

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI
DÉPARTEMENT DES SCIENCES APPLIQUÉES
MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

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

PAR
ABDELHAMID SAOUDI

EFFET DU TAUX DE REFROIDISSEMENT, DE LA SURCHAUFFE
ET D'UN MÉLANGE DES MÉTAUX TERRES RARES (MISCHMETAL)
SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES
DES ALLIAGES ALUMINIUM SILICIUM DE TYPE 319.2.

HIVER 2001



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

Le but de ce travail est d'étudier l'effet d'un mélange de terres rares (mischmetal), le taux de refroidissement et la surchauffe sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage Al-Si 319.2 contenant 0.4%, 0.8% et 1.2% en fer, utilisé dans l'industrie automobile. Si l'économie de l'essence est déjà réalisée en utilisant les alliages légers Al-Si, les propriétés mécaniques, la dureté et l'usinabilité dépendent des intermétalliques qui se forment lors des processus de refroidissement. En plus de l'amélioration de la durée de vie des pièces en aluminium produites dans les usines manufacturières, la recherche de nouvelle méthode et de nouveaux agents modifiants sont aussi l'objet de plusieurs travaux de recherche.

L'interprétation de certains résultats du présent travail de recherche reste spéculative alors que d'autres étaient logiques. La réduction de l'espace interdendritique est trouvée être important lorsque le taux de refroidissement augmente, alors qu'il ne subit pas de grand changement avec la surchauffe et l'addition du mischmetal. L'effet de la surchauffe sur l'espace interdendritique n'a pu être clarifié par manque de preuves expliquant son comportement.

Lors de la réaction eutectique Al-Si on a noté l'absence de surfusion, ce qui laisse prévoir l'existence de certains agents de germination qui ne disparaissent ni avec l'addition du mischmetal ni avec la surchauffe. Cependant, la modification du silicium eutectique est significative lorsque le taux de refroidissement et la concentration en fer augmentent.

Nous avons confirmé la transformation de la phase β -Fe en phase α -Fe avec la surchauffe. La réduction de la taille de la phase β -Fe qui reste, avec la surchauffe a amélioré les propriétés mécaniques des alliages à haute concentration en fer (1.2%-Fe). En effet, la densité de la phase β -Fe a diminué, compensé par une augmentation des plaquettes ségrégées pour une concentration 5% en mischenmtal. L'amélioration relative des propriétés mécaniques de ces derniers alliages est conforme à leur mode de rupture. En effet, l'analyse au microscope électronique à balayage (faisceau secondaire) montre la présence de fossette (coupole) traduisant ainsi leur ductilité relative.

REMERCIEMENTS

Je tiens tout spécialement à remercier M. F.H. Samuel, professeur à l'université du Québec à Chicoutimi, pour ses conseils techniques, son expérience et pour m'avoir si bien guidé dans la réalisation de ce projet.

Je remercie également M. Régis Boucher, M. André Bouchard et Alain Bérubé pour leur travail de fonderie, c'est-à-dire la préparation des éprouvettes de traction et pour le polissage des échantillons utilisés pour la micrographie. J'exprime aussi ma reconnaissance à Mme A.M Samuel pour son aide apporté lors de la rédaction du rapport final et à M. Glenn Poirier de l'université de McGill et Mme Line Mongeon du centre de technologie de Noranda pour l'analyse des alliages au moyen de la microsonde électronique à balayage et à M. Denis Blackburn pour l'impression des photographies se rapportant à la microstructure et au mode de rupture.

Je voudrais exprimer ma gratitude aux organismes ayant contribué à ce travail, soit : le Conseil de recherches en Sciences Naturelles et Génies du Canada (CRSNG), le Centre Québécois de Recherche et de Développement de l'Aluminium (CQRDA) et la fondation de l'Université du Québec à Chicoutimi (FUQAC).

Je veux également remercier les partenaires industriels de la chaire industrielle de recherche GM-CRSNG-UQAC sur la technologie avancée des métaux légers pour les applications automobiles, la corporation General Motors (USA et Canada), la corporation Nemak (Mexique), le centre de technologie Noranda (Québec), ABB Bomem Inc (Québec) et K.B. Alloys (Robards, USA).

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ.....	II
REMERCIEMENTS	IV
TABLE DES MATIÈRES	V
LISTE DES FIGURES.....	VIII
LISTE DES TABLEAUX.....	XI
CHAPITRE 1.....	1
INTRODUCTION	1
1.1 INTRODUCTION.....	1
1.2 PROBLÉMATIQUE.....	1
1.3 OBJECTIFS.....	3
CHAPITRE 2.....	4
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	4
2.1 INTRODUCTION.....	4
2.2 LES PHASES INTERMÉTALLIQUES DE FER.....	6
2.2.1 Analyse des principales phases intermétalliques de fer	6
2.2.2 La microstructure des intermétalliques de fer.....	10
2.2.3 Diagrammes de phase Al-Si, Al-Fe, Al-Mg, Al-Cu et Al-Fe-Si.....	13
2.2.4 La formation des intermétalliques de fer	17
2.3 LA SURCHAUFFE.....	30
2.3.1 Les effets de l'historique thermique et le temps de maintien.....	36

2.3.2 L'effet de la surchauffe sur les propriétés mécaniques	37
2.4 MODIFICATION/NEUTRALISATION DES INTERMÉTALLIQUES.....	38
2.4.1 Le taux de solidification.....	39
2.4.2 Influence du strontium et le sodium.....	41
2.4.3 Influence du manganèse.....	46
2.4.4 Influence du beryllium.....	47
2.4.5 Influence du magnésium	48
2.5 LES MÉTAUX RARES	49
2.5.1 Les diagrammes d'équilibres	51
2.5.2 Modification/Neutralisation par les terres rares.....	57
2.5.3 L'effet des terres rares sur les propriétés mécaniques et l'usinabilité des alliages Al-Si	62
CHAPITRE 3.....	64
MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE.....	64
3.1 LES ALLIAGES ET LE MISCHMETAL.....	64
3.2 Préparation des courbes de l'analyse thermique	67
3.3 Préparation des échantillons de traction.....	68
3.4 Traitement de mise en solution, vieillissement et trempe	70
3.5 Essais de traction.....	70
3.6 Métallographie	71
CHAPITRE 4.....	73
ANALYSE THERMIQUE ET MÉTALLOGRAPHIQUE.....	73
4.1 INTRODUCTION.....	73
4.2 RÉSULTAT ET DISCUSSION	74
4.2.1 Espace interdendritique secondaire et la première solidification (la phase α -Al)	74
4.2.2 L'analyse de la phase silicium eutectique (alliage 0.4% en fer)	85
4.2.3 L'analyse de la phase silicium eutectique (alliages 0.8% et 1.2% en fer)	96
4.2.4 Analyse des intermétalliques du fer (sans mischmetal)	107
4.2.5 Analyse des intermétalliques (avec mischmetal)	121
4.2.6 Analyse des intermétalliques (moule métallique)	136

CHAPITRE 5.....	140
ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DES INTERMETALLIQUES 140	
5.1 INTRODUCTION.....	140
5.2 MICROSTRUCTURE.....	141
CHAPITRE 6.....	150
ANALYSE DES ESSAIS DE TRACTION 150	
6.1 INTRODUCTION.....	150
6.2 PRÉPARATION DES ÉPROUVENTES DE TRACTION.....	151
6.3 TRAITEMENT THERMIQUE T6	155
6.4 ANALYSE DES ESSAIS DE TRACTION	155
6.5 ANALYSE MÉTALLOGRAPHIQUE DES ÉPROUVENTES DE TRACTION ET MODE DE RUPTURE	163
6.5.1 Analyse métallographique des éprouvettes de traction	163
6.5.2 Mode de rupture pour les alliages coulés à T1.....	170
CHAPITRE 7.....	175
CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS..... 175	
7.1 CONCLUSIONS	175
7.2 RECOMMANDATIONS	178
BIBLIOGRAPHIE	180

LISTE DES FIGURES

Figure 1.	Diagramme des principales phases ²	8
Figure 2.	Les données de l'analyse thermique ²	9
Figure 3.	La microstructure de la phase β	11
Figure 4.	La microstructure de la phase α	11
Figure 5.	Plaquettes ségrégées (phase α). ⁴	12
Figure 6.	La microstructure de l'alliage de base 319	12
Figure 7.	La microstructure de l'alliage de base 319	13
Figure 8.	La phase Al_2Cu	13
Figure 9.	Diagramme de phase $Al-Si$ ⁵	14
Figure 10.	Diagramme de phase $Al-Fe$ ⁶	15
Figure 11.	Diagramme $Al-Fe-Si$ ⁶	16
Figure 12.	Diagrammes de phase a) $Al-Cu$ et b) $Al-Mg$. ⁷	17
Figure 13.	Germination de la phase β -fe sur les oxydes locaux ¹²	20
Figure 14.	L'effet de la composition chimique sur la formation des intermétalliques ⁹	22
Figure 15.	L'effet du Fe et du Mn sur la formation des intermétalliques ⁹	22
Figure 16.	Effet du taux de refroidissement sur la formation des intermétalliques ⁹	24
Figure 17.	L'effet du taux de refroidissement sur la formation des intermétalliques ¹⁰	25
Figure 18.	Température de la mise en solution à l'équilibre et hors-équilibre d'un alliage $Al-Si-Cu$ ¹¹	27
Figure 19.	Le mécanisme de fragmentation de la phase β -Fe ¹¹	28
Figure 20.	Processus de fragmentation de la phase β ¹³	29
Figure 21.	L'effet du traitement thermique hors-équilibre sur la limite ultime de l'alliage 319. ¹³	30
Figure 22.	Courbe de refroidissement typique	32
Figure 23.	L'espace interdendritique en fonction de la surchauffe.....	33
Figure 24.	Effet de la surchauffe et du fer	35
Figure 25.	Effet du fer sur les propriétés mécaniques	38
Figure 26.	Caractérisation schématique des trois étapes de sphéroidisation et de grossissement de la phase Si ²⁷	43
Figure 27.	Dendrites de solution solide d'aluminium	45
Figure 28.	Teneurs en strontium en fonction du maintien à l'état liquide ²⁹	46
Figure 29.	Le système ternaire $Al-Ce-Fe$, section isotherme à $500^{\circ}C$ ³⁵	52
Figure 30.	Diagramme d'équilibre $Al-La$ ⁵	53
Figure 31.	Diagramme d'équilibre $Al-Ce$ ⁵	55
Figure 32.	Diagramme d'équilibre : $Al-Pr$ ⁵	56
Figure 33.	L'effet du cérium sur la structure dendritique de l'aluminium commercial	58
Figure 34.	L'effet du lanthane sur la taille des grains	59
Figure 35.	Préparation des alliages.....	65
Figure 36.	Les moules utilisés pour l'analyse thermique.....	68

Figure 37. Moule Stahl (type ASTM B-108)	69
Figure 38. Courbe de refroidissement typique ¹⁶	75
Figure 39. Analyse de l'espace interdendritique (DAS).	78
Figure 40. La surfusion dans le cas de l'alliage BM0GT1.....	79
Figure 41. L'effet du taux de refroidissement sur le DSA.....	82
Figure 42. Courbes de l'analyse thermique, alliages coulé à $T_1 = 750^\circ\text{C}$	83
Figure 43. Courbes de l'analyse thermique alliages coulés à 950°C	84
Figure 44. Variation de la température de précipitation de l'eutectique en fonction de la concentration en mischmetal, dans les alliages 319.2.	88
Figure 45. La variation de la densité des particules silicium eutectique en fonction de la concentration en mischmetal.....	89
Figure 46. La variation de la densité des particules de la phase du silicium eutectique en fonction de la concentration en mischmetal pour les alliages trempés dans l'eau.....	90
Figure 47. La morphologie du silicium eutectique.....	94
Figure 48. La morphologie du silicium eutectique (suite)	95
Figure 49. La variation de la température de formation du silicium eutectique et sa densité en fonction de la concentration en mischmetal.....	97
Figure 50. La variation de la température de formation silicium et sa densité en fonction de la concentration en mischmetal (suite).	99
Figure 51. La variation de la densité du silicium en fonction de la concentration du mischmetal pour les alliages trempés dans l'eau.....	100
Figure 52. Analyse de la phase silicium eutectique (alliage industriel, 0.8% -Fe). ..	101
Figure 53. Effet du taux de refroidissement sur la phase silicium eutectique.....	102
Figure 54. Courbe de refroidissement de l'alliage BM0GT1.....	108
Figure 55. Courbe de l'analyse thermique de l'alliage BM0GT2.....	109
Figure 56. Courbe d'analyse thermique BM1F0GT1.....	110
Figure 57. Courbe de l'analyse thermique de l'alliage BM1F0GT2.	111
Figure 58. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM2F0GT1.	112
Figure 59. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM2F0GT2.	113
Figure 60. Densité des intermétalliques en fonction du % en fer (0% mischmetal)	117
Figure 61. Densité des intermétalliques en fonction de % en fer (0% mischmetal) (Suite).	119
Figure 62. Paramètres géométriques de la phase β -Fe.	120
Figure 63. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM5GT1.....	122
Figure 64. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM5GT2.....	123
Figure 65. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM1F5GT1	124
Figure 66. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM1F5GT2.	125
Figure 67. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM2F5GT1.	126
Figure 68. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM2F5GT2.	127
Figure 69. La variation de la densité de la phase du mischmetal	129
Figure 70. La densité de la phase α pour les alliages 5% mischmetal.	131
Figure 71. La densité des plaquettes ségrégées chez les alliages 5% mischmetal et ceux coulés à la température T_1 et T_2	133

Figure 72. Les caractéristiques des particules β et mischmetal	134
Figure 73. Les caractéristiques des particules β et mischmetal	135
Figure 74. Courbe d'analyse thermique (moule métallique)	138
Figure 75. Micrographes MEB montrant la microstructure des intermétalliques .	142
Figure 76. Micrographes MEB montrant la microstructure des intermétalliques (suite)	145
Figure 77. Micrographes MEB montrant la microstructure des intermétalliques (suite)	146
Figure 78. Micrographes montrant la microstructure des intermétalliques (suite)	147
Figure 79. Micrographes optiques montrant la microstructure des intermétalliques (suite)	148
Figure 80. Micrographes montrant la microstructure des intermétalliques (suite)	149
Figure 81. Le moulage obtenu pour l'alliage 1.2%-Fe coulé directement de la température 950°C (à gauche)	152
Figure 82. Procédure du dégazage.....	153
Figure 83. Procédure de préparation des éprouvettes pour les alliages 1.2% en fer	154
Figure 84. Les propriétés mécaniques des alliages 0.4%-Fe	158
Figure 85. Les propriétés mécaniques des alliages 0.4%-Fe (suite).	159
Figure 86. Propriétés mécaniques des alliages 0.8%-Fe.....	160
Figure 87. Propriétés mécaniques des alliages 0.8%-Fe (suite)	161
Figure 88. Propriétés mécaniques des alliages 1.2%-Fe.....	162
Figure 89. Propriétés mécaniques des alliages 1.2%-Fe (suite).	163
Figure 90. Micrographes optiques après traitement T6	164
Figure 91. Micrographes optiques après traitement T6 (suite)	166
Figure 92. Micrographes optiques après traitement T6 (suite)	167
Figure 93. Micrographes optiques après traitement T6 (suite)	168
Figure 94. Micrographes optiques après traitement T6 (suite)	169
Figure 95. Surface de rupture de l'alliage BM0T1	171
Figure 96. Surface de rupture de l'alliage BM5T1	172
Figure 97. Surface de rupture de l'alliage BM1F3T1	173
Figure 98. Surface de rupture de l'alliage BM2F5T1.....	174

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1. L'effet du fer sur les propriétés mécaniques de l'alliage Al-4.5 % Cu ¹	5
Tableau 2. Les réactions durant la solidification ²	7
Tableau 3. Les phases observées par le microscope /SEM/EDX/ ²	7
Tableau 4. L'effet de la composition chimique. Al-12.7 % Si ⁹	21
Tableau 5. L'effet du magnésium sur la limite élastique apparente pour l'alliage Al-7Si-Mg, vieillis pendant 6 heure à la température 170°C ⁸	25
Tableau 6. Propriétés mécaniques des alliages Al-7Si-0.3Mg modifiés et non modifiés après traitement thermique ³¹	49
Tableau 7. Les terres rares et l'yttrium ³³	51
Tableau 8. Espace interdendritique et la dureté de l'alliage Al-1% Mg-0.5% Si ⁴⁵	63
Tableau 9. Composition chimique des alliages de base	64
Tableau 10. La composition chimique du mischmetal	65
Tableau 11. La composition chimique des alliages étudiés (% en poids)	66
Tableau 12. La composition des alliages étudiés (suite)	67
Tableau 13. Les données du premier refroidissement la phase α -Al	77
Tableau 14. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium....	91
Tableau 15. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium (suite)	92
Tableau 16. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium (suite)	93
Tableau 17. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium (suite)	103
Tableau 18. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium (suite)	104
Tableau 19. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium (suite)	105
Tableau 20. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium (suite)	106
Tableau 21. La température de formation des phases intermétalliques de fer (β -Fe)	115
Tableau 22. La densité de la phase α et des plaquettes ségrégées.	116
Tableau 23. La température de formation des phases intermétalliques avec mischmetal	128
Tableau 24. La densité de la phase α et des plaquettes ségrégées.	130
Tableau 25. La densité des phases intermétalliques de fer (moule métallique)	139
Tableau 26. La phase β dans les alliages 1.2% en fer (moule métallique)	139
Tableau 27. L'analyse du silicium après le traitement thermique T6.....	157

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

1.1 Introduction

L'alliage d'aluminium 319 occupe une place importante dans la gamme de métaux recyclés utilisés essentiellement dans la construction automobile pour la fabrication de têtes de cylindre. Il possède une excellente coulabilité ainsi qu'une bonne résistance à la formation de retassures.

L'alliage commercial de première fusion (319.2) possède nécessairement de meilleures caractéristiques mécaniques que l'alliage recyclé (319.1), ce dernier ayant des teneurs plus élevées en éléments d'impuretés tel que le silicium, le fer etc.. Ces impuretés , forment certaines phases, telle que la phase β -Fe, nuisibles aux propriétés mécaniques des alliages 319.2.

1.2 Problématique

La recherche de nouveaux agents modifiants pour remplacer le manganèse, le chrome etc. est nécessaire pour faire face à l'épuisement des gisements miniers et à la rareté de certains métaux. Plusieurs chercheurs ont essayé les terres rares comme nouveaux agents modifiant. Sharan ^{42, 43, 44, 46} a étudié l'effet d'un mélange de terres rares appelé le

mischmetal et des éléments individuels Ce, La, et le Nd. Le travail de Sharan était consacré à l'influence de l'addition de mischmetal sur les propriétés mécaniques de certains alliages d'aluminium (218, 195 et 122). Sharan a étendu le travail dans la direction de l'usinabilité.

Les effets nuisibles de certains métaux comme le fer qui se trouve dans les alliages 319 (utilisés dans le présent projet), constituent un des problèmes rencontrés en métallurgie. En effet, un pourcentage élevé du fer favorise la précipitation de la phase β qui diminue surtout la ductilité. Plusieurs auteurs (Awano et Shimizu¹⁸) ont suggéré la voie de la surchauffe comme un moyen pour neutraliser les effets nuisibles du fer sans même y ajouter des éléments tels que le Mn et/ou le Cr. Certains travaux²² ont montré la relation entre la température de la surchauffe et les phases de fer formées, et l'importance de maintenir en faible concentration les éléments tels que Fe, Si et Mg et d'appliquer le taux de solidification rapide afin de favoriser la précipitation complète du fer sous forme d'écriture chinoise. Ainsi, le présent projet est focalisé sur l'utilisation des métaux rares comme modifiants, le taux de solidification et l'effet de la surchauffe sur les propriétés mécaniques et la microstructure de l'alliage hypoeutectique A319. Les trois types d'alliages Al-Si 319.2 ciblés dans le présent travail de recherche se diffèrent par la concentration en fer. En effet, il s'agit de l'alliage de bonne qualité (0.4%-Fe), l'alliage industriel (0.8%-Fe) et l'alliage de basse qualité (1.2%-Fe).

1.3 Objectifs

Étudier l'effet de la surchauffe, d'un mélange de métaux rares (mischmetal) et le taux de solidification sur :

- 1- La modification de la phase Si et les intermétalliques dans les alliages 319 avec trois niveaux de fer : 0,4%, 0,8% et 1,2%,
- 2- La relation entre la microstructure (analyses aux microscope optique et électronique à blayage MEB) et les propriétés mécaniques avec les essais de traction.
- 3- Identifier les nouvelles phases par la spectrométrie aux rayons X.
- 4- Identifier les défauts par radiographie.

CHAPITRE 2

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1 Introduction

Il y a beaucoup d'articles (voir bibliographie) écrits au sujet de l'effet des impuretés sur les propriétés mécaniques des alliages de fonderie de l'aluminium, mais aucun ne fait l'unanimité. En général, le fer a des effets nuisibles car il contribue à la formation de la phase β -Fe qui dégrade les propriétés mécaniques de ces alliages. Plusieurs méthodes ont été proposées pour diminuer les effets nuisibles du fer lorsqu'il est présent à des niveaux élevés. Ainsi, l'utilisation d'un taux de refroidissement élevé et l'addition de neutralisants comme le manganèse, donnent des résultats consistants. Normalement, les spécifications permettent un niveau élevé du fer dans les alliages coulés sous pression ou coulés dans le moule métallique, contrairement aux alliages coulés dans le moule de sable qui permet la formation de particules β -fe de grande taille. De plus, une teneur élevée en fer réduit le potentiel de dissolution des composantes du fer provenant des machines de fonderie et des moules. Comme le fer est contenu dans les outils de travail et d'autres, il est facilement attiré par l'aluminium ¹ la limite peut aisément être dépassée si les mesures de propreté ne sont pas respectées pour éviter la contamination. Comme le risque de contamination est

plus élevé avec les méthodes de recyclage, il est difficile d'éliminer le fer des alliages d'aluminium par les méthodes de traitement conventionnelles de fonderie. Il est donc important de connaître l'effet du fer sur les propriétés des alliages de fonderie d'aluminium et de développer des méthodes pour combattre ces effets aux besoins.

Le fer a des effets nuisibles sur les propriétés mécaniques des alliages aluminium-cuivre. Le fer augmente la dureté mais diminue la ductilité. Plus de 0.3% de fer dans les alliages aluminium-5% cuivre cause une réduction des propriétés mécaniques de traction, et cette réduction augmente avec la quantité du fer ajoutée ^{1,15}. Cependant, la coulabilité et la cassure à chaud ont montré une légère amélioration. L'alliage aluminium-4.5% cuivre subissant une trempe, voit ses propriétés mécaniques comme la résistance à la traction et l'elongation, diminuer lorsque la quantité du fer augmente de 0.03% à 0.24% ¹, mais la limite élastique ne subit aucun changement (voir le tableau 1).

