty, "Observations on the formation of β -Al₅FeSi in 319 type Al-Si alloys", *Journal of Materials Science*, 1996, vol. 31, pp. 5529-5539.
58. X. Bian, G. Zhang, S. Zhao et J. Ma, "The spheroidisation of needle-form iron compounds in an Al-Si alloy", *Cast Metals*, 1992, vol. 5, no. 1, pp. 39-41.
59. B. Xiufang, C. Guohua et M. Jiaji, "Master alloy for the spheroidisation of needle-form iron compounds in aluminium alloys", *Cast Metals*, 1993, vol. 6, pp. 159-161.
60. X. Liu, X. Bian, Y. Liu, G. Zhang et J. Ma, "The heredity of iron compound morphologies in Al alloys and spheroidizing mechanism", *Acta Metallurgica Sinica*, October 1997, vol. 33, no. 10, pp. 1067-1069.
61. W.V. Youdelis et C.S. Yang, *Metal Science*, 1980, vol. 14, p. 500.
62. H. Iwahori, H. Takaniya, K. Yonekura, Y. Yamamoto et M. Nakamura, "Influence of iron and manganese on feedability of AC2B aluminum alloy", *Imono*, 1998, vol. 60, no. 9, pp. 590-595.

63. B. Closset et J.E. Gruzleski, "Structure and properties of hypoeutectic Al-Si-Mg alloys modified with pure strontium", *Metallurgical Transactions A*, 1982, vol. 13A, pp. 945-951.