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

Fer en %	à 10 mm du refroidisseur			à 135 mm du refroidisseur		
	Résistance à la traction en MPa	Limite élastique en MPa	Élongation %	Résistance à la traction en MPa	Limite élastique en 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

Plusieurs phases se forment dans les alliages Al-Si en présence des impuretés. Les proportions de chaque élément, la solubilité et les conditions de solidification favorisent la formation d'une phase intermétallique par rapport à une autre. Les principales phases qui se forment dans les alliages Al-Si en raison des impuretés sont :

- La phase β : la phase la plus nuisible aux propriétés mécaniques des alliages d'aluminium.
- La phase α : cette phase fait dissoudre plus d'élément que la phase β .
- Les plaquettes ségrégées qui existent selon le pourcentage du manganèse dans l'alliage. On les retrouve souvent au fond du creuset à cause de leur densité elles se forment lorsque le métal est à l'état liquide.

2.2.1 Analyse des principales phases intermétalliques de fer

L'alliage A319 est l'un des alliages les plus populaires dans le domaine de la métallurgie. En effet, il possède une bonne coulabilité et d'excellentes propriétés mécaniques. Cet alliage fait partie du présent travail de recherche. Backerud et al. 1990, ont publié une étude sommaire de cet alliage. L'alliage A319 contient une faible quantité de silicium (6%), d'où la dominance de la phase de l'aluminium dans ces propriétés². Lorsque le rapport Fe/Mn est égale à 2, le risque d'obtenir la phase pré-eutectique Al_5FeSi est minimum². La courbe de refroidissement, l'analyse spectrale et métallographique nous permettent d'identifier les différentes phases formées dans l'alliage en question pour un

taux de refroidissement spécifique. Les tableaux 2 et 3 résument les réactions chimiques qui entrent en jeu et les différentes phases qu'on rencontre dans l'alliage A319. La courbe de refroidissement est représentée à la figure 1.

Tableau 2. Les réactions durant la solidification ².

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

Tableau 3. Les phases observées par le microscope /SEM/EDX/ ²

Numéro	1	2	3	4	5	6
La phase	α -Al*	Si*	Al ₂ Cu*	Al ₅ FeSi*	Al ₁₅ (MnFe) ₃ Si ₂ *	Al ₅ Mg ₈ Cu ₂ Si ₆
Caractéristiques	Dendrites	Gris	Particules	Aiguilles	Script chinois	Masse brune
			roses	Phase β	Brun, phase α	

* Confirmé par XRD ².

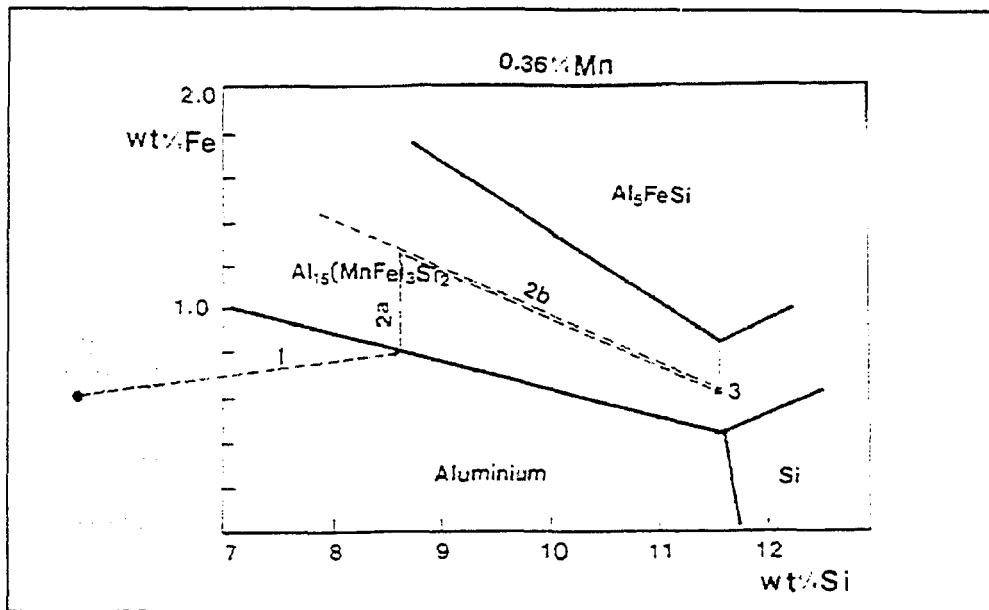


Figure 1. Diagramme des principales phases².

Location de chaque phase, ségrégation et précipitation en bas vers la réaction eutectique principale. Le pourcentage de la phase solide f_s est noté pour chaque étape.

Étape 1 ($f_s = 16\%$) : développement du réseau dendritique.

Étape 2 ($f_s = 22\%$) : croissance latérale des dendrites.

Étape 3 ($f_s = 14\%$) : précipitation de Al_{10} et quelque Al_5 -phase

Étape 4 ($f_s = 6\%$) : = étape 3.

Étape 5 : la réaction eutectique principale commence lorsque 12% de l'échantillon est déjà solidifié².

Backerud et al. 1990, ont utilisé un système à deux thermocouples pour la courbe de refroidissement. Un thermocouple au centre du creuset et un autre près de la paroi latérale. La figure 2 présente les courbes de refroidissement obtenues à partir des deux thermocouples, T_c au centre du creuset et T_w près de la paroi. Deux

autres courbes sont aussi présentées, la différence ($T_w - T_c$) et la première dérivée dT/dt_c au centre du creuset.

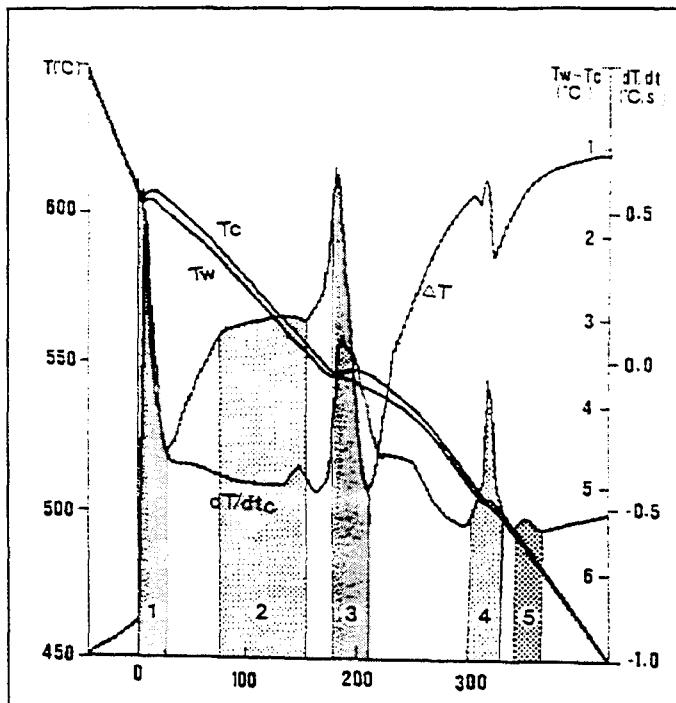


Figure 2. Les données de l'analyse thermique² collectées en deux points (au centre et près de la paroi du creuset) dans l'alliage 319.1, durant la solidification avec un taux de refroidissement de 0.6 °C/s.

Il faut noter que pour l'alliage eutectique, la réaction pré-eutectique est complètement inexistante. Chez les alliages hypereutectiques cette réaction est caractérisée par la précipitation de particules de silicium jusqu'à l'atteinte de la composition eutectique. On résume la formation des phases pendant la solidification des alliages d'aluminium hypoeutectique à basse concentration en fer (~0.1%) comme suit :

- la formation du réseau dendritique α -aluminium;
- la réaction eutectique Al-Si ;
- la précipitation des phases eutectiques secondaires.

Lorsque la concentration du magnésium est inférieure ou égale à 0.1%, l'écriture chinoise cristallise avant l'eutectique (couleur brune), sinon la phase α de couleur noire précipite après l'apparition de l'eutectique Al-Si.

2.2.2 La microstructure des intermétalliques de fer

La morphologie d'une phase intermétallique, se définit par sa géométrie dans l'espace et sa structure. En général, les phases intermétalliques ont une géométrie tridimensionnelle. Les deux principales phases intermétalliques α et β ont une forme apparente différente selon le plan de coupe. La phase β représentée par la figure 3 prend la forme de plaquettes qui apparaissent comme des aiguilles lorsque la coupe est transversale⁴. Cependant, la phase α illustrée par les figures 4 et 5 se présente sous deux formes : écritures chinoises et plaquettes ségrégées⁴.

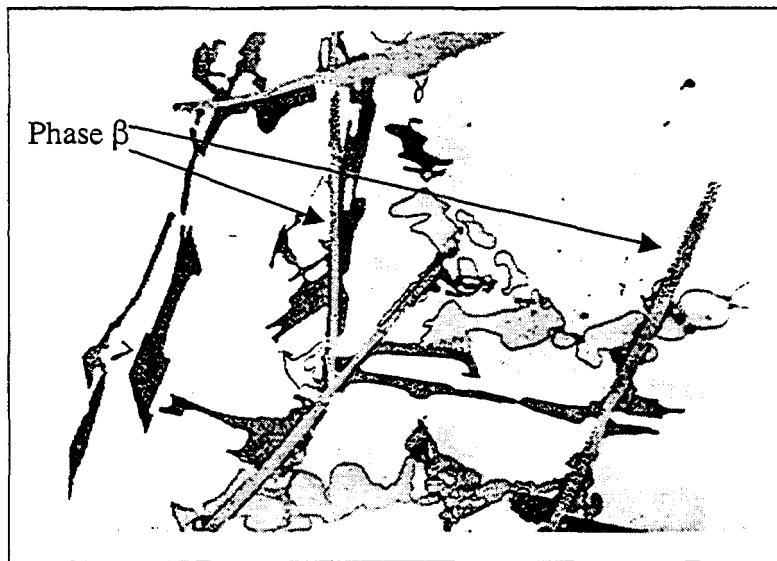


Figure 3. La microstructure de la phase β .
Alliage 319.1 (taux de refroidissement de $0.3 \text{ }^{\circ}\text{C/s}^2$)

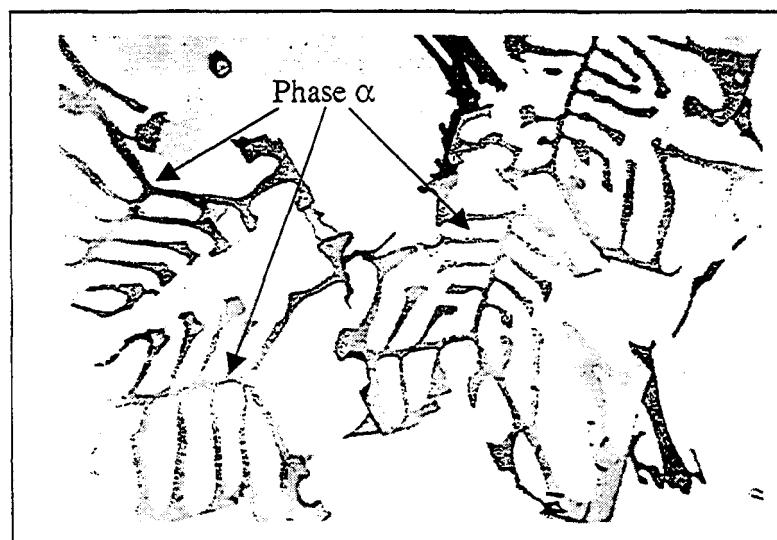


Figure 4. La microstructure de la phase α .
Alliage 319.1 (taux de refroidissement de $0.3 \text{ }^{\circ}\text{C/s}^2$)

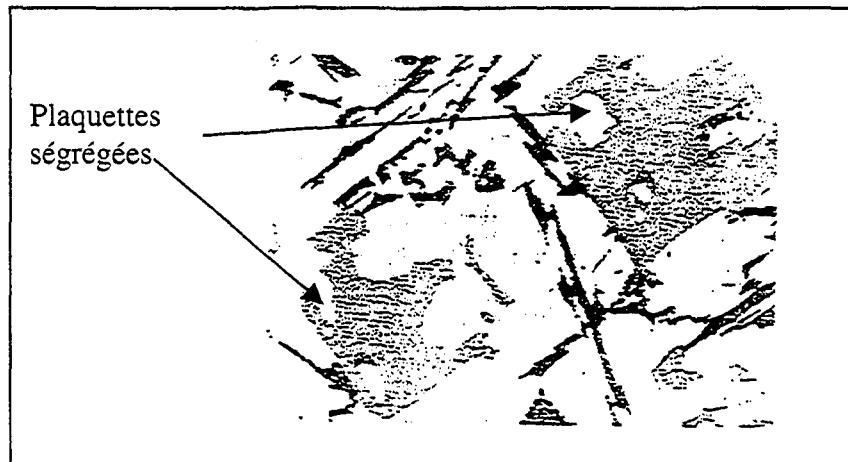


Figure 5. Plaquettes ségrégées (phase α).⁴

Les phases Al_2Cu , Mg_2Si et $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Si}_6\text{Cu}_2$ sont aussi présentes. Les figures 6 et 7 et 8 visualisent ces phases, mais leurs orientations spatiales n'est pas donnée.

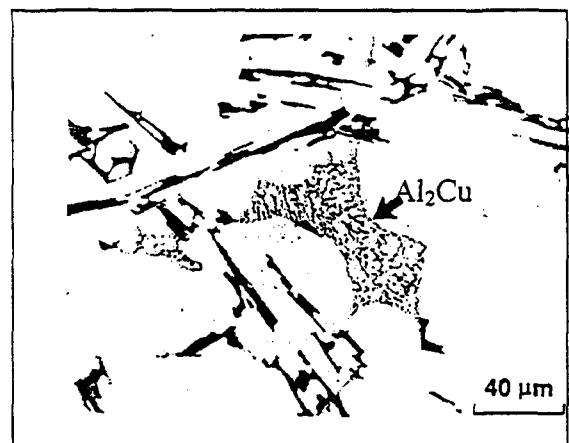


Figure 6. La microstructure de l'alliage de base 319 montrant la morphologie des particules Si et de l'eutectique Al₂Cu.³



Figure 7. La microstructure de l'alliage de base 319 montrant la morphologie des minuscules particules Mg_2Si (fort grossissement)³

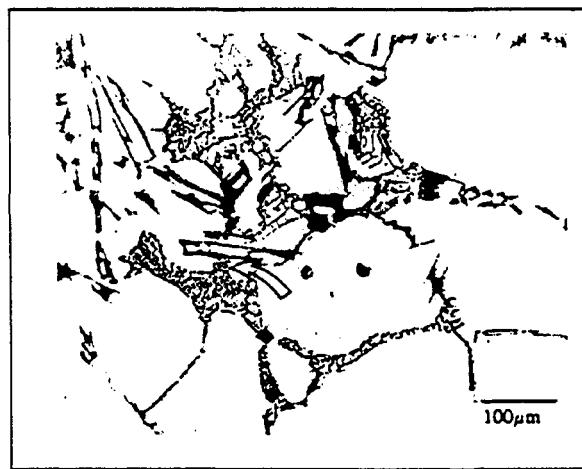


Figure 8. La phase Al_2Cu loin de l'eutectique Si et la formation de $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$ (voir la flèche)³.

2.2.3 Diagrammes de phase Al-Si, Al-Fe, Al-Mg, Al-Cu et Al-Fe-Si

La figure 9 illustrant le diagramme d'équilibre Al-Si, indique la température de l'eutectique et sa composition. Les valeurs les plus fiables sont 577°C et 11.8% de silicium (en poids), ce qui correspond au pourcentage atomique du silicium de 11.2-11.4. La dépendance entre la température et la solubilité a été déterminée par plusieurs auteurs⁵ en

utilisant différentes méthodes. Les points de solubilité dans différentes régions du diagramme en pourcentage atomique sont : 577°C, 1.65 (1.59); 550°C, 1.30 (1.25); 500°C, 0.80 (0.77); 450°C, 0.48 (0.46); 400°C, 0.29 (0.28); et 350°C, 0.17% atomique (0.16% en poids). Pour les deux températures 300°C et 250°C, la solubilité de 0.10% et 0.05% en poids de silicium a été reporté par Dix et Heath; en 1928⁵. Cependant, selon les calculs thermodynamiques, la solubilité est respectivement 0.06% et 0.008% en poids de silicium. Le paramètre réticulaire de l'aluminium est pris en considération pour expliquer l'insolubilité de ce dernier dans le silicium⁵.

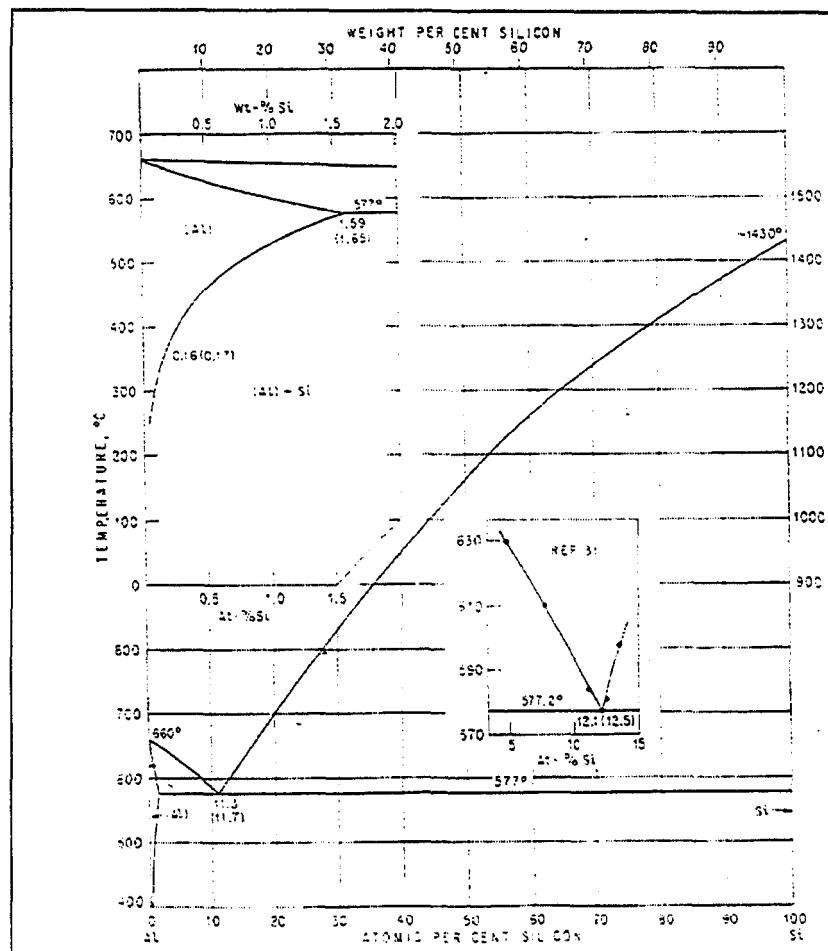


Figure 9. Diagramme de phase Al-Si⁵.

La figure 10 présente le diagramme de phase Al-Fe. Un eutectique est observé à la température 655°C à 1.8% de fer. Cet eutectique est formé par l'aluminium et la phase FeAl_3 , à ce point la solubilité maximale du fer dans l'aluminium est de 0.052%⁶. Le diagramme de phase Al-Fe-Si est illustré par la figure 11. Dans les conditions d'équilibre (figure 11-a), les phases présentes à l'état solide montrent une faible solubilité du silicium dans l'aluminium lorsqu'une faible quantité de fer est ajoutée⁶. Hors-équilibre (figure 11-b) les quatre phases peuvent être rencontrées simultanément : Al, Si, $\alpha\text{-AlFeSi}$ et $\beta\text{-AlFeSi}$).

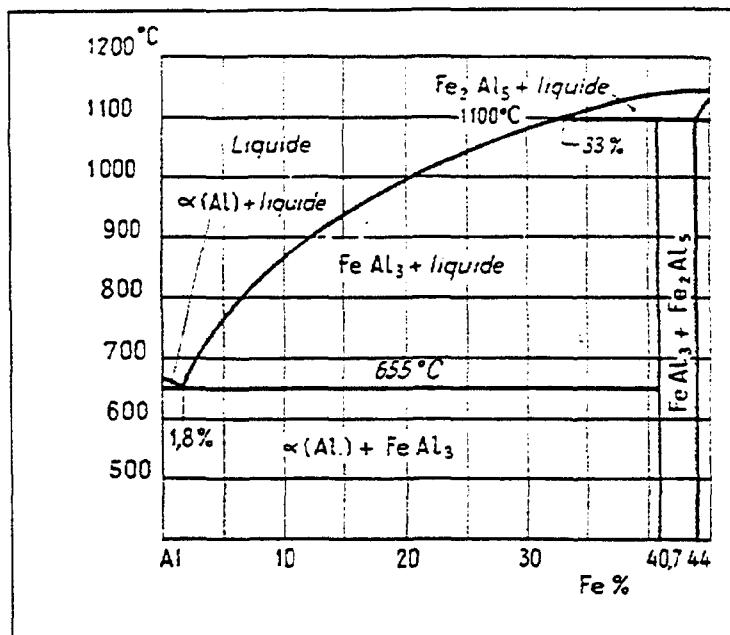


Figure 10. Diagramme de phase Al-Fe⁶.

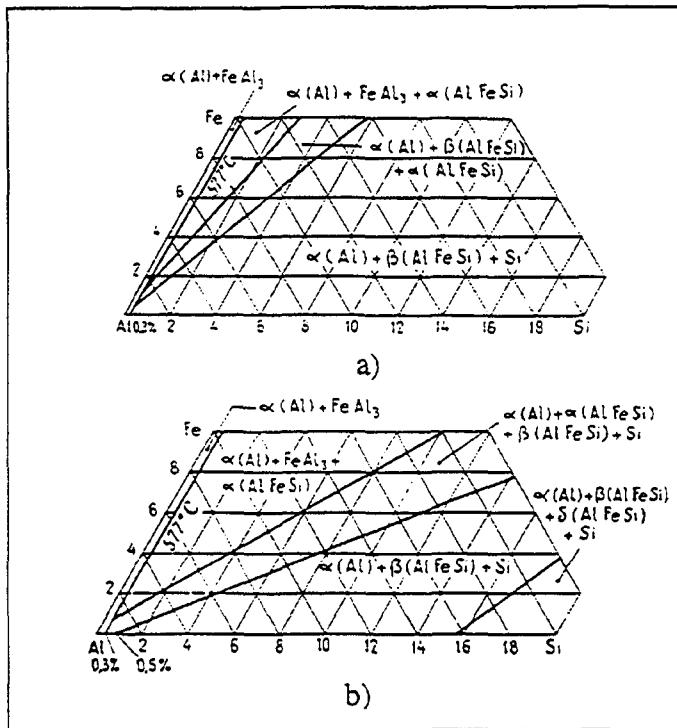


Figure 11. Diagramme Al-Fe-Si⁶.

11-a. Diagramme d'équilibre

11-b. Diagramme hors équilibre

La figure 12-a présente la partie du diagramme de phase Al-Cu riche en aluminium.

La ligne du solidus représente, à l'équilibre, la limite de solubilité du cuivre. À gauche de cette ligne, il y a une solution solide α (solution du cuivre dans l'aluminium). À droite de cette ligne outre la phase α (la matrice) une seconde phase CuAl_2 ou θ . La solubilité maximale du cuivre dans l'aluminium à 400°C, est de 1.8%, et le reste se précipite sous forme CuAl_2 . À cette température, la proportion de CuAl_2 dans la matrice est de 5.2% pour un alliage à 4.5% de cuivre. Cependant, à la température ambiante la solubilité du cuivre dans l'aluminium est de 0.1%, et la proportion de CuAl_2 augmente à 8.2%. La figure 12-b présente le diagramme de phase Al-Mg. Les alliages Al-Mg corroyés contiennent en

général moins de 4% de magnésium; dans ces conditions, la majeure partie du magnésium est en solution solide, et le reste existe sous forme de composé Mg_2Al_3 ⁷.

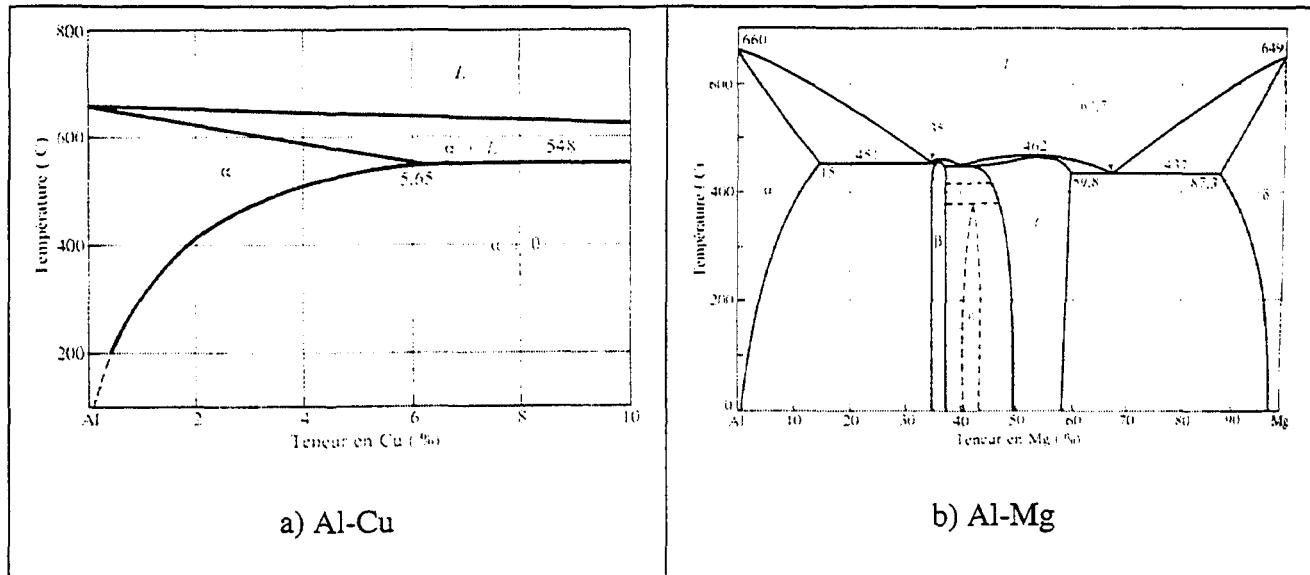


Figure 12. Diagrammes de phase a) Al-Cu et b) Al-Mg.⁷

2.2.4 La formation des intermétalliques de fer

La phase β -Fe est la plus nuisible car elle diminue dramatiquement la ductilité⁸. En augmentant le taux du fer dans les alliages de fonderie 13%-Si, les propriétés mécaniques, particulièrement l'élongation (allongement plastique) sont diminuées en raison de la formation des plaquettes et/ou les aiguilles⁹. La phase β -Fe diminue la fluidité du métal liquide, ce qui cause certains défauts dans l'alliage telle que la porosité. Chaque phase se forme dans des conditions bien déterminées. En effet, la précipitation de chaque phase dépend des facteurs suivants :

- le rapport massique d'un élément chimique par rapport à un autre;

- le taux de solidification;

- la concentration de certains éléments comme le chrome et le manganèse;
- la température à laquelle on chauffe l'alliage;
- certains paramètres comme le facteur de ségrégation.

Les facteurs qui favorisent la formation des intermétalliques peuvent changer selon le type et la pureté de l'alliage. Shabestari et *al*, soulignent que les composantes intermétalliques des alliages d'aluminium de fonderie se retrouvent dans l'alliage près des porosités. En effet, les composantes de type β -AlFeSi (β -Fe) et α -AlFeMnSi (α -Fe) favorisent la formation de la porosité interdendritique en bloquant le remplissage des trous dans l'alliage hypoeutectique Al-Si. Donc, il est important de savoir comment éviter ou, au moins, contrôler la précipitation des composantes intermétalliques du fer, durant la solidification de l'alliage.

Les intermétalliques se divisent en général en trois morphologies : les cristaux polygonaux, l'écriture chinoise et les fines plaquettes. Les diagrammes d'équilibre des alliages dilués Al-Fe-Si, comportent les phases θ -AlFeSi (monoclinique), α -Al₈Fe₂Si (hexagonal), β -Al₅FeSi (monoclinique) et la phase α dont la composition chimique est Al₁₂Fe₃Si₂ (30.7% Fe, 10.2% Si). Ces phases dominent lors d'un refroidissement lent, alors que les phases métastables comme Al₆Fe (orthorhombique) et α -Al₂₀Fe₅Si₂ (cubique) sont précipitées lors d'une trempe ou refroidissement rapide. Dans plusieurs alliages commerciaux d'aluminium qui contiennent du manganèse ou du chrome comme impureté

ou comme additions intentionnelles, on retrouve la phase cubique α -AlFeSi plutôt que la phase hexagonale α -AlFeSi. On constate que la phase β se précipite pendant la phase et liquide-solide (pré-eutectique) et pendant la formation de l'eutectique (co-eutectique), lorsque la concentration en fer dépasse 0.7%.

Mondolfo ¹⁷ met l'accent sur la première phase $(\text{FeMn})\text{Al}_6$ qui se forme dans le système Al-Fe-Mn-Si des alliages commerciaux. Dans plusieurs alliages, la phase $(\text{FeMn})\text{Al}_6$ réagit avec le liquide pour former la phase $(\text{FeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$. Dans les alliages concentrés en silicium, la phase $(\text{FeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$ se forme peut-être en premier, et lorsqu'elle se trouve à l'état cristallin elle tend à être limitée par les faces (111). Elle apparaît plus au moins dans une forme hexagonale. Ces premières phases ou complexe intermétalliques formés avec le fer, le manganèse et le chrome sont usuellement appelées « sludge » ou ségrégation (plaquettes ségrégées) ⁹. Une fois à l'intérieur d'un alliage en fusion, elles restent solides car leurs points de fusion sont élevés. Elles agissent alors comme des points durs et dégradent les propriétés mécaniques de l'alliage ⁹. La germination de la phase β -Fe se fait sur les oxydes locaux ¹² (figure 13) qui agissent comme des sites de germination préférentiels .

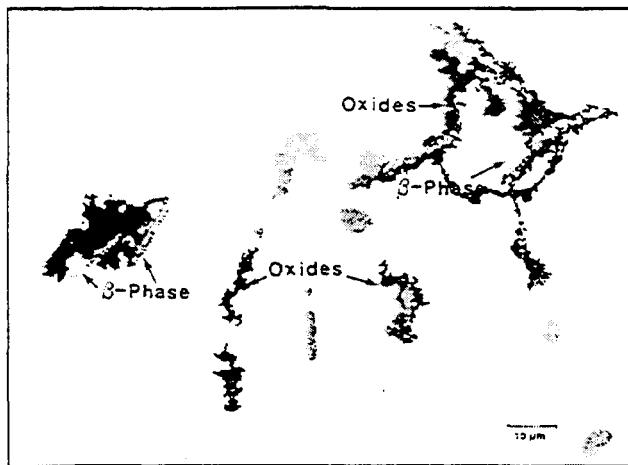


Figure 13. Germination de la phase β -fe sur les oxydes locaux ¹².

Les ségrégations interviennent souvent dans les coulées sous pression où la température de coulée est typiquement 610°C à 660°C. Selon Shabestari *et al.*⁹ certains auteurs ont défini la formule du facteur de ségrégation dans les alliages Al-Si-Cu qui est une première étape pour déterminer la quantité du fer, du manganèse et du chrome qui contribue à la ségrégation :

$$\text{Facteur de ségrégation} = (1 \times \% \text{ Fe}) + (2 \times \% \text{ Mn}) + (3 \times \% \text{ Cr}) \text{ (il s'agit du \% en poids).}$$

2.2.4.1 L'effet de la composition chimique sur la formation des intermétalliques

L'analyse métallographique montre que les intermétalliques ne se forment pas lorsque les niveaux du fer, du manganèse et du chrome sont bas⁹. La phase β -Fe et les plaquettes ségréguées ne se forment pas dans l'alliage contenant 0.4% Fe, 0.1% Cr avec un pourcentage de manganèse inférieur à 0.3%. Les figures 14 et 15 présentent l'effet de la composition chimique sur la formation des intermétalliques. Le tableau 4 montre les différentes compositions chimiques de deux alliages utilisés par Shabestari *et al.*⁹.

Tableau 4. L'effet de la composition chimique. Al-12.7% Si⁹
(quelques échantillons % en poids).

Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni
B ₅	12.28	0.77	0.003	0.31	0.01	0.10	0.007
C ₃	12.51	1.17	0.003	0.10	0.01	0.10	0.006

Certains auteurs ont focalisé leurs recherches sur le rapport massique Fe/Si, car ce rapport qui est spécifique pour chaque alliage, peut nous renseigner sur la possibilité de la formation d'une phase intermétallique. Le rapport Fe/Si est critique dans les alliages Al-Cu car en l'absence du manganèse, les composantes du fer se cristallisent entièrement en la phase β -Fe^{1,10,12}. En présence du manganèse, Lakshmanan *et al.*¹⁰, constatent la formation des phases β -Fe, α -Fe et les plaquettes ségrégées dans l'alliage d'aluminium 319. La formation de ces phases dépend du rapport massique Mn/Fe. Plusieurs auteurs recommandent un rapport Mn/Fe = 1/2 ou 1/1.5 pour assurer une cristallisation complète en phase α -Fe dans l'alliage 319¹⁰. Ainsi, la phase β -Fe se forme pour des niveaux de Mn inférieurs à 0.35 % alors qu'une concentration en Mn supérieure à 0.5% cause la formation des plaquettes ségrégées¹⁰.

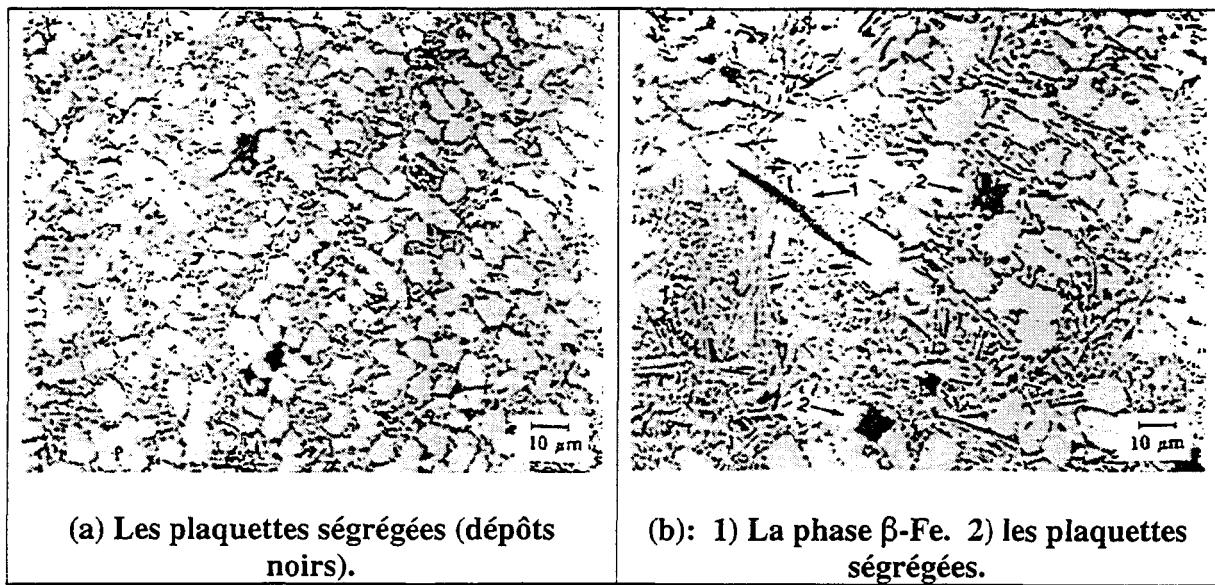


Figure 14. L'effet de la composition chimique sur la formation des intermétalliques⁹.

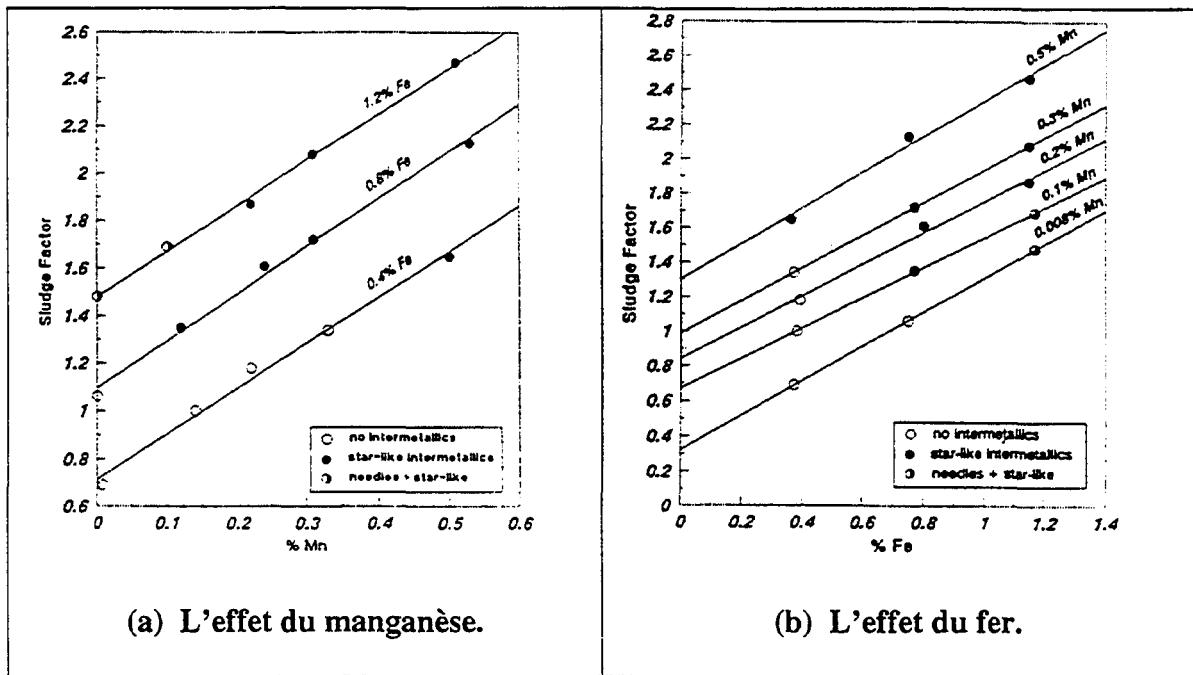


Figure 15. L'effet du Fe et du Mn sur la formation des intermétalliques⁹.

Le magnésium est non seulement un agent modifiant, mais il influence la formation des intermétalliques. En plus de son effet sur la limite élastique, le magnésium affecte la quantité et le type des intermétalliques de fer dans les alliages hypoeutectique de fonderie Al-Si-Mg et affecte leurs ductilités⁸. Il augmente aussi la fluidité de l'alliage.

2.2.4.2 L'effet de la température de formation des plaquettes ségrégées

Les plaquettes ségrégées sont instables selon les lois de la thermodynamique⁹. La température de dissolution des plaquettes ségrégées augmente lorsque la quantité du fer augmente. Cependant, Lakshmanan *et al.* ont montré que le facteur de ségrégation est le paramètre le plus important dans la cristallisation des plaquettes ségrégées et que ce facteur dépend du pourcentage du silicium¹⁰. La valeur critique du facteur de ségrégation estimée par Lakshmanan *et al.* est de l'ordre de 2.1 pour les alliages 319 et 413.

2.2.4.3 L'effet du taux de refroidissement sur la formation et la morphologie des intermétalliques

La plupart des intermétalliques existent sous forme de grosses particules lorsque le refroidissement est lent. La quantité et le pourcentage volumique des composantes augmentent significativement avec la diminution du taux de refroidissement. Une grande quantité d'écriture chinoise se forment lorsque le taux de refroidissement est de 0.1°C/s avec un pourcentage de fer de 0.4%⁹. Les larges plaquettes (β -Fe pré-eutectique) et les particules polygonales (α -Fe pré-eutectique) se forment à de très bas taux de refroidissement.

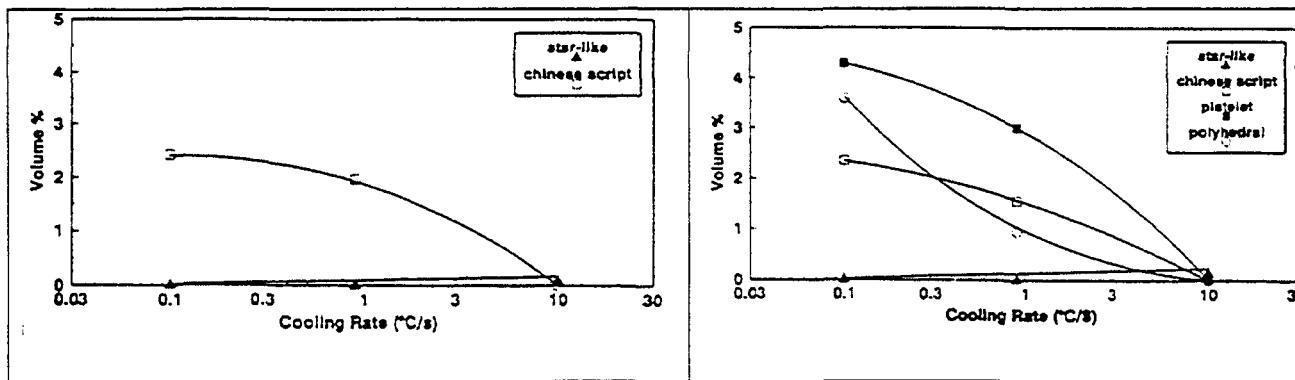


Figure 16. Effet du taux de refroidissement sur la formation des intermétalliques⁹

Il faut noter qu'en raison du gradient de température, la densité locale de la phase β -Fe augmente, en allant de l'extérieur vers l'intérieur de l'échantillon pour un même taux de refroidissement. Lakshmanan et *al.*¹⁰, soulignent la dominance de la phase β -Fe pour un refroidissement lent. Pour les alliages d'aluminium 319 contenant 1% de fer et 0.5% de manganèse les composantes du fer cristallisent entièrement en écriture chinoise lorsque le taux de refroidissement est de l'ordre de 0.1 K/s¹⁰. Cependant, lorsque le taux de refroidissement augmente la quantité de la phase β -Fer augmente et celle de la phase α -Fe diminue (voir figure 16).

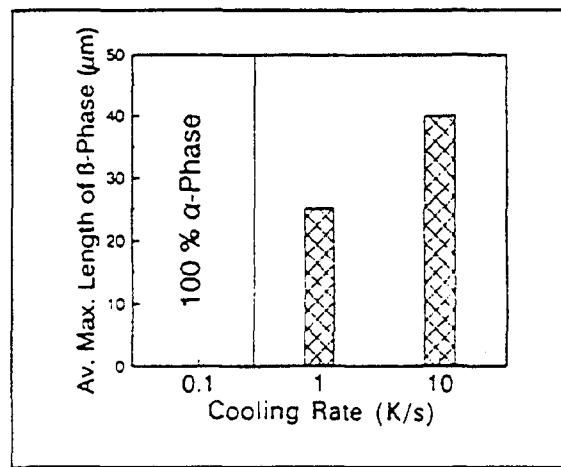


Figure 17. L'effet du taux de refroidissement sur la formation des intermétalliques¹⁰.

2.2.4.4 L'effet du traitement thermique sur les intermétalliques

Il est difficile de profiter de l'effet d'un seul paramètre pour modifier la morphologie, la quantité et la nature des intermétalliques dans un alliage donné. L'effet du magnésium combiné avec un traitement thermique donne un durcissement structural, ce qui se traduit par l'augmentation de la résistance mécanique comme (tableau 5).

Tableau 5. L'effet du magnésium sur la limite élastique apparente pour l'alliage Al-7Si-Mg, vieillis pendant 6 heure à la température 170°C⁸

% de magnésium en poids	Limite élastique apparente en MPa	Dureté en VHN
0	~ 40	
coulée brute	57 ± 3	
0.3	236 ± 7	111
0.4	273 ± 9	121
0.7	296 ± 8	134

Pour assurer des propriétés mécaniques optimums les traitements thermiques conventionnels dans les alliages Al-Si sont limités aux processus de durcissement structural dû à la présence des particules de la deuxième phase et la sphéroidisation des particules de silicium ¹¹. Les intermétalliques du fer présents dans les alliages Al-Si sont supposés être stables car ils ne sont pas solubles durant le traitement thermique conventionnel c'est à dire à l'équilibre.

La dissolution des intermétalliques de fer pendant le traitement thermique hors-équilibre a été étudiée par plusieurs chercheurs ^{16, 30, 31}. La dissolution des intermétalliques est favorisée lorsque la température de la mise en solution augmente. Le traitement thermique hors-équilibre augmente la résistance mécanique des alliages Al-Si riche en fer, mais il est limité par la température de mise en solution. Au-dessus de cette température une grande quantité de la phase liquide se forme résultant de la fusion des frontières des grains et des dendrites. La température optimale de la mise en solution pour l'alliage Al-6Si-3.5Cu-0.3Mg-1Fe se trouve dans l'intervalle de température 515°C et 520°C (figure 18).

En l'absence du manganèse, et pour trois températures de mise en solution 485°C, 515°C et 535°C, on observe que la phase β -Fe ne change pas de forme ni de taille à la température 485°C. Cependant, à la température 535°C, la phase β -Fe devient grosse et sphéroïde après la dissolution et la fragmentation initiale ¹¹.

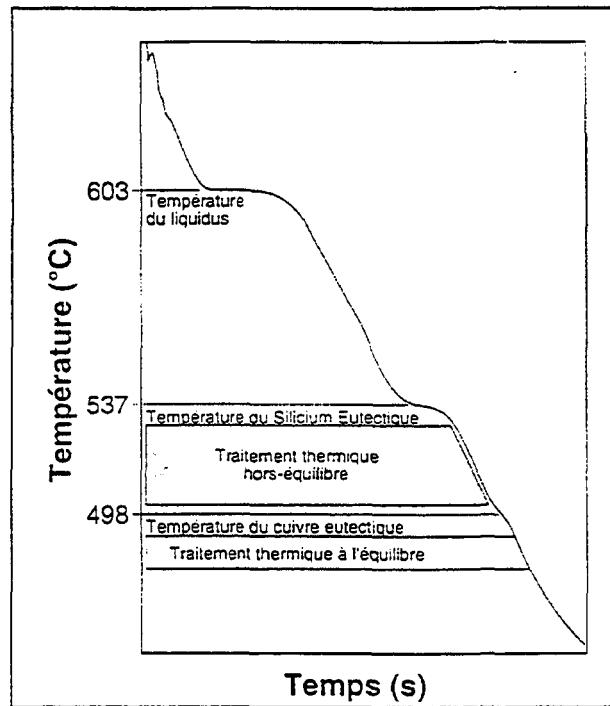


Figure 18. Température de la mise en solution à l'équilibre et hors-équilibre d'un alliage Al-Si-Cu¹¹.

En présence du manganèse il n'y a pas de changement dans les processus de sphéroidisation de la phase de silicium. La phase de cuivre commence à se dissoudre rapidement lorsque la température est supérieure à 500°C. La phase β -Fe se dissout doucement et de manière non uniforme le long des bordures à partir de la température de 500°C (figure 19). La phase α -Fe est plus stable que la phase β -Fe car elle ne subit pas de transformation dans de telle condition comparativement à la phase β .

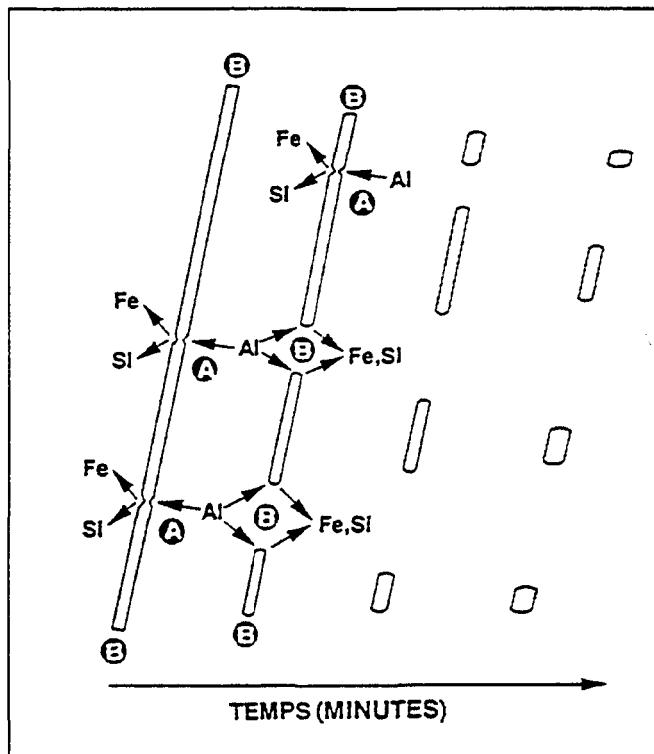


Figure 19. Le mécanisme de fragmentation de la phase β -Fe¹¹.

Villeneuve et Samuel ont trouvé un autre processus de fragmentation de la phase β (figure 20). La dissolution des aiguilles/plaquettes, selon Villeneuve et Samuel, se produit par la réjection du silicium le long de celles-ci, causant la décomposition de la phase β - Al_5FeSi en Al_6Fe . Les alliages Al-Si sont ainsi complètement sphéroidisés suite à une surchauffe et coulée dans un moule métallique²⁰.

Les propriétés mécaniques sont modifiées par les traitements thermiques. L'addition du fer diminue la limite élastique, la résistance à la traction et l'elongation pour tous les niveaux du taux de refroidissement. Les traitements hors-équilibre améliorent la résistance chez les alliages qui contiennent une grande quantité de fer, en les égalant à ceux de basse teneur en fer (figure 21).

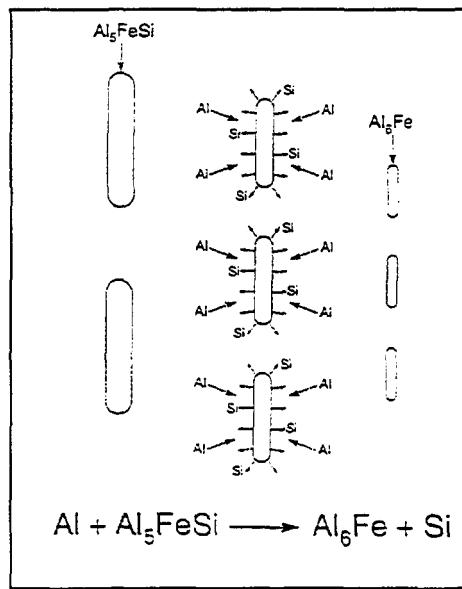


Figure 20. Processus de fragmentation de la phase β ¹³.

Bian et al.¹⁴ ont conclut que la sphéoridisation des intermétalliques du fer dans les alliages Al-Si, Al-Mg et Al-Zn se fait par l'addition de l'alliage mère Al-10%Mn-2%Ti. La résistance à la traction augmente à la température ambiante et à 300°C elle augmente de 30% lorsqu'on ajoute l'alliage mère Al-10%Mn-2%Ti à l'alliage Al-Si contenant 1.4% de fer avec un gain de 80% dans l'élongation. En outre, TiAl agit comme site de germination des composantes de fer en les transformant en une forme sphéroïde.

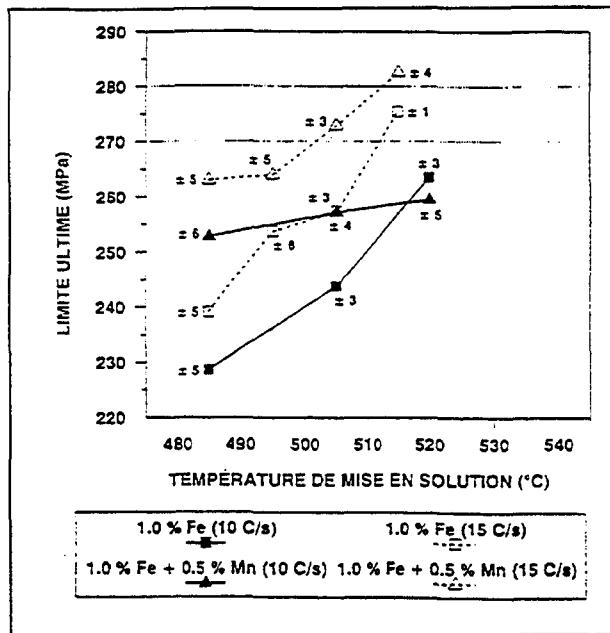


Figure 21. L'effet du traitement thermique hors-équilibre sur la limite ultime de l'alliage 319.¹³

2.3 La surchauffe

L'augmentation de la température de fusion a été proposé pour éliminer la phase β -Fe, qui est nuisible aux propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. La surchauffe transforme la phase β -Fe en écriture chinoise^{10,16,17,18,19}. La surchauffe et une solidification rapide diminuent l'espace interdendritique, la taille des constituants de l'eutectique et des premières phases aussi que la taille des grains et ce malgré l'augmentation du temps réel de refroidissement¹⁶. Mondolfo et Barlock¹⁶ ajoutent que les alliages d'aluminium contiennent un catalyseur de germination qui agit au point de surfusion nul, et lorsque la surchauffe dépasse 500°C, la taille et possiblement le nombre des particules de germination sont réduits mais ne les éliminent pas complètement. Ces deux chercheurs ont utilisé des échantillons de 20 g pour étudier le phénomène de surchauffe; probablement pour éviter le

phénomène de fluidité des alliages d'aluminium à haute concentration en fer, lorsqu'on coule des masses d'alliage supérieures à 1kg dans les moules « Stahl » préchauffé à 450°C. L'alliage utilisé par Mondolfo et Barlock¹⁶ contient 0.15% de cuivre, 0.52% de fer, moins de 0.01% de magnésium, 1.04% de manganèse et 0.16% de silicium. Cependant, Crepeau¹⁹, souligne que la surchauffe des alliages d'aluminium augmente la concentration d'hydrogène et les inclusions d'oxydes. Crepeau¹⁹ ne mentionne pas le type d'alliage dont-t-il s'agit. Le mécanisme derrière la contamination de l'alliage en fusion peut expliquer l'effet de neutralisation, transformation de γ -alumina et les inclusions en α -alumina. Apparemment, la phase β germe sur les fines inclusions γ -alumina, qui sont absents après une surchauffe suffisante¹⁹. La figure 22 montre une courbe de refroidissement typique¹⁶. Elle indique quatre intervalles de temps et deux intervalles de température :

- 1) t_c = le temps de refroidissement : le temps écoulé entre le moment de la coulée et le début de solidification.
- 2) t_f = le temps de solidification : le temps écoulé du début et la fin de solidification, après la surfusion.
- 3) t_b = le temps de stabilisation : le temps entre le début de la surfusion et le nivelllement avec la courbe de refroidissement.
- 4) t_s = le temps de solidification totale.
- 5) ΔT_s = la différence entre la température de coulée et la température de solidification, mesurée sur le plateau de la courbe de refroidissement.

- 6) ΔT_u = surfusion : la différence entre la basse température atteinte avant le début de la solidification et le plateau horizontal de la courbe de refroidissement.

En général on note que le phénomène de la surfusion est plus net lorsque le refroidissement est lent.

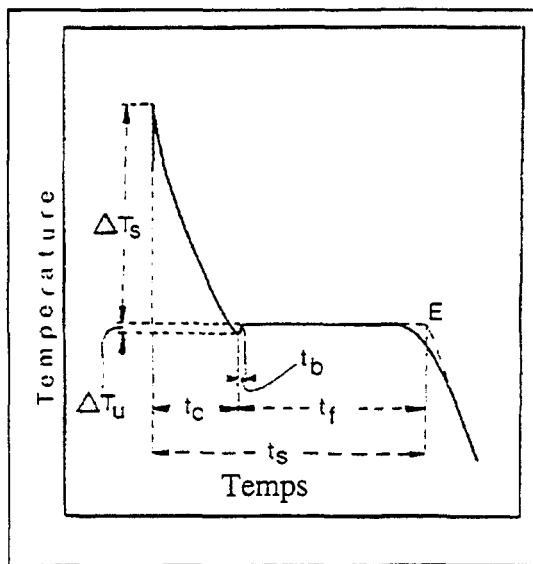


Figure 22. Courbe de refroidissement typique

ΔT_s = niveau de surchauffe, ΔT_u = niveau de surfusion, t_c = le temps de refroidissement, t_b = le temps de stabilisation, t_f = temps de solidification, t_s = le temps total de solidification, E = fin de la solidification (corps pur ou alliage eutectique)¹⁶.

Le temps de refroidissement est proportionnel à l'augmentation du temps de surchauffe et du temps de solidification. Tant que la surchauffe augmente, d'autant que le moule ou la fournaise se chauffe et d'autant sa capacité thermique est réduite¹⁶. La figure 23 illustre la variation de l'espace interdendritique en fonction de la surchauffe. En effet,

dans les trois cas l'espace interdendritique diminue lorsque la température de surchauffe augmente.

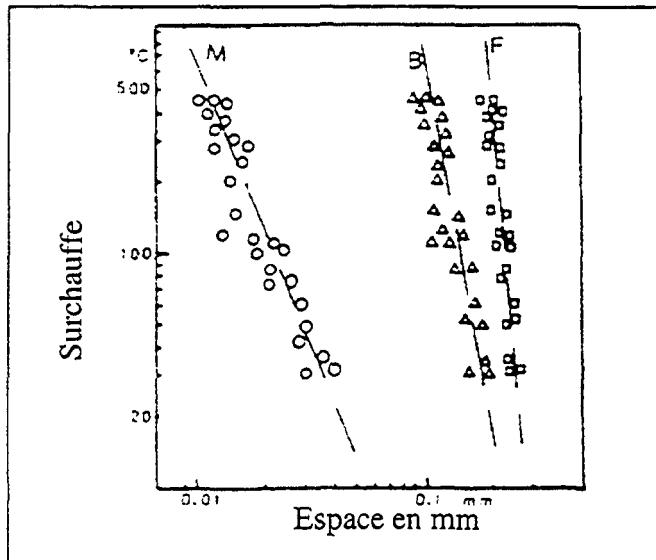


Figure 23. L'espace interdendritique en fonction de la surchauffe (M = moule métallique, B = moule en brique, F = refroidit à l'intérieur de la fournaise¹⁶.

Lakshmaman *et al*¹⁰ rapporte que la surchauffe est plus efficace pour raffiner la phase α que l'ajout du manganèse dans les alliages 319 contenant 1 % de fer. La surchauffe est utile non seulement dans la transformation de la phase β en écriture chinoise, mais aussi dans la réduction de la taille des intermétalliques. À la température de 750°C, les intermétalliques de fer se cristallisent principalement en phase α pour une concentration de manganèse de 0.5%. Au-dessus de 850°C, la phase α est différenciée et ségrégée. Pour Lakshmaman *et al*¹⁰ la raison du changement de la morphologie est inconnue. Cependant, pour un taux de refroidissement de 0.1 K/s, les particules ségrégées sont absentes, et on note seulement une distribution fine de la phase α de forme uniforme. Pour une

concentration de manganèse de l'ordre de 0.7%, les particules ségrégées se cristallisent lorsque la température de 750°C est atteinte, et qu'il est refroidit à un taux de 0.1 K/s. Cependant, à la température de 850°C, la quantité de particules ségrégées est radicalement réduite. La solidification à un taux de refroidissement élevé (10 K/s), à partir de la température de surchauffe de 850°C, transforme les intermétalliques de fer en particules ségrégées grossières. Pour des taux de solidification faibles (0.1 K/s) la phase α est très fine et les particules ségrégées disparaissent. Il est donc conseillé de limiter la température de surchauffe à 750°C lorsque le moulage est fait par un processus qui utilise des hauts taux de solidification et avantager la température de surchauffe à 850°C si le moulage est produit à de faible taux de solidification. Pour l'alliage Al-6%Si-0.4%Fe les intermétalliques de fer se cristallisent en écriture chinoise à une température de surchauffe 790°C. Awano et Shimizu ¹⁸ ont travaillé sur les type d'alliages suivants : Al-6%Si-0.4%Fe, Al-6%Si-0.5%Fe et Al-6%Si-0.55%Fe. Pour l'alliage Al-6%Si-0.4%Fe, les intermétalliques se cristallisent en écriture chinoise au-dessus d'une température de 790°C. Une faible quantité de la phase β dans est retrouvée dans l'intervalle de température [790°C, 815°C] (voir figure 24).

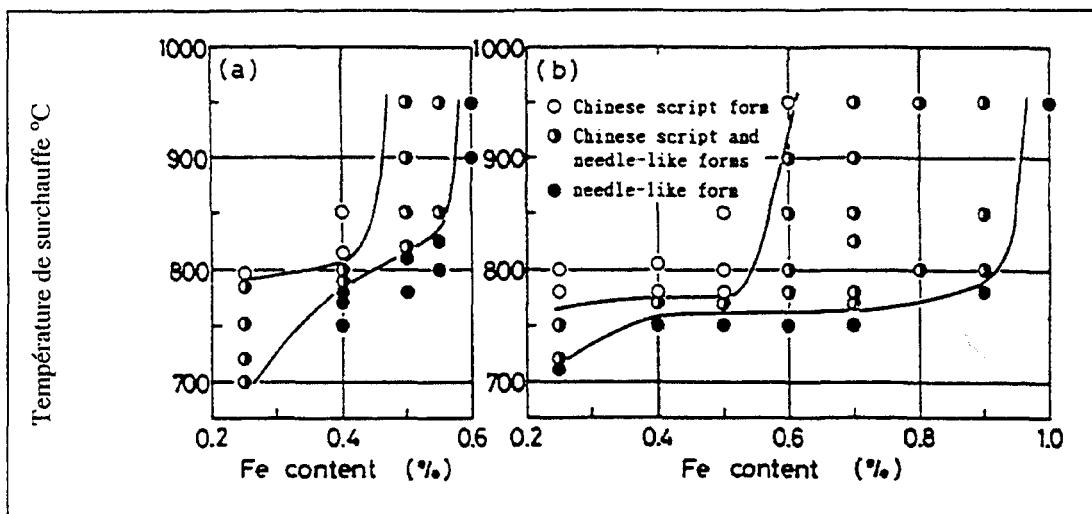


Figure 24. Effet de la surchauffe et du fer sur les structures cristallisées des intermétalliques du fer pour l'alliage hypoeutectique Al-Si.¹⁸
 a) alliage Al-6%Si-Fe, b) Al-11%Si-Fe.

Lorsque la température de surchauffe est supérieure à 815°C, les intermétalliques se cristallisent en phase α seulement. Lorsque la concentration en fer est de 0.5% et 0.55% et que même si la température de surchauffe de 950°C est dépassée, Awano et Shimizu ont constaté la présence des deux phases α et β , contrairement à Lakshmaman *et al*¹⁰. Ces derniers ont utilisé le même alliage avec une concentration en fer de 1%. Ils ont observé qu'à 750°C seule la phase α cristallise, cependant il contient 0.5% de manganèse. Probablement cette différence de comportement est due à ce que l'alliage utilisé par Shimizu et Awano ne contenait pas de manganèse.

2.3.1 Les effets de l'historique thermique et le temps de maintien

Plusieurs chercheurs ont essayé de déterminer si le changement dans la forme des intermétalliques du fer, dans l'alliage Al-6%-0.4%Fe, est affecté par l'historique thermique du métal en fusion après la surchauffe. Après une surchauffe à 850°C, l'historique thermique a été changé selon le plan suivant ¹⁸:

- 1) une coulée instantanée de 850°C après un chauffage jusqu'à cette température;
- 2) après un chauffage à 850°C, le métal en fusion est coulé à l'air à 700°C;
- 3) après une surchauffe à 850°C, le métal est maintenu à cette température pendant 20 minutes, puis la four amené à la température de 750°C. L'alliage en fusion est maintenu pendant 120 minutes à 750°C. Puis refroidit à l'air jusqu'à 700°C, puis coulé à cette température.
- 4) Après avoir été maintenu à 850°C pendant 10 minutes, le four est amené à 650°C, et le métal en fusion est maintenu à cette température pendant 370 minutes, puis ramené à 700°C et coulé.

Dans tous les cas, c'est la phase α qui se forme. Ainsi, il est confirmé que la morphologie des intermétalliques n'est pas altérée par le changement de l'historique thermique ¹⁸. Shimizu et Awano ont étudié aussi la relation entre ce phénomène et le taux de réaction dans l'état liquide, en maintenant la température de surchauffe de l'alliage Al-6%Si-0.4%Fe, pour une durée plus longue. L'alliage a été surchauffé à 780°C et maintenu pendant 10 minutes ou 460 minutes à cet température, et refroidit à l'air jusqu'à 700°C, puis coulé dans le moule. Quelques intermétalliques du fer en écriture chinoise se forment dans le moule coulé après avoir été maintenu pour 10 minutes à 780°C, et que le

composant n'augmente pas, même s'il est maintenu pour un intervalle de temps plus long¹⁸. Les résultats obtenus par Shimizu et Awano¹⁸ montrent que le changement dans la forme des intermétalliques de fer n'est pas affecté par l'historique thermique du métal liquide, si une fois ce dernier est surchauffé à la température pour laquelle les intermétalliques du fer cristallisent en écriture chinoise. Ceci suggère que la surchauffe cause un changement irréversible dans les propriétés du liquide pour supprimer la cristallisation des intermétalliques du fer en phase β .

2.3.2 L'effet de la surchauffe sur les propriétés mécaniques

Shimizu et Awano¹⁸ ont trouvé que la dureté des alliages traités avec un traitement thermique T6, ne change pas (100 VHN). La dureté est indépendante de la concentration en fer et de la température de surchauffe. Dans le cas des moulings obtenus sous-pression, les composantes en AlFeSi qui se forment en écriture chinoise ne se présentent pas en une forme particulière comme on le voit dans les coulées dans un moule de sable, bien qu'elles soient distinguables de la forme de la phase β et des lignes droites. La résistance à la traction pour tous les niveaux de fer, a été altérée par l'élévation de la température de surchauffe de 750°C à 850°C. Cependant, la ténacité a été remarquablement augmentée. La réduction de la surface des barreaux de traction pour 0.5% de fer était trouvée égale à celle pour 0.1% fer (voir figure 25). L'augmentation de la ténacité est due à la diminution de l'effet des entailles du composant AlFeSi cristallisé. Comme Shimizu et Awano¹⁸ n'ont pas combiné l'effet du manganèse dans cette partie de leur travail, la majeure partie des intermétalliques de l'alliage contenant 0.5% de fer se cristallise en écriture chinoise

lorsqu'il est surchauffé à 850°C. Alors que pour la température de 750°C, les intermétalliques cristallisent en phase α et β . L'augmentation de la ténacité est due non seulement à la cristallisation des intermétalliques en écriture chinoise (lorsque l'alliage est surchauffé à 850°C) mais aussi à la réduction de la taille des composantes en forme des aiguilles.

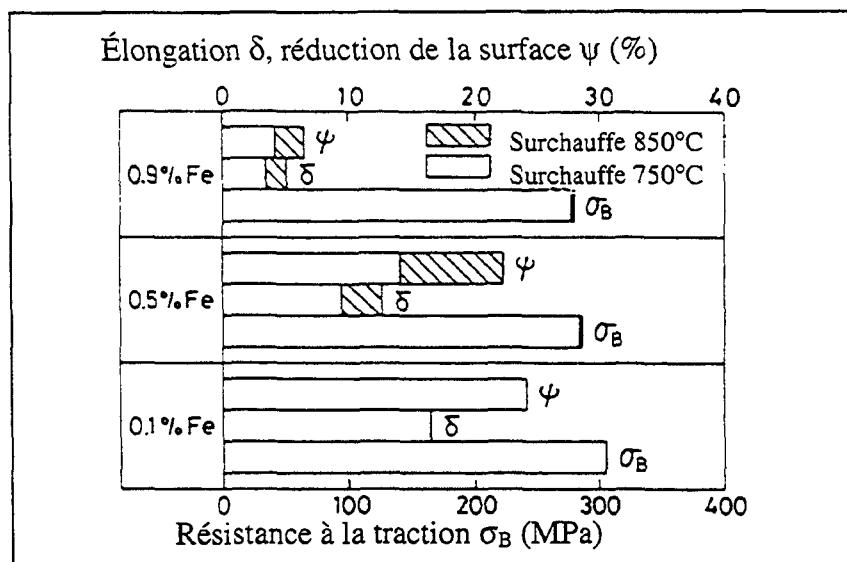


Figure 25. Effet du fer sur les propriétés mécaniques des barreaux de traction après traitement T6 de l'alliage Al-7%Si-0.3%Mg, surchauffé à 750°C et 850°C ¹⁸.

2.4 Modification/neutralisation des intermétalliques

Les traitements thermiques, la solidification rapide, l'addition des éléments d'alliages et la surchauffe sont des méthodes utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. La surchauffe et l'addition des éléments d'alliages modifient souvent la nature des intermétalliques. La surchauffe a deux effets : elle permet la

transformation de la phase β en la phase α , la sphéroidisation et la réduction de la taille des intermétalliques.

2.4.1 Le taux de solidification

Le taux de solidification influence les types d'intermétalliques de fer qui se forment ainsi que leur taille et leur forme. L'influence du fer sur la résistance à la traction et l'elongation est plus marquée lorsque la solidification est lente¹. Dans les régions les plus froides les particules de Cu_2FeAl_7 qui se forment sont de petites tailles et dispersées, plus ou moins sur toute la structure. Cependant, lorsque le métal liquide subit une solidification lente, ces particules sont grossières et elles sont plus concentrées à la frontière des grains, détériorant ainsi les propriétés mécaniques de l'alliage¹. Avec un refroidissement rapide, le taux de croissance est de 1 mm/s ou plus large et le silicium devient fin et prend une structure fibreuse²¹. Les fibres sont lisses dans une forme non-facettée. La densité des macles ne change pas significativement et les fibres se ramifient et s'interconnectent. Lorsque le taux de refroidissement augmente, le taux de surfusion augmente d'où la quantité de chaleur dégagée qui limite le taux de croissance des germes. Lors d'une trempe à l'eau (solidification très rapide), le métal solide obtenu montre des structures très fines^{22,23}. Pour certains taux de refroidissement, la surfusion trouvée n'est pas liée à la germination mais à la croissance. L'augmentation du taux de refroidissement du moule métallique, précipite les intermétalliques du fer en écriture chinoise, avec une phase β non visible dans la microstructure. Avec un taux de refroidissement très élevé (incluant les conditions de coulée sous pression), par une trempe à l'eau, seulement la phase α pré-

dendritique est observée, située à l'intérieur des dendrites α -Al. En plus, un haut taux de refroidissement cause une large dépression de l'ordre de 4.1°C et abaisse les deux températures de surfusion, T_{N1} et T_{N2} , respectivement, par 8°C et 5°C ²².

Pour des taux de refroidissement élevés, la structure des dendrites est fine dans les alliages hypoeutectique Al-Si²⁷. L'eutectique a une structure aciculaire (aiguilles) et il contient de larges plaquettes fragiles de silicium qui diminue la ductilité, ce qui se produit lors d'un refroidissement lent dans le moule de sable. L'alliage A319.2 présente des porosités associées à la phase β , dues à des problèmes de remplissage inadéquat, plutôt que l'effet d'une véritable micro-contraction. La phase β bloque complètement tous les flux du métal liquide, créant ainsi les porosités observées²². La microstructure de l'eutectique de l'alliage A413, obtenue lors d'une coulée dans le moule métallique, a une structure très fine et les composantes intermétalliques en forme d'étoile sont de petites tailles^{26,27}. L'analyse thermique pour le moule métallique est utilisée, selon Tenekedjiev et Gruzleski²⁴ pour contrôler de la microstructure de l'eutectique des alliages d'aluminium 319.2, 355.2, 356.2, 357.1, 380.2 et 413.2. Les alliages obtenus par un refroidissement lent (moule de sable), possèdent des propriétés mécaniques basses. Un traitement thermique permet de raffiner les grains et améliorer leurs propriétés mécaniques²⁵. Les essais mécaniques sont réalisés avec des barreaux coulés dans un moule métallique standardisé. Cependant, pour obtenir un moulage optimum, le moule métallique est préchauffé à une température bien déterminée.

D'autres chercheurs, comme Shabestari et Gruzleski²⁶, ont étudié l'effet combiné du taux de refroidissement et l'addition des éléments de trace dans les alliages

d'aluminium. Cependant, l'influence des éléments modificateurs demeure faible devant celle des conditions de solidification qui jouent un rôle essentiel ²⁹. L'aluminium représente 85% à 90% des alliages Al-Si. Le silicium est ajouté à l'aluminium pur pour améliorer sa fluidité, et ses caractéristiques de moulage, diminuer sa contraction lors du refroidissement et augmenter sa résistance à la cassure à chaud ²⁷. La densité de l'aluminium est de l'ordre de 2,7 g/cm³, ce qui représente le tiers de celle de l'acier et du cuivre. La densité du silicium est de 2.3 g/cm³, ce qui améliore la légèreté de l'aluminium, une fois ajouté à ce dernier.

2.4.2 Influence du strontium et le sodium

Le strontium (Sr) ou le sodium (Na) sont utilisés pour disperser finement le silicium dans les alliages Al-Si ²⁷. L'ajout strontium ou le sodium affecte la morphologie du silicium des alliages de fonderie Al-Si et influence les changements de la microstructure lors des traitements thermiques. Il y a des raisons pour croire que l'addition du strontium et du sodium permet la réduction du traitement thermique pour obtenir les mêmes propriétés, ce qui économise de l'énergie. Sans modification, l'eutectique a une forme aciculaire et contient des plaquettes larges de silicium qui détériorent la ductilité de l'alliage. La structure de l'eutectique Si après l'addition du strontium devient fibreuse. Ces fibres apparaissent sous forme de particules individuelles de petites tailles, mais en réalité elles sont interconnectées comme la structure du corail ou les algues. L'effet du strontium ou du sodium combiné avec l'effet du traitement thermique réduit le temps de mise en solution lors du traitement thermique qui est compris entre une heure et huit heures pour le

silicium²⁷. La sphéroidisation et le grossissement des phases discontinues, surviennent à des températures élevées car l'énergie interfaciale d'un système diminue avec la réduction de la surface interfaciale par unité de volume des phases discontinues²⁷. La réduction de l'énergie interfaciale est la force motrice des processus de sphéroidisation et de grossissement qui sont contrôlés par la diffusion. Le changement dans la taille et la morphologie de la phase discontinue du silicium influence fortement les propriétés mécaniques de l'alliage. Le processus de la sphéroidisation ou la granulation du silicium par le traitement thermique, se fait en deux étapes²⁷:

- fragmentation ou dissolution de la phase eutectique silicium (Si), sous forme de branches initialement,
- sphéroidisation des branches séparées.

Dans les étapes initiales de la mise en solution lors du traitement thermique, les particules du silicium non modifiées, subissent un pelotage et se séparent en segments qui gardent leurs morphologies originales (figure 26-a). La taille moyenne des particules diminue et les segments fragmentés sont éventuellement sphéroidisés, due à la séparation. La sphéroidisation et le grossissement (forme globulaire) de l'eutectique du silicium interviennent simultanément lors de la seconde étape²⁷. Cependant, l'antimoine conduit à une structure lamellaire du silicium eutectique, et non globulaire²⁹. La modification facilite la fragmentation et elle tend à promouvoir le branchement du silicium eutectique. Par conséquent, le taux de sphéroidisation peut être plus rapide dans les alliages modifiés (figure 26-b).

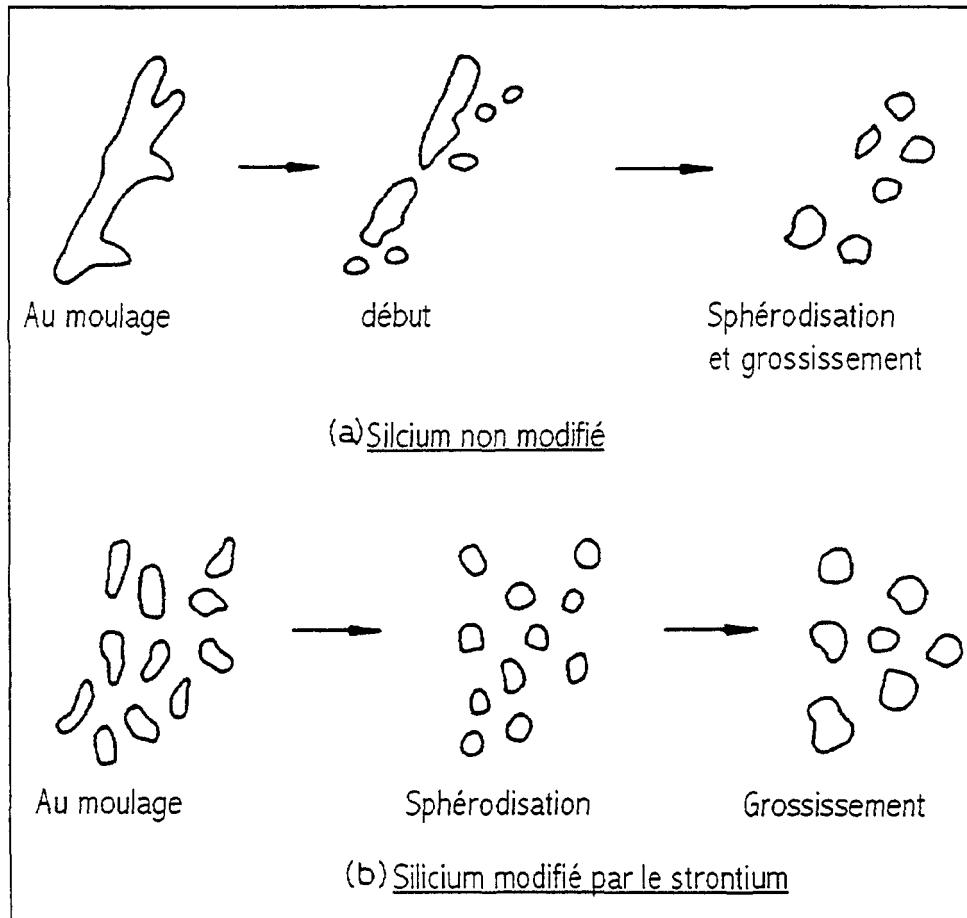


Figure 26. Caractérisation schématique des trois étapes de sphérodisation et de grossissement de la phase Si²⁷.

Le taux de sphérodisation de la phase de silicium eutectique est plus rapide chez les alliages modifiés et dépend de la taille des segments fragmentés. Cet effet est induit par l'augmentation de la force motrice fournie par la structure plus fine de la phase eutectique silicium²⁷. Les paramètres utilisés pour quantifier les changements dans la microstructure de la phase eutectique de silicium sont la surface, le périmètre, le diamètre moyen, le facteur de forme et le rapport entre la longueur et la largeur.

Les trois premiers paramètres caractérisent la taille des particules de silicium alors que les deux derniers paramètres sont utilisés pour évaluer leur forme.

Dans les alliages mères (3 à 10% de strontium), la plus grande partie du strontium est contenue sous forme d'aluminides de strontium (Al_4Sr) ²⁸. Le taux et le degré de modification dépendent des facteurs cinétiques suivants :

- le taux de dissolution des particules Al_4Sr ;
- 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 la croissance des cristaux de silicium et les modifie,
- le strontium réagit en partie avec le phosphore pour former le phosphoride de strontium réduit le mode des activités de modification ²⁸.

La fragmentation de la phase β dans l'alliage A413 est évidente lorsqu'on ajoute 0.04% de strontium ²⁶. Lorsqu'on atteint la valeur de 0.08% de strontium ajouté, la phase β est relativement fine et mince. La valeur optimale de strontium est comprise entre 0.04 et 0.06%. Le strontium réduit aussi la taille de la phase α et les plaquettes ségrégées et il transforme aussi la phase β en écriture chinoise ²⁶. De plus, une quantité de 200 ppm de strontium réduit la phase β en petit fragment ³⁰. Samuel *et al.*³² affirment que le strontium tend à dissoudre la phase β -Fe dans la matrice de l'aluminium sans la transformer en une autre phase intermétallique.

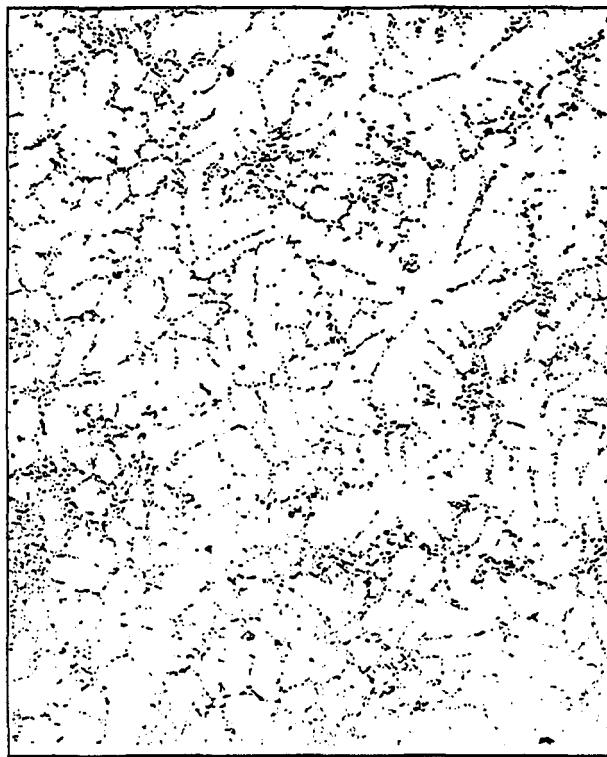


Figure 27. Dendrites de solution solide d'aluminium sur fond d'eutectique Al-Si modifié et globulisé (x100, 0.043% de Sr)²⁹.

Jacob²⁹ souligne l'importance de la pratique de l'élaboration du métal liquide. En effet, le choix des éléments modificateurs doit se faire également en considérant l'aspect pratique que revêt leur introduction. Le strontium a toujours conduit au gazage dans les essais de Jacob, l'utilisation de l'alliage mère au lieu du strontium métallique diminue ces risques de gazages, mais ne les supprime pas entièrement. Le strontium est semi-permanent. La figure 27 illustre la modification de l'eutectique Al-Si, obtenue par Jacob. La figure 28 montre les résultats d'un essai de maintien de l'alliage liquide pendant 5 heures 30 minutes à 750°C, fait par Jacob, les baisses en teneur sont appréciables après 2 à 3 heures.

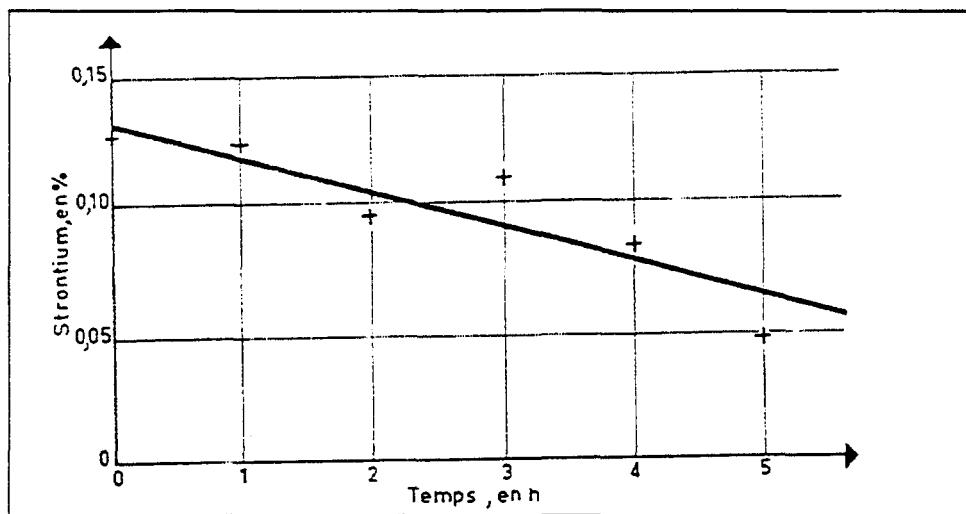


Figure 28. Teneurs en strontium en fonction du maintien à l'état liquide²⁹.

La modification au strontium et au sodium a deux effets antagonistes. Lorsque la concentration en ces éléments croît, l'eutectique devient plus fin, mais l'alimentation interdendritique devient plus difficile et la densité diminue, se traduisant par l'apparition de microretassures. En ce qui concerne les caractéristiques mécaniques, ces deux effets ont tendance à se compenser²⁹.

2.4.3 Influence du manganèse

Le manganèse tout comme le chrome, est présent sous forme d'impureté dans les alliages commerciaux Al-Si. Cet élément a un effet bénéfique car il neutralise les effets nuisibles du fer en le précipitant en phase α ³⁰ et il est plus efficace que le chrome, le nickel, le cobalt ou le molybdène. Le manganèse favorise la formation des intermétalliques quaternaires (Al-Fe-Mn-Si). Dans certaines conditions de solidification, la phase du fer peut précipiter dans trois morphologies distinctes :

- en particules polygonales ou comme des plaquettes ségrégées en forme d'étoile, leur précipitation augmente lorsque le rapport $Mn/Fe \geq 0.5$ dépendamment de la température de la formation de la phase,
- en écritures chinoises qui est moins nuisible aux propriétés mécaniques,
- en phase β , aiguilles ou plaquettes selon la coupe réalisée.

La précipitation des intermétalliques de fer, en écriture chinoise ($Al_5(Fe,Mn)_3Si_2$) ou en plaquettes ségrégées particulièrement en présence du chrome a été confirmé par plusieurs chercheurs ^{4,8,10}. Il est préférable que la concentration du manganèse soit la moitié de celle du fer (le rapport massique $Mn/Fe = 1/2$), lorsque le pourcentage en fer est supérieur à 0.45% ³⁰.

La phase β est remplacée par l'écriture chinoise lorsque le chrome est ajouté à l'alliage A356 contenant 0.5% de fer. La précipitation de la phase α -Fe en particules larges et denses (plaquettes ségrégées) est favorisée dans les alliages ³³⁹ à haute concentration en chrome ³⁰. Leur formation dépend du taux de refroidissement et de la concentration en fer, en manganèse et en chrome ³⁰. Les phases formées sont observées dans les régions dendritiques α -aluminium et interdendrites, lorsqu'on ajoute le manganèse et le chrome ³¹.

2.4.4 Influence du beryllium

Le beryllium (Be) est utilisé dans les alliages Al-Si pour réduire l'oxydation du métal liquide en tenant compte de l'augmentation de la concentration en magnésium, et il accélère les processus de durcissement lorsque l'alliage est traité thermiquement dans les conditions T6 ³⁰. De plus, le beryllium donne à l'alliage de la fluidité ce qui augmente sa

coulabilité, spécialement dans le cas des alliages d'automobile. En présence du beryllium dans les alliages Al-7% Si-0.3 % Mg-0.6 % Fe, certains auteurs ont observé la formation d'une nouvelle phase $\text{BeSiFe}_2\text{Al}_8$ qui a une forme polygonale ou écriture chinoise³⁰. Cette nouvelle phase précipite principalement dans les dendrites α -aluminium, alors que la phase β est observée dans les régions interdendritiques^{30,31}. Cependant le beryllium est utilisé en faible quantité en raison de sa toxicité (0.01-0.05%).

2.4.5 Influence du magnésium

Le magnésium est souvent utilisé dans les alliages Al-Si avec des concentrations allant de 0.07% à 0.4%, pour améliorer les propriétés mécaniques de ces alliages par la précipitation de la phase Mg_2Si . Lorsque le magnésium est ajouté à l'alliage commercial A319, la phase β - Al_5FeSi se transforme en phase $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ ³⁰. L'augmentation de la concentration du magnésium, croît la fraction volumique de cette phase³⁰. L'addition du magnésium produit une réduction de la température de la réaction silicium eutectique. L'addition du magnésium aux alliages 1XXX précipite la phase α - $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ dans la forme d'écriture chinoise allongée ou arrondie et pour les alliages A319, le magnésium transforme une large proportion des aiguilles β - Al_5FeSi en une phase compacte sous forme d'écriture chinoise $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ ³². Un exemple de l'effet des éléments de trace sur les propriétés mécaniques des alliages hypoeutectique Al-Si-0.3%Mg est illustré dans le tableau 6.

Tableau 6. Propriétés mécaniques des alliages Al-7Si-0.3Mg modifiés et non modifiés après traitement thermique³¹.

Concentration en fer %	Élément de trace ajouté	Résistance à la traction (MPa)	Limite élastique conventionnelle (MPa)	Élongation totale %
0.2	rien	270	220	4
1.0	rien	210	185	2
0.8-1.3	Cr	222	192	2
0.8-1.3	Mn	218	196	2.8
0.8-1.3	Co	205	192	2
0.8-1.3	Be	260	205	3.5
0.8-1.3	Be+Cr	268	219	2.5
0.8-1.3	Be+Mn	270	225	3.0
0.8-1.3	Be+Cr+Mn	270	218	2.5

2.5 Les métaux rares

Les métaux rares, décrit dans le tableau 7, appartiennent à un groupe de 15 éléments dans le groupe III du tableau périodique des éléments chimiques. Leur nombre atomique est compris entre 57 et 71 inclusivement et ils sont connus sous le nom de lanthanides. Du point de vue structure, les lanthanides appartiennent aux éléments de transition caractérisés par un remplissage progressif de l'orbitale 4f par des électrons à partir de 2 à 14 (dans 3 cas on a un électron dans l'orbitale 5d), en maintenant les orbitales 5s et 5p complets, respectivement deux électrons et six électrons. Tous les métaux rares ont des propriétés

chimiques similaires spécialement dans les solutions aqueuses et les cristaux hydratés. Les différences sont négligeables, par conséquent, les métaux rares forment facilement des solutions solides et des cristaux mixtes ³³. Le remplissage progressif de la couche 4f des terres rares résulte dans la diminution du rayon atomique lorsque le nombre atomique augmente. La diminution du rayon atomique est connue sous le nom *contraction des lanthanides*, cependant l'élément yttrium n'appartient pas aux lanthanides mais il est classé avec ces derniers car il partage avec eux certaines propriétés. Un mélange de lanthanides dans la forme métallique, appelés mischmetal est utilisé comme agent modifiant. La composition varie dépendamment de la source du minéral original. Le principal constituant est le cérium (50 à 55%), le lanthane (23 à 27%), le néodyme (10 à 14%), le praséodyme (4 à 7%) et le reste des terres rares varient entre 1 et 2%. Le mischmetal utilisé dans le présent travail de recherche contient 80% d'aluminium et le reste est constitué des terres rares. Le mischmetal ajouté aux alliages de magnésium, améliore la résistance au fluage, alors que chez les alliages d'aluminium, il favorise le raffinement des grains et augmente la fluidité³⁴.

Tableau 7. Les terres rares et l'yttrium³³.

Élément	Nombre atomique	Masse atomique	Valences	Oxyde
Lanthane	57	138.92	3	La ₂ O ₃
Cérium	58	140.13	3 et 4	CeO ₂
Praséodyme	59	140.92	3 et 4	Pr ₆ O ₁₁
Néodyme	60	144.27	3	Nd ₂ O ₃
Promethium	61	145.00	3	Pm ₂ O ₃
Samarium	62	150.35	2 et 3	Sm ₂ O ₃
Europium	63	152.00	2 et 3	Eu ₂ O ₃
Gadolinium	64	157.26	3	Gd ₂ O ₃
Terbium	65	158.93	3 et 4	Tb ₄ O ₇
Dysprosium	66	162.51	3	Dy ₂ O ₃
Holmium	67	164.94	3	Ho ₂ O ₃
Erbium	68	167.21	3	Er ₂ O ₃
Thulium	69	168.94	3	Tm ₂ O ₃
Ytterbium	70	173.04	2 et 3	Yb ₂ O ₃
Lutetium	71	174.99	3	Lu ₂ O ₃
Yttrium	39	88.92	3	Y ₂ O ₃

2.5.1 Les diagrammes d'équilibres

2.5.1.1 Le système ternaire Al-Ce-Fe

Le système ternaire Al-Ce-Fe a été étudié par Meissner en 1925³⁵. Meissner a utilisé la méthode Gütler "clear-cross method" en ajoutant du cérium à l'alliage Fe-Al. Les solutions solides d'aluminium dans les diagrammes de phases binaires Ce-Fe ont été simulé par la découverte des aimants métalliques³⁵. Les paramètres réticulaires et les propriétés mécaniques des alliages situés entre CeFe₂-CeAl₂ ont été publiés. Le cérium accroît la résistance mécanique des alliages Fe-Al³⁵. En raison de la faible solubilité à l'état solide des éléments de transition et des terres rares dans l'aluminium, un processus de solidification rapide des alliages d'aluminium avec le fer et le cérium est nécessaire pour éviter la formation des composantes intermétalliques. Les alliages Al-Ce-Fe obtenus par solidification rapide montrent un ensemble de phases, du système binaire Fe-Al et ternaires

stables et métastables. La composante riche en aluminium dans le système Ce-Al, avait la composition chimique CeAl_4 , mais après plusieurs recherches, la formule chimique a été corrigée. En effet il s'agissait de $\text{Ce}_3\text{Al}_{11}$ (voir figure 29).

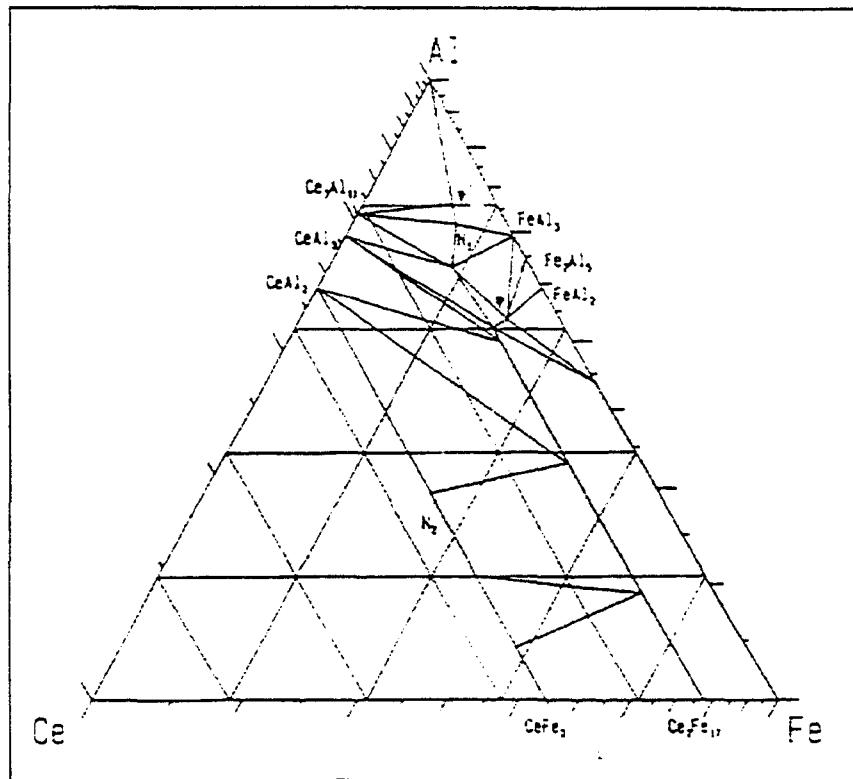


Figure 29. Le système ternaire Al-Ce-Fe, section isotherme à 500°C³⁵.

La figure 29 présente le diagramme d'équilibre du système ternaire à 500°C avec une concentration en masse atomique maximale en cérium de 33.3%. Il a été montré que CeFe_2 est insoluble dans l'aluminium. La phase N_2 ($\text{CeFe}_{1.1.4}\text{Al}_{1-0.6}$), ne fait pas l'unanimité de tous les chercheurs car elle n'a pas été trouvée par tous. Parfois la phase N_1 est retrouvée avec la composition chimique CeFe_2Al_8 .

2.5.1.2 Diagramme Al-La (aluminium-lanthane)

L'analyse des différentes phases présentes dans le diagramme d'équilibre de Al-La montre l'existence de trois phases intermédiaires. La phase LaAl_4 (56.29% en poids de La) autrefois isolé des alliages riches en aluminium, la phase LaAl_2 (73.03% en poids de La) et la phase LaAl (83% en poids de La) (voir figure 30).

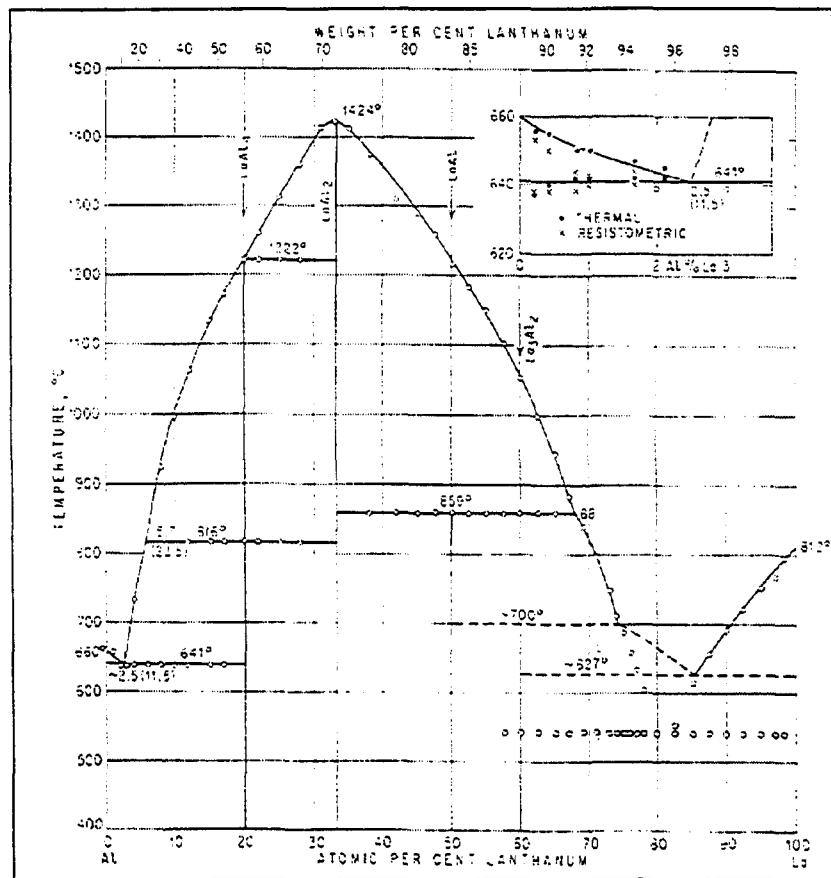


Figure 30. Diagramme d'équilibre Al-La⁵.

L'eutectique est localisé au voisinage de la concentration en masse atomique de 2.5% de La (11.5% en poids) dans l'intervalle de température 640-642 °C. Des chercheurs ont vérifié ce résultat et ils ont trouvé que la température de l'eutectique est de l'ordre de 643 °C⁵. D'après la figure 30 il n'y a pas de solubilité à l'état solide du lanthane dans

l'aluminium. En examinant les alliages riches en lanthane qui contiennent 0.55% Fe, 1.02% Mg et 0.05% Si, on trouve une nouvelle composante La_3Al_2 (88.54% en poids de La) qui est une phase peritectique à 700 °C. Cependant, la figure 30 montre qu'un eutectique LaAl-La existe pour 80% en masse atomique (95.4% en poids) de La à 542 °C, ce qui permet de situer l'eutectique La_3Al_2 -La à une température de 627 °C.

2.5.1.3 Diagramme d'équilibre Al-Ce (aluminium-cérium)

Les investigations microscopiques et thermiques ont montré que le diagramme de phase Al-Ce (figure 31) est caractérisé par l'existence de cinq phases intermédiaires qui sont:

- a) CeAl_4 (56.49% en poids de Ce), formé lors de la réaction peritectique du métal en fusion (29% en masse atomique de Ce) avec CeAl_2 à une température de 1250°C, et une seconde réaction se produit à 1005°C;
- b) CeAl_2 (72% en poids de cérium) se forme à une température de fusion maximale qui est de l'ordre de 1465°C;
- c) CeLa (83.85% en poids de Ce) se forme lors de la réaction peritectique du métal en fusion (65% en masse atomique de Ce), avec CeAl_2 à une température de 780°C;
- d) Ce_2Al (91.22% en poids de Ce) qui est formé lors de la réaction peritectique (69% en masse atomique de Ce) avec CeLa à une température de 593°C;
- e) Ce_3Al (93.97% en poids de Ce), en fusion congruente à 614°C.

Trois eutectiques existent, le premier est le Al-CeAl₄ à 2% en masse atomique de Ce (637°C), le second est le Ce₂Al-Ce₃Al à 70.7% en masse atomique de Ce (542°C); et le troisième est le Ce₃Al-Ce à 86% en masse atomique de Ce. La solubilité à l'état solide du céryum dans l'aluminium qui a été calculé est de moins de 0.05% en poids de Ce.

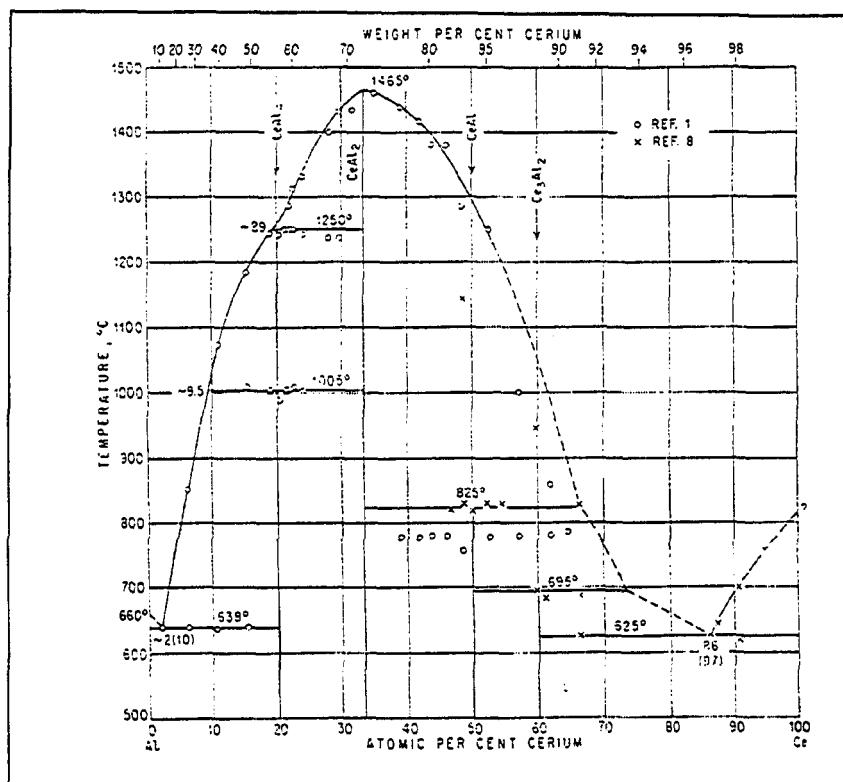


Figure 31. Diagramme d'équilibre Al-Ce⁵.

Certains chercheurs ne mentionnent pas l'existence des phases Ce_2Al et Ce_3Al dans les alliages riches en cérium contenant 53% en masse atomique d'aluminium, lorsque le cérium de plus grande pureté est utilisée. On reporte que plutôt c'est la phase Ce_3Al_2 (88.62% en poids de Ce) qui se forme lors de la réaction péritectique à 695°C (figure 31) et elle forme un eutectique avec le cérium (86% en masse atomique, 97 % en masse atomique

de Ce), à 625°C. La température de la réaction péritectique pour laquelle CeLa se forme est trouvée égale à 825°C, au lieu de 780°C.

2.5.1.4 Diagramme d'équilibre Al-Pr (aluminium-praséodyme)

Une première étude montre l'existence des phases (figure 32) suivantes :

- a) PrAl₄ (56.64% en poids de Pr), b) PrAl₂ (72.32% en poids de Pr), c) PrAl (83.94% en poids de Pr).

D'autres études superficielles, ont mis en évidence une autre composante, le Pr₃Al₂ (88.68% en poids de Pr), qui se forme lors de la réaction péritectique à 725°C. Les températures d'équilibre des trois phases diffèrent selon plusieurs auteurs. La réaction péritectique PrAl₂ + liquide \Leftrightarrow PrAl se forme à une température de 906°C ou 878°C. La cristallisation eutectique liquide \Leftrightarrow Pr₃Al₂ + Pr se forme à une température de 662°C ou 635°C⁵.

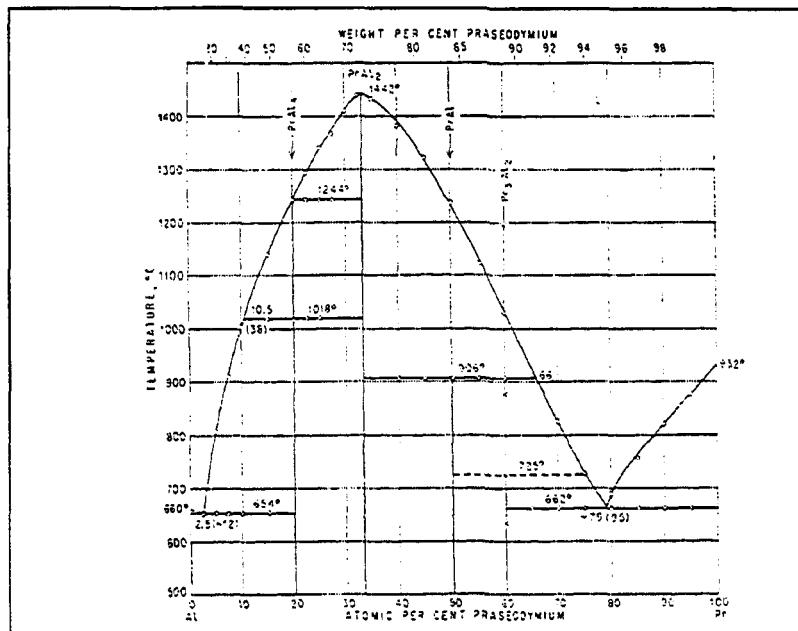


Figure 32. Diagramme d'équilibre : Al-Pr⁵.

2.5.2 Modification/Neutralisation par les terres rares

Beaucoup de travaux de recherche ^{40, 41, 42} ont été menés concernant l'utilisation des terres rares comme agent raffineur de grain pour l'aluminium pur et ses alliages ou comme agents modifiants chez les alliages de fonderie Al-Si. Les terres rares sont largement utilisés comme agents modifiants dans les alliages Al-Si mais selon des quantités différentes allant de 0.02% en poids à 3%. Comme agent raffineur de grain, l'effet des terres rares (individuellement ou sous forme de mischmetal) est moins documenté. Mais quelques publications ³⁶ faisait l'objet des effets de ces derniers sur la distance interdendritique secondaire de la phase α -Al de la microstructure des alliages de fonderie. Cette distance est très importante dans les propriétés des alliages d'aluminium forgés, aussi importante que la taille des grains des alliages de fonderie. L'effet du mischmetal et du cérium sur les propriétés d'écrouissage à chaud et mécaniques des alliages Al-Mg-Si forgés a été étudié par plusieurs chercheurs ³⁶. Les résultats expérimentaux obtenus montrent que la plasticité à chaud des alliages Al-Mg-Si, peut-être augmenté et que la dureté et la résistance peuvent être légèrement amélioré en ajoutant plus de 0.1% en poids des terres rares ³⁶. Au-dessous de cette valeur, certaines propriétés peuvent être détériorées. L'amélioration de l'usinabilité et du fini de la surface de certains alliages d'aluminium est aussi obtenue en ajoutant des terres rares. D'autres travaux qui étaient focalisés sur l'effet des terres rares sur la conductivité électrique et les propriétés mécaniques ont montré que l'ajout de 0.6% en poids de lanthane augmente non seulement la conductivité électrique mais apparemment produit une amélioration de l'elongation et la résistance à la traction. Les quantités optimales des métaux terres rares ou les types de terres rares à ajouter, restent

à déterminer. En effet, ceci amène à introduire des impuretés dans les terres rares ou endommager les propriétés de l'alliage³⁶. Les alliages commerciaux d'aluminium contiennent des quantités importantes de fer et de silicium ce qui limite l'utilisation des diagrammes binaires et ternaires aux niveaux des applications et les prédictions théoriques dans les changements des constituants des phases produites par l'addition des terres rares, dus aux manques de travaux sur les diagrammes quaternaires Al-X-Y-TR, (X et Y représentent le fer, le silicium, le cuivre, etc. et TR = terres rares). En outre, la majorité des alliages d'aluminium qui ont rapport avec les terres rares sont produits par les processus de fonderie DC, dans lesquels on utilise des taux élevés de refroidissement qui favorise la formation des phases métastables³⁶. Lorsqu'on ajoute plus de 0.5% de terres rares à l'alliage d'aluminium Al-0.12%Si-0.19%Fe, des grains mixtes et de gros réseaux de cellules dendritiques sont inhibés³⁶.

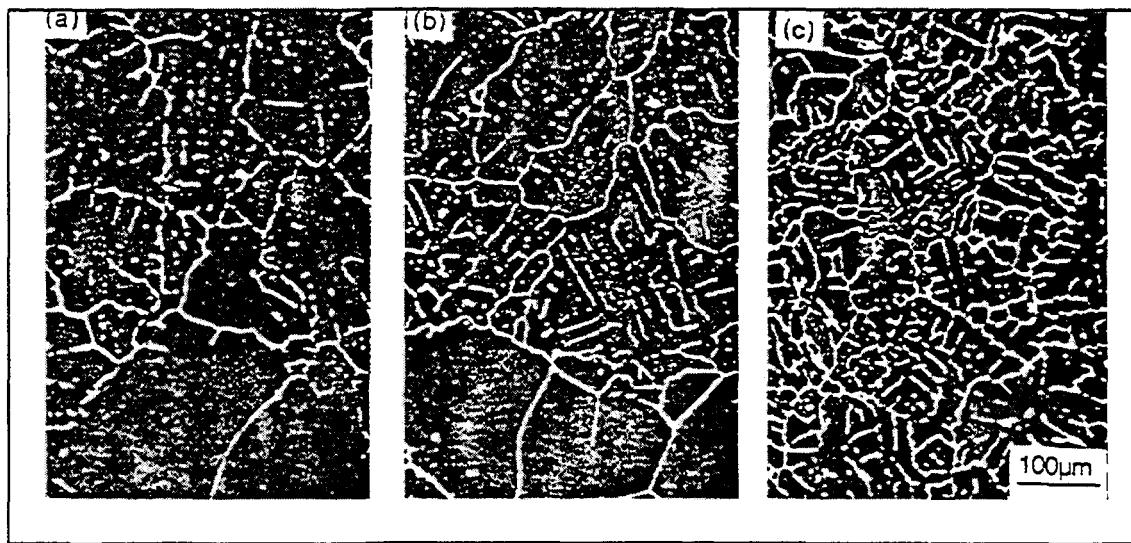


Figure 33. L'effet du cérium sur la structure dendritique de l'aluminium commercial (a- sans Ce, b- 0.29% de Ce, c- 0.98% de Ce, en poids)³⁶.

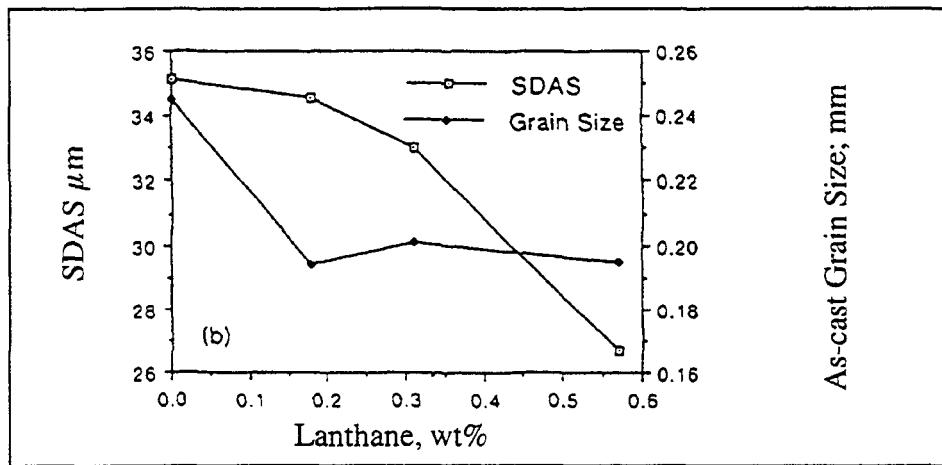


Figure 34. L'effet du lanthane sur la taille des grains sur la taille des grains (Grain size) et l'espace interdendritique secondaire (SDAS) de l'alliage d'aluminium commercial pur³⁶.

La structure brute de coulée de l'aluminium commercial est apparemment raffinée et l'espace interdendritique secondaire est diminué de 30%, lorsqu'on ajoute le lanthane et le cérium comme le montre les figures 33 et 34³⁶. Quatre composantes de terres rares ont été identifiées dans les alliages d'aluminium de fonderie contenant les métaux terres rares avec des quantités inférieures à 0.6% en poids, Ce_5Si_3 , La_5Si_3 , $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$ et $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{La}$. Une autre composante $\text{Ce}_3\text{Al}_{11}$, intervient lorsque le pourcentage en cérium dépasse 1% en poids. La formation des composantes terres rares dans les alliages d'aluminium contenant le silicium et le fer résulte en une diminution de la solubilité à l'état solide de ces impuretés dans la matrice d'aluminium, qui peut amener à une amélioration de la conductivité électrique de l'aluminium commercial pur. La quantité maximum utile des métaux terres rares à ajouter à l'aluminium peut-être estimée à partir de la formule :

$$(\% \text{ en poids des terres rares})_{\max} = (\% \text{ en poids de fer}) + 7(\% \text{ en poids de silicium})^{36}.$$

Les modifications de l'eutectique silicium par le mischmetal sont comparées à celle obtenue par le strontium au point de vue de la microstructure par Ravi *et al.*³⁷. Selon ces

derniers, le mischmetal est un mélange de terres rares qui réduit l'espace interdendritique secondaire. La diminution dans l'espace interdendritique de l'intervalle [18 μm , 25 μm] à [12 μm , 18 μm] lorsque la quantité de mischmetal augmente de 1% durant la solidification, est due à l'augmentation du taux de surfusion eutectique de 15 K, et de 25 K pour 2% de mischmetal. Il permet une germination plus importante et amène à une structure très fine aussi bien pour l'espace interdendritique que pour le silicium eutectique. La même étude montre qu'au-delà de 1% de mischmetal l'espace interdendritique n'est pas réduit, mais il augmente au même niveau qui est trouvé chez les alliages de base. La formation des composantes intermétalliques dur contenant le cérium et le lanthane dans la matrice et la consommation d'une quantité de magnésium, réduit la phase de renforcement Mg_2Si ³⁷. Cao *et al.*³⁸ ont montré qu'il est possible de modifier les phases intermétalliques riches en fer par des coulées sous pression ou en ajoutant le mischmetal. En effet, les intermétalliques de fer sont modifiés en ajoutant 1% de mischmetal (sous des conditions de pression normales) ou par des coulées sous pression sans ajout de mischmetal. Cependant, les meilleures modifications rapportées par Cao *et al.* sont obtenues par la combinaison des deux voies. La phase β dans l'alliage Al-Si-Mg-Cu, est aussi modifiée par l'addition du mischmetal mais à condition de ne pas excéder la valeur optimale car d'autres impuretés des terres rares peuvent se former. Le raffinement des cristaux de silicium primaire et la modification de l'eutectique silicium chez les alliages hyper-eutectique par les terres rares ont été observées par Zhao *et al.*³⁹. La forme de la phase prise par le silicium eutectique (les plaquettes polygonales, grossières ou fines dans l'eutectique normale et les globules chez l'eutectique modifié) dépend de la température de croissance⁴⁰. Le silicium

polygonal ou les plaquettes de silicium dans les alliages de bases sont produits par les caractéristiques habituelles de la haute température de formation. Les agents modifiants ne causent pas directement la forme globulaire chez l'eutectique modifié, mais abaissent la température de germination aux alentours de 500°C où les formes globulaires croissent naturellement. Les éléments modifiants ont une tendance à former des composantes avec la précipitation de phase à une température qui se situe sous la température normale de l'eutectique. En plus, les éléments modifiants peuvent avoir une faible tendance à former des composantes de faible solubilité et une lacune de miscibilité avec la phase du solvant. Les résultats obtenus par Sharan *et al.*⁴⁰, montrent que les microstructures non modifiées comprennent le silicium polygonal et les plaquettes de silicium grossières. Lorsque la quantité du mischmetal augmente, les plaquettes de silicium grossières sont convertit premièrement en fines plaquettes et finalement en globules (1% en poids de mischmetal). Certaines modifications de la structure de l'eutectique peut être aperçue dans des moules de sable de diamètre de 0.75-in, avec une concentration de 1% de métaux terres rares, mais pas de modification dans les larges moules de sable⁴¹. Avec un traitement de 2% en métaux terres rares, une modification complète est obtenue avec le moule graphite et de substantielles modifications de l'eutectique sont atteintes dans le moule de sable de diamètre 0.75-in⁴¹. Dans une autre publication, Sharan *et al.*⁴² mentionnent que les trois éléments Ce, La et Nd modifient partiellement la microstructure des alliages Al-Si et que les additions optimales sont respectivement 0.75%, 0.05% et 0.2%, et les effets maximums sont obtenus avec La et minimums avec Nd⁴². La microstructure de l'alliage traité avec 1% de mischmetal est constitué seulement d'une solution primaire solide et d'un eutectique

fin et globulaire. Si la dépendance de la température-forme de la phase est valide, il s'ensuit facilement que le mischmetal réduit la température de germination du silicium. De petites additions de mischmetal ne sont pas significatives, et la dépression de la température de croissance globulaire n'est possible qu'avec des additions de 1%. La solubilité maximale du cérium est de 0.05% en poids dans l'aluminium à l'état solide, alors que le lanthane n'est pas soluble à l'état solide dans la même matrice^{40,45}. De petites quantités de cérium et de lanthane, contenues dans le mischmetal se retrouvent dans la solution solide et la majeure partie réagit pour donner les composantes intermétalliques comme Al_4Ce et Al_4La ^{40,44,46}. Le cérium et le lanthane peuvent aussi réagir avec la phase de silicium précipitée pour former les composantes suivantes : Ce_3Si , Ce_2Si , CeSi et LaSi_2 . Un pourcentage de mischmetal plus élevé que celui du sodium est nécessaire pour la modification, possiblement en raison de la tendance des agents modifiants à réagir avec le solvant, qui est inhibé par la formation des composantes de silicium plus stables. La diminution de la température de germination du silicium à la température de croissance globulaire, est possible seulement avec de larges additions de mischmetal et lorsqu'une quantité suffisante des agents modifiants est présente pour réagir avec la phase de silicium.

2.5.3 L'effet des terres rares sur les propriétés mécaniques et l'usinabilité des alliages Al-Si

La modification du silicium eutectique par le mischmetal est comparée avec celle obtenue par le strontium en termes de microstructure, propriétés mécaniques et de comportement. La limite élastique conventionnelle, la résistance à la traction, le pourcentage d'elongation et la dureté (dans les conditions T6) dans l'alliage Al-7%Si-0.3%Mg augmentent par 20 % lorsque la quantité de mischmetal ajoutée ne dépasse pas

1%³⁷. La combinaison du raffinement des grains (diminution de l'espace interdendritique), modification du silicium eutectique et la formation des composantes telles que AlCe et les composantes non stœchiométriques entre Al et Si, Mg, Fe, Ce et La, améliorent les propriétés mécaniques de l'alliage. Des additions de mischmetal dépassant 1% diminuent la limite élastique conventionnelle, la résistance à la traction et le pourcentage d'elongation, cependant la dureté augmente (voir tableau 8). L'augmentation graduelle de la dureté au-delà de 2% peut-être expliquée par la formation des fines particules de composantes intermétalliques. L'augmentation de la limite élastique conventionnelle peut-être attribuée partiellement à la modification et de l'effet de renforcement produit par la dispersion fine des composantes intermétalliques dures comme Al₄Ce et Al₄La^{40,45}. Pour l'aluminium pur, Sharan mentionne qu'il y a une amélioration du pourcentage d'allongement avec des additions optimales de 0.3% de La et 0.2% de Nd; en plus il y a une amélioration de l'usinabilité pour des additions optimales de 0.5% de Ce, 0.05% de La et 0.1% de Nd. Pour l'alliage 195, on rapporte une hausse du pourcentage d'allongement avec des additions de 1.5% de Ce, 0.3% de La et 0.1% de Nd. En outre la dureté a subit une augmentation considérable avec des additions de 0.3% de La, 0.1% de Nd et 1% de mischmetal. L'usinabilité a subit une forte amélioration avec des additions optimales de 0.1% de La et 2% de mischmetal^{44,46}.

Tableau 8. Espace interdendritique et la dureté de l'alliage Al-1%Mg-0.5%Si⁴⁵.

Mischmetal (% en poids)	0	0.5	1	2	3	4	5	6
Espace inter dendritique (μm)	50	40	30	26	19	18	-	-
Dureté (HB) moule métallique	54	63	66	69	71	72	72.5	73

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

3.1 Les alliages et le mischmetal

Les alliages de bases utilisés se subdivisent en trois catégories principales. À partir de l'alliage hypoeutectique A319.2, trois catégories d'alliages de base contenant trois niveaux de fer : 0.4%, 0.8% et 1.4% en poids, sont préparés. Il s'agit respectivement de l'alliage A319.2 de haute pureté, industriel et de basse qualité. L'alliage industriel 0.8% de fer en poids et l'alliage de basse qualité 1.2% de fer en poids, sont préparés en mixant l'alliage de fonderie A319.2 (0.4 % de fer) et l'alliage mère d'aluminium à 25% de fer. Les analyses chimiques des alliages de base effectuées sur des échantillons pris lors des coulées, sont colligées dans le tableau 9.

Tableau 9. Composition chimique des alliages de base
les résultats de l'analyse chimique après coulée : 2 températures T1 et T2, 3 niveaux de fer : 0.4, 0.8 et 1.2%.

Alliages/éléments %	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Sn	V	Ti
BM0T1	6.24	0.38	3.80	0.09	0.07	0.05	0.005	0.01	0.14
BM0T2	6.25	0.43	3.52	0.10	0.08	0.05	0.006	0.01	0.14
BM1F0T1	6.18	0.62	3.59	0.10	0.08	0.05	0.006	0.01	0.14
BM1F0T2	6.62	0.82	3.50	0.12	0.03	0.09	0.008	0.01	0.15
BM2F0T1	6.06	1.32	3.37	0.12	0.04	0.08	0.008	0.01	0.11
BM2F0T2	6.04	1.29	3.44	0.12	0.04	0.09	0.008	0.01	0.12

L'agent modifiant utilisé dans ce travail de recherche est le mischmetal. C'est un mélange de métaux inclus dans les terres-rares (le groupe des lanthanides) et d'aluminium. La composition chimique du mischmetal est donnée au tableau 10. Les autres alliages sont obtenus en ajoutant des quantités de mischmetal à une partie des alliages de base pour obtenir les concentrations de mischmetal, 1%, 3% et 5%. Les tableaux 11 et 12 montrent la composition chimique des alliages qui seront étudiés.

Tableau 10. La composition chimique du mischmetal.

Élément	Ce	La	Nd	Pr	Al
% en poids	10	7	1	1	80

Les alliages ont été préparés à la fonderie de la chaire industrielle TAMLA située à l'université du Québec à Chicoutimi. La figure 35 présente les détails des opérations de préparations des alliages Al-Si pour l'analyse thermique et métallographique.

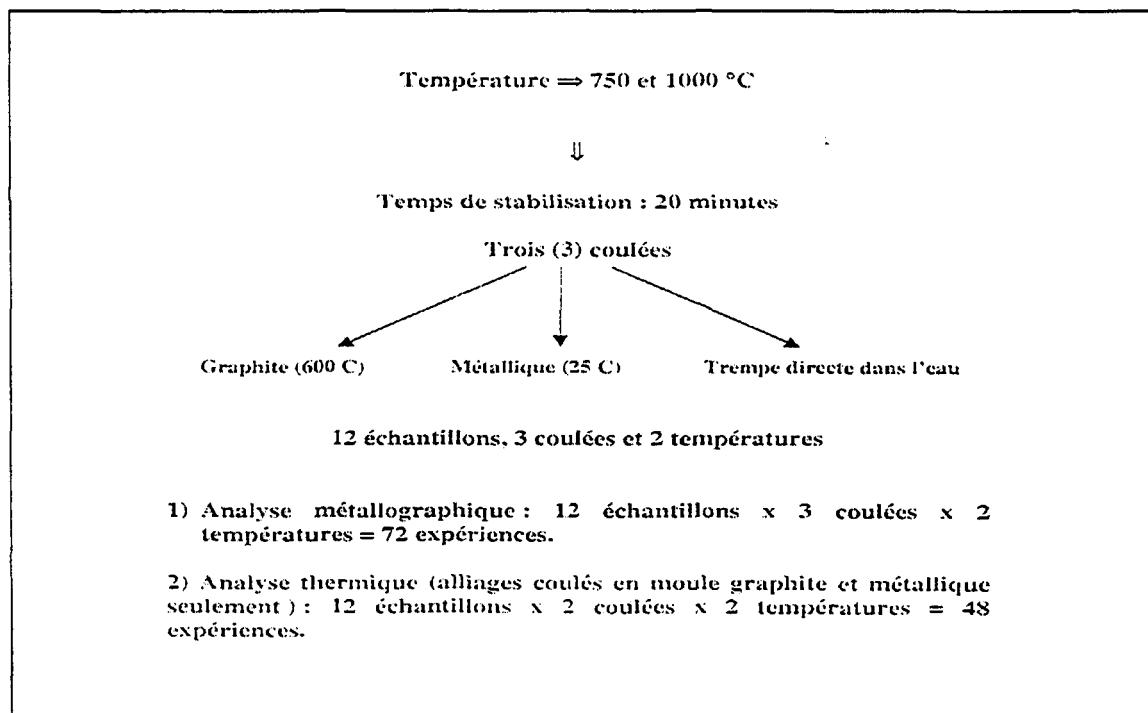


Figure 35. Préparation des alliages.

Tableau 11. La composition chimique des alliages étudiés (% en poids).

Certaines compositions chimiques correspondent aux barreaux de traction, qui contiennent beaucoup de titane.

Élément Alliages (% en mischmetal (MM))	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	V	Ti	Ce *	La *
BM0T1 (0% en MM)	6.24	0.38	3.65	0.09	0.07	0.05	0.01	0.14	-	-
BM0T2 (0% en MM)	6.25	0.43	3.52	0.10	0.08	0.05	0.01	0.14	-	-
BM1T1 (1% en MM)	6.10	0.39	3.61	0.10	0.07	0.05	0.01	0.14	0.09	0.07
BM1T2 (1% en MM)	6.25	0.44	3.60	0.10	0.08	0.05	0.01	0.14	0.09	0.07
BM3T1 (3% en MM)	6.12	0.41	3.57	0.09	0.07	0.05	0.01	0.14	0.28	0.21
BM3T2 (3% en MM)	6.07	0.46	3.57	0.10	0.07	0.13	0.01	0.14	0.28	0.21
BM5T1 (5% en MM)	6.05	0.43	3.57	0.09	0.07	0.05	0.01	0.13	0.47	0.34
BM5T2 (5% en MM)	6.05	0.48	3.59	0.09	0.07	0.13	0.01	0.14	0.47	0.34
BM1F0T1 (0% en MM)	6.10	0.84	3.48	0.12	0.04	0.09	0.01	0.14	-	-
BM1F0T2 (0% en MM)	6.62	0.81	3.50	0.12	0.03	0.09	0.01	0.15	-	-
BM1F1T1 (1% en MM)	6.08	0.85	3.49	0.12	0.05	0.09	0.02	0.20	0.09	0.07
BM1F1T2 (1% en MM)	6.32	0.85	3.45	0.12	0.03	0.09	0.01	0.15	0.09	0.07
BM1F3T1 (3% en MM)	5.79	0.85	3.30	0.12	0.03	0.09	0.02	0.23	0.28	0.21
BM1F3T2 (3% en MM)	6.27	0.84	3.41	0.12	0.03	0.09	0.01	0.14	0.28	0.21
BM1F5T1 (5% en MM)	5.71	0.84	3.25	0.11	0.03	0.09	0.03	0.28	0.47	0.34
BM1F5T2 (5% en MM)	6.20	0.85	3.41	0.12	0.03	0.09	0.02	0.15	0.47	0.34

* calculé (voir tableau 10).

Tableau 12. La composition des alliages étudiés (suite).

Élément Alliages (% en mischmetal (MM))	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	V	Ti	Ce *	La *
BM2F0T1 (0% en MM)	6.06	1.32	3.37	0.12	0.04	0.08	0.01	0.11	-	-
BM2F0T2 (0% en MM)	6.04	1.29	3.44	0.12	0.04	0.09	0.01	0.12	-	-
BM2F1T1 (1% en MM)	6.08	1.28	3.47	0.12	0.04	0.09	0.01	0.11	0.09	0.07
BM2F1T2 (1% en MM)	5.92	1.28	3.35	0.12	0.04	0.08	0.01	0.12	0.09	0.07
BM2F3T1 (3% en MM)	5.93	1.32	3.41	0.12	0.04	0.09	0.01	0.11	0.28	0.21
BM2F3T2 (3% en MM)	5.89	1.29	3.37	0.12	0.03	0.09	0.01	0.11	0.28	0.21
BM2F5T1 (5% en MM)	5.86	1.31	3.36	0.12	0.03	0.09	0.02	0.11	0.47	0.34
BM2F5T2 (5% en MM)	5.80	1.29	3.32	0.11	0.03	0.09	0.02	0.11	0.47	0.34

* calculé (voir tableau 10)

3.2 Préparation des courbes de l'analyse thermique

L'analyse thermique concerne tous les alliages, elle est utilisée pour identifier toutes les phases qui se forment lors du refroidissement du métal liquide. Le comportement de chaque phase est suivi selon trois taux de refroidissement :

- refroidissement lent dans un moule de graphite chauffé à 600 °C;
- refroidissement rapide dans un moule métallique à la température de 25 °C;
- trempe directe dans l'eau.

Prendre note que l'analyse thermique est seulement possible pour les alliages coulés en moule graphite et métallique car les thermocouples ne peuvent pas être utilisés lors de la trempe directe dans l'eau. La figure 36 présente la position des thermocouples dans le moule graphite et le moule métallique.

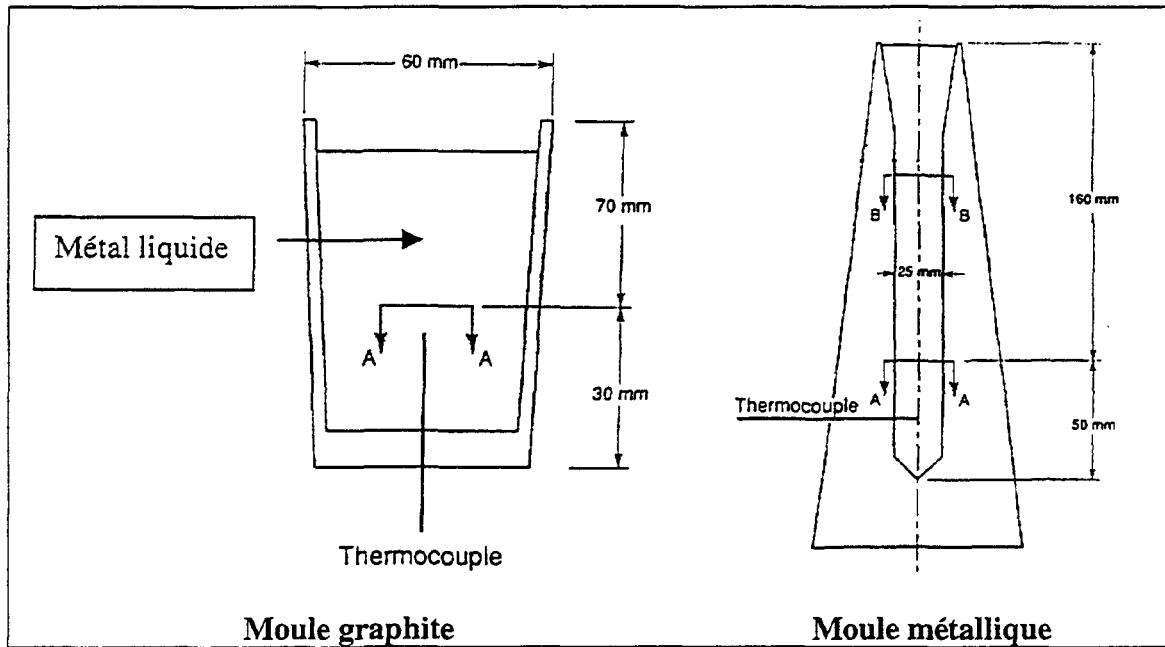


Figure 36. Les moules utilisés pour l'analyse thermique.

3.3 Préparation des échantillons de traction

Les alliages sont placés dans un creuset de carbure de silicium de 28 kg et fondus à deux températures, 750 °C et 950 °C. Le métal en fusion a été dégazé par l'argon en utilisant un agitateur de graphite tournant à 150 rpm. La fournaise est équipée d'un déflecteur fait de matériel réfractaire pour éviter la formation d'un vortex qui peut entraîner les oxydes dans le métal liquide. Les additions en fer et en mischmetal ont été ajoutées une fois que le métal commence à devenir liquide. Toutes les coulées ont été faites dans des conditions optimales d'humidité. Les barreaux de tractions ont été obtenus en coulant chaque alliage dans un moule métallique (moule Stahl de type ASTMB-108, voir figure 37) préchauffé à 450°C. Les alliages contenant un niveau de fer élevé ont montré une bonne fluidité lorsqu'ils sont coulés directement de la température de surchauffe de 950°C. On

n'a pas obtenu de bon moulage en raison de leur fluidité excessive. Les travaux réalisés sur l'historique thermique montrent qu'il est possible de refroidir le métal dans la fournaise de 950°C à 750°C, puis de le couler à cette température dans le moule Stahl qui est préchauffé à 450°C. En effet, les mêmes propriétés sont obtenues lorsque le métal liquide riche en fer aurait été coulé directement de la température de 950°C. Cette situation s'impose lorsqu'il s'agit de grande quantité du métal liquide à couler. D'autres chercheurs qui travaillaient sur des petites quantités de métal liquide riche en fer, ont coulé le métal directement de la température de surchauffe de 1000°C.

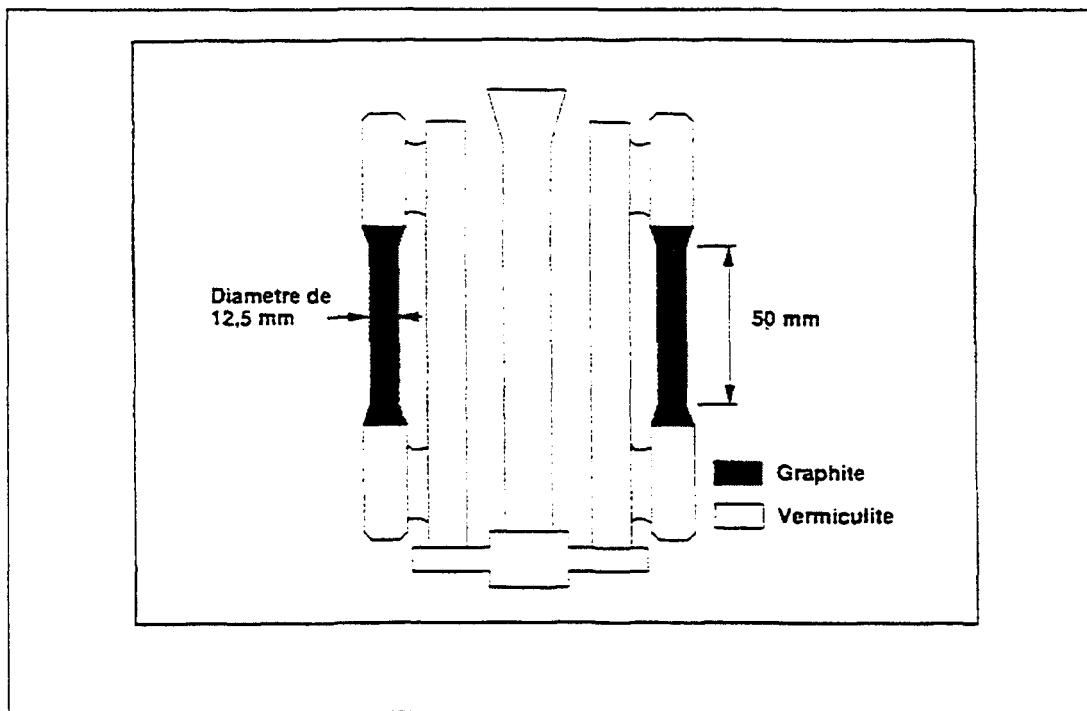


Figure 37. Moule Stahl (type ASTM B-108)

3.4 Traitement de mise en solution, vieillissement et trempe

L'amélioration des propriétés mécaniques des alliages est possible seulement avec un traitement de mise en solution, qui est suivi d'une trempe puis d'un vieillissement. La mise en solution et le vieillissement ont été réalisés dans un four à air forcé CFD-147. La circulation de l'air permet de répartir la température uniformément. Les échantillons sont placés dans le four et la température est ramenée à 500°C sur une période de 2 heures. La mise en solution a été réalisée à une température de 500 °C durant 8 heures pour dissoudre les phases solubles dans l'aluminium. La mise en solution est suivie d'une trempe à l'eau dans un bain chauffé à 60 °C ce qui permet de maintenir une sursaturation des phases dissoutes et en même temps de diminuer les contraintes qui peuvent exister si l'eau était froide. Le traitement de vieillissement, d'une durée de 5 heures à 150 °C, a pour but de précipiter les phases durcissantes (Mg_2Si , $CuAl_2$ etc.). Les échantillons ont été mis au congélateur juste après la trempe.

3.5 Essais de traction

Les barreaux de traction ont été testés avec une presse Instron à une vitesse constante de 0.5 mm/min (0.020 po/min). Le système d'acquisition des données est branchés aux instruments de mesures de la presse. Un logiciel transforme la force en contrainte et l'allongement en déformation. Quatre à six essais par alliage 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%).

3.6 Métallographie

L'analyse métallographique des échantillons de chaque alliage a été faite d'une manière systématique pour avoir des résultats significatifs. Les échantillons destinés à l'analyse métallographique ont été préparés par le technicien. Les échantillons des barreaux de traction sont coupés à 1.5 cm de la zone de rupture et d'autre à une distance allant de 1 cm à 1.5 cm. Le premier pour l'analyse de la microstructure et le deuxième pour l'étude de la rupture. Une partie de l'analyse de la microstructure a été réalisée à l'université du Québec à Chicoutimi par le microscope optique, alors qu'une partie incluant l'analyse du mode de rupture ont été réalisés grâce au microscope électronique à balayage (MEB) à l'université McGill et au centre de technologie de Noranda.

3.6.1 Analyse de la phase silicium eutectique

Pour tous les alliages, la surface moyenne (en %) de la phase de silicium, la surface moyenne, la longueur, la densité qui représente le nombre des particules par mm^2 et le rapport longueur/largeur de chaque particule, ont été mesurés. Cette analyse touche aussi les échantillons des barreaux de traction après le traitement T6. Ces mesures sont rendues possible grâce au logiciel de l'analyse d'image correspondant à la carte d'acquisition de la caméra incorporée au microscope optique. Le traitement des images indique différents niveaux de gris de la phase de silicium eutectique et un programme automatique a été conçu pour les analyser.

3.6.2 Les intermétalliques

Pour la phase β on a mesuré la longueur, la largeur et la densité. Chaque paramètre est décrit par une moyenne et son écart-type. On a mesuré la densité de la phase α et des plaquettes ségrégées. L'analyse au microscope électronique à balayage a permis d'identifier de nouvelles phases liées au mischmetal. Il était difficile de les distinguer sur les images de métallographie de la phase β et des plaquettes ségrégées. Des mesures appropriées pour ces nouvelles phases ont été prises, telles que la longueur, la largeur et la densité.

CHAPITRE 4

ANALYSE THERMIQUE ET MÉTALLOGRAPHIQUE

4.1 Introduction

Les différentes phases qui se forment lors de la solidification d'un alliage influencent ses propriétés mécaniques. Les différents paramètres microstructuraux qui déterminent la structure de l'alliage en particulier l'alliage 319.2 sont :

- la taille des grains (longueur, largeur et surface),
- l'espace interdendritique primaire et secondaire(DAS « dendrite arm spacing),
- la forme et la distribution de la phase silicium eutectique,
- la quantité des phases intermétalliques.

L'analyse thermique et métallographique nous permet d'estimer certains paramètres pour les différents taux de refroidissement.

4.2 Résultat et discussion

4.2.1 Espace interdendritique secondaire et la première solidification (la phase α -Al)

L'espace interdendritique (DAS), est utilisé pour évaluer le taux de solidification. L'étude de l'effet du taux de solidification sur le raffinement des grains, la microstructure et les propriétés de traction des alliages d'aluminium a été documenté. Le raffinement des grains des alliages A356 et A357, a été décrit par Oswalt et Misra⁴⁷ en terme de DAS qui est en relation avec le taux de refroidissement. Le tableau 13 contient les données qui montrent cette relation. On remarque que lorsque le taux de refroidissement augmente, la distance interdendritique diminue. En effet, un refroidissement rapide empêche le silicium, mis en solution dans le métal liquide, de diffuser à l'extérieur de la matrice de l'aluminium lors de la précipitation de la phase α -aluminium.

L'étude de la germination lors de la précipitation de la phase α -Al est très importante dans les alliages Al-Si. En effet, elle permet le contrôle des processus de raffinement des grains de la phase α -aluminium. Lors de la formation de la phase α -Al, on observe le phénomène de la surfusion qui est généralement lié à la germination. Pour certains taux de refroidissement la surfusion n'est pas liée directement à la germination mais à la croissance²². L'étude de la surfusion sera faite sur les alliages à 0.4% de fer seulement, car on veut connaître l'effet du mischmetal uniquement. Comme le montre la figure 38, une courbe de refroidissement d'un alliage eutectique, ou aluminium pur, se compose de plusieurs parties (voir chapitre 2).

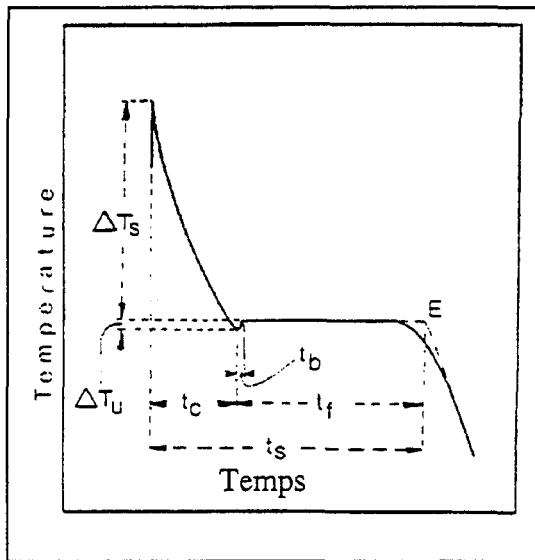


Figure 38. Courbe de refroidissement typique¹⁶.
(Aluminium pur, ou alliage eutectique).

ΔT_s = niveau de surchauffe; ΔT_u = niveau de surfusion; t_c = le temps de refroidissement; t_b = le temps de stabilisation; t_f = temps de solidification; t_s = le temps total de solidification; E = fin de la solidification.

Les résultats concernant la surfusion pour les deux températures $T_1 = 725^\circ\text{C}$ et $T_2 = 950^\circ\text{C}$ sont colligés dans le tableau 13. Dans les alliages de base coulés en moule métallique l'espace interdendritique (DAS) diminue lorsqu'on atteint la température de surchauffe 950°C . Pour ces mêmes alliages le temps de refroidissement augmente avec la surchauffe mais pas assez pour éviter le raffinement des grains. Dans le cas de l'alliage BM0MT1 la surfusion augmente avec la surchauffe, contribuant ainsi au raffinement des grains. Pour les alliages obtenus à l'équilibre contenant du mischmetal, la surchauffe augmente l'espace interdendritique. En effet, puisque la surfusion ne change pas avec la surchauffe, c'est le temps de refroidissement qui détermine l'espace interdendritique. Le temps de

refroidissement augmente avec la surchauffe contribuant ainsi à l'augmentation de l'espace interdendritique à l'équilibre.

Dans le cas de l'alliage BM5GT1, la surfusion qui diminue avec la surchauffe, s'ajoute à l'effet de l'augmentation du temps de refroidissement pour augmenter l'espace interdendritique. Ceci est traduit par la figure 39 mettant en évidence la relation entre l'espace interdendritique, la surchauffe et la concentration en mischmetal. La surchauffe diminue l'espace interdendritique chez les alliages de base et les alliages coulés en moule métallique. En comparant nos résultats avec ceux trouvés par Mondolfo et Barlock ¹⁶ chez les alliages d'aluminium, il existe un germe qui agit lors de la surfusion nulle, qui n'est pas détruit par la surchauffe. Contrairement à Mondolfo et Barlock ¹⁶, on a observé des surfusions nulles à des hauts taux de refroidissement. Il faut noter que les alliages utilisés par Mondolfo et Barlock ¹⁶ comprenaient des alliages eutectiques et des alliages à faibles teneur en silicium (0.13% et inférieur à 0.01%). Cao et Campbell ⁴⁹ ont montré que pour l'alliage eutectique Al-Si contenant 0.4 % de magnésium et 0.17 % de titane, à l'équilibre il y a deux nouvelles phases qui se forment : $TiAl_3$ et $Ti(AlSi)_2$. La teneur dans nos alliages (analyse chimique) en titane est 0.14 % en poids. Les coulées en moule métallique, graphite et la trempe directe dans l'eau sont faits presque en même temps à partir du même métal liquide. Seuls les barreaux de traction, préparés à part, contiennent plus de titane pour raffiner les grains.

Tableau 13. Les données du premier refroidissement de la phase α -Al.

$T_1 = 725$ °C et $T_2 = 1000$ °C, M = moule métallique, G = moule graphite; le pourcentage en mischmetal varie de 0% à 5%.

	Température de germination	Température de croissance	Surfusion	Espace interdendritique	Écart-type	L'instant du début de la germination	L'instant du début de la croissance	Durée de la germination
Alliage	T_{N1} (°C)	T_{N2} (°C)	$\Delta T = T_{N2} - T_{N1}$ (°C)	DAS (μm)	DAS (μm)	t_{TN1} (seconde)	t_{TN2} (seconde)	$t_{TN1} - t_{TN2}$ (seconde)
BM0GT1	603	604	1	67.64	08	093.2	101.4	08.2
BM0GT2	599	601	2	65.64	13	206.8	227.0	20.2
BM1GT1	602	604	2	58.11	10	105.2	123.6	18.4
BM1GT2	602	604	2	64.22	07	199.0	220.4	21.4
BM3GT1	604	606	2	61.62	10	160.2	179.8	19.6
BM3GT2	602	604	2	63.40	11	253.2	273.3	20.1
BM5GT1	603	606	3	64.46	12	153.8	172.2	18.4
BM5GT2	602	604	2	67.15	13	197.4	226.2	28.8
BM0MT1	599	599	0	18.27	03	001.6	001.6	-
BM0MT2	593	594	1	15.77	03	003.2	003.8	00.6
BM1MT1	595	597	2	16.43	03	002.1	003.1	01.0
BM1MT2	596	597	1	15.61	03	002.9	003.3	00.4
BM3MT1	601	601	0	15.41	02	001.7	001.7	-
BM3MT2	597	597	0	13.40	01	002.9	002.9	-
BM5MT1	600	601	1	14.93	03	001.7	002.1	00.4
BM5MT2	597	598	1	12.59	01	002.9	003.7	00.8

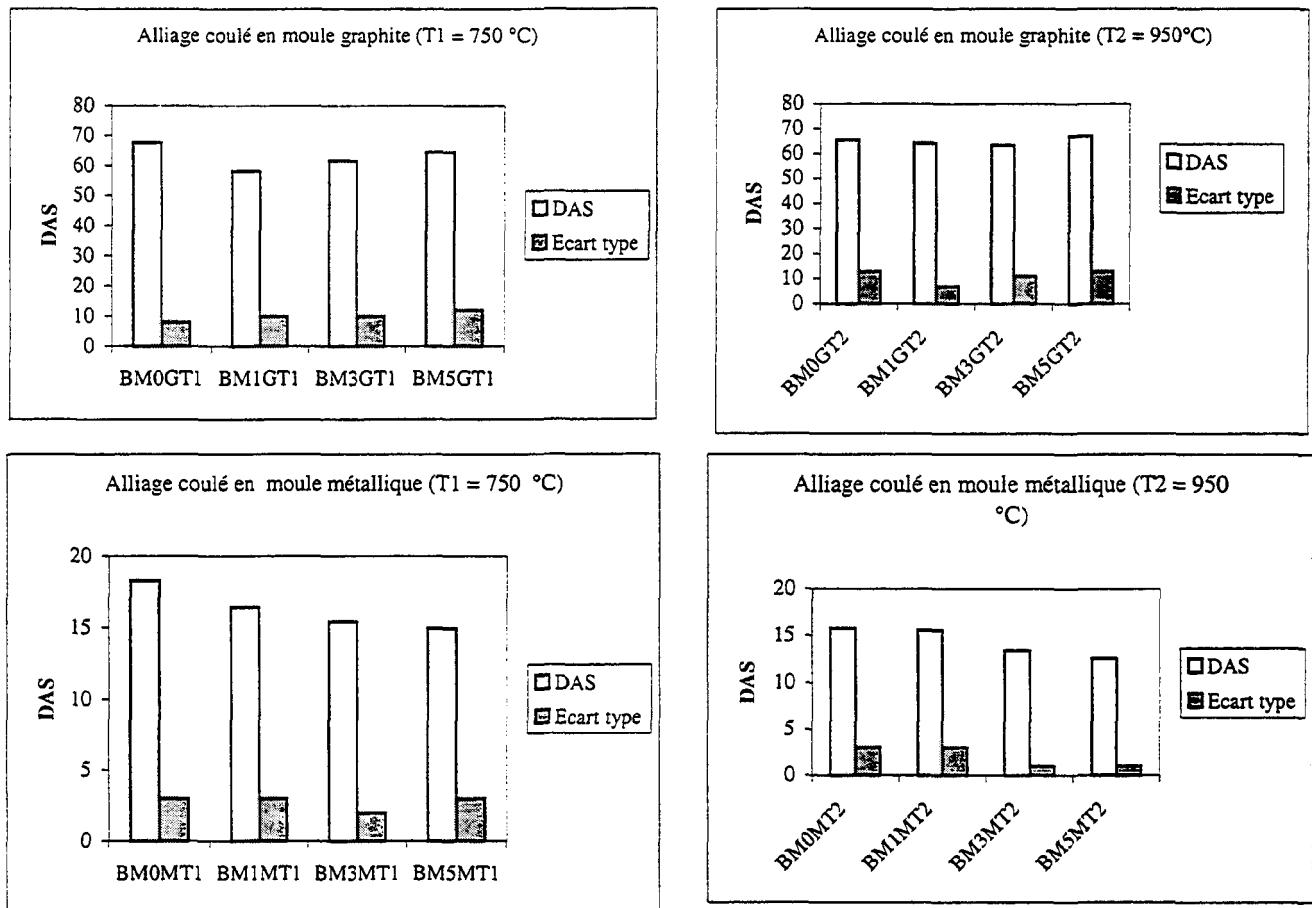


Figure 39. Analyse de l'espace interdendritique (DAS).

Variation du DAS (en μm) en fonction de la concentration en mischmetal.

Les composantes $TiAl_3$ et $Ti(AlSi)_2$ sont stables pour les températures de coulées $T_1 = 725^\circ C$ et $T_2 = 950^\circ C$. La courbe de l'analyse thermique à l'équilibre obtenue pour l'alliage BM0GT1, montre une surfusion de l'ordre de 1 degré (voir figure 40). La teneur en titane dans les alliages est de l'ordre de 0.14 % qui est inférieure à la valeur optimale 0.17%. Donc, fort probablement les deux phases composées par le titane, ne se sont pas formées à l'équilibre. Par conséquent, il existe d'autres oxydes ou phases stables aux températures de coulées T_1 et T_2 , qui agissent comme des agents de germination, provenant soit du mischmetal ou d'autres sources.

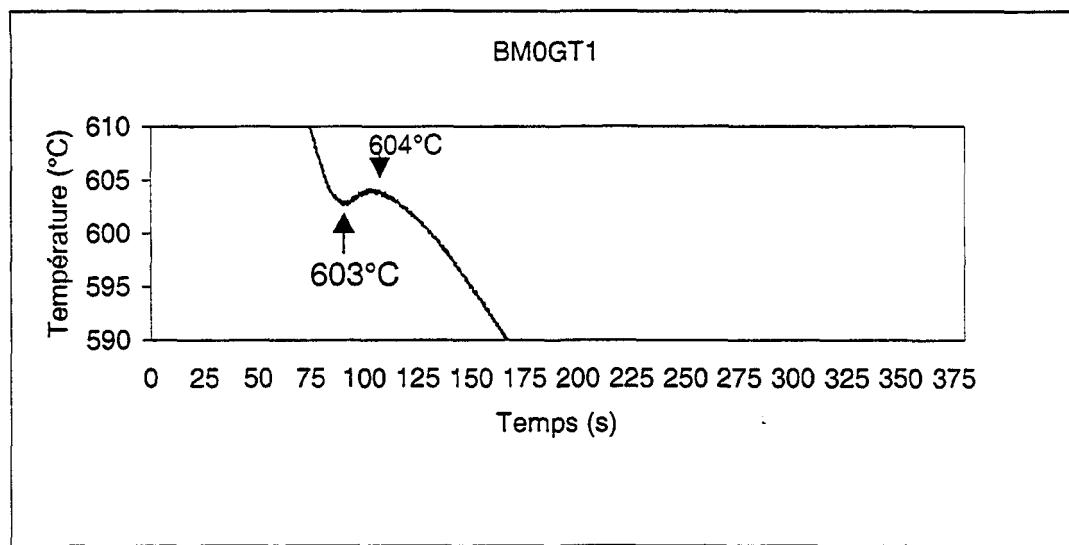


Figure 40. La surfusion dans le cas de l'alliage BM0GT1.

Dans le cas de l'alliage BM1M (1%-Mischmetal coulé en moule métallique), la surchauffe augmente la température de formation de la phase α -Al et le temps de la germination accompagné d'une diminution de la surfusion. On devrait s'attendre à une augmentation de l'espace interdendritique, mais c'est le contraire qui se produit. L'effet du

mischmetal dans les alliages coulés à l'équilibre se manifeste par une concentration optimale. En effet, à 1% en poids on obtient un espace interdendritique minimal obtenu aussi par Ravi *et al.*³⁷. Donc, lorsqu'on ajoute 1% de mischmetal on assiste à une diminution de la température de formation de la phase α -Al, accompagné d'une augmentation de la surfusion et de la durée de la germination alors que le temps de refroidissement ne change pas significativement pour augmenter l'espace interdendritique. À 3% en mischmetal la surfusion ne change pas mais c'est le temps de refroidissement qui augmente d'une manière significative, d'où l'augmentation de l'espace interdendritique. À 5% en mischmetal, la surfusion augmente de 1 degré, le temps de refroidissement diminue de 7 secondes, mais la durée de la germination diminue d'où l'augmentation de l'espace interdendritique. Ceci est vrai pour les coulées à la température $T_1 = 725^\circ\text{C}$. Dans le cas des alliages coulés à la température de surchauffe $T_2 = 950^\circ\text{C}$, la valeur optimale de la concentration en mischmetal pour avoir un espace interdendritique minimal est de l'ordre de 3%. On remarque pour ces alliages que la surfusion reste constante (2°C). Le temps de refroidissement est maximal à 3% en mischmetal, alors que la durée de la germination est maximale à 5% en mischmetal. Aucun des paramètres contrôlés dans ce travail de recherche ne peut expliquer le comportement de l'espace interdendritique chez les alliages coulés à l'équilibre à partir de la température de surchauffe $T_2 = 925^\circ\text{C}$. Concernant les alliages coulés en moule métallique, l'espace interdendritique diminue lorsque la concentration en mischmetal augmente. Pour les deux températures T_1 et T_2 il n'y a pas de valeur optimale dans l'intervalle de concentration 0 à 5% en mischmetal. La diminution de l'espace interdendritique dans les alliages contenant 1% en mischmetal coulés en moule

métallique à partir de la température $T_1 = 725^\circ\text{C}$, s'explique par une surfusion de 2°C . À 3% en mischmetal le temps de refroidissement diminue ce qui explique la diminution de l'espace interdendritique. À 5% en mischmetal, la surfusion et la durée de la germination contribuent à la diminution de l'espace interdendritique. Lorsqu'on coule l'alliage BM3M (3% en mischmetal) dans le moule métallique à partir de la température de surchauffe $T_2 = 925^\circ\text{C}$, on ne peut expliquer la diminution de l'espace interdendritique par les paramètres dont on a le contrôle. Les figures 41, 42 et 43 montrent respectivement l'effet du taux de refroidissement sur l'espace interdendritique et des exemples des courbes de refroidissement réalisées au laboratoire.

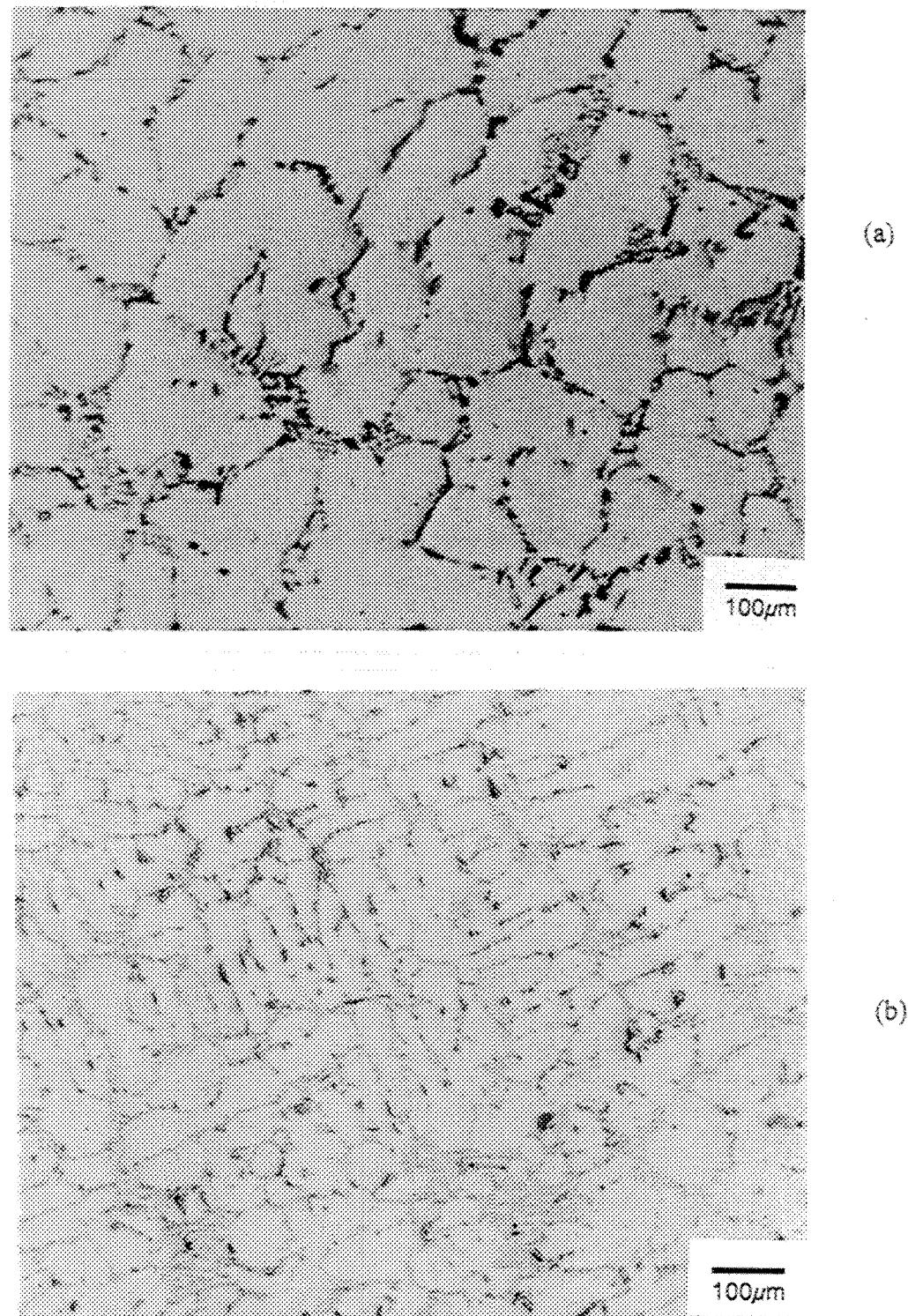


Figure 41. L'effet du taux de refroidissement sur l'espace interdenritique
(a) moule graphite (b) moule métallique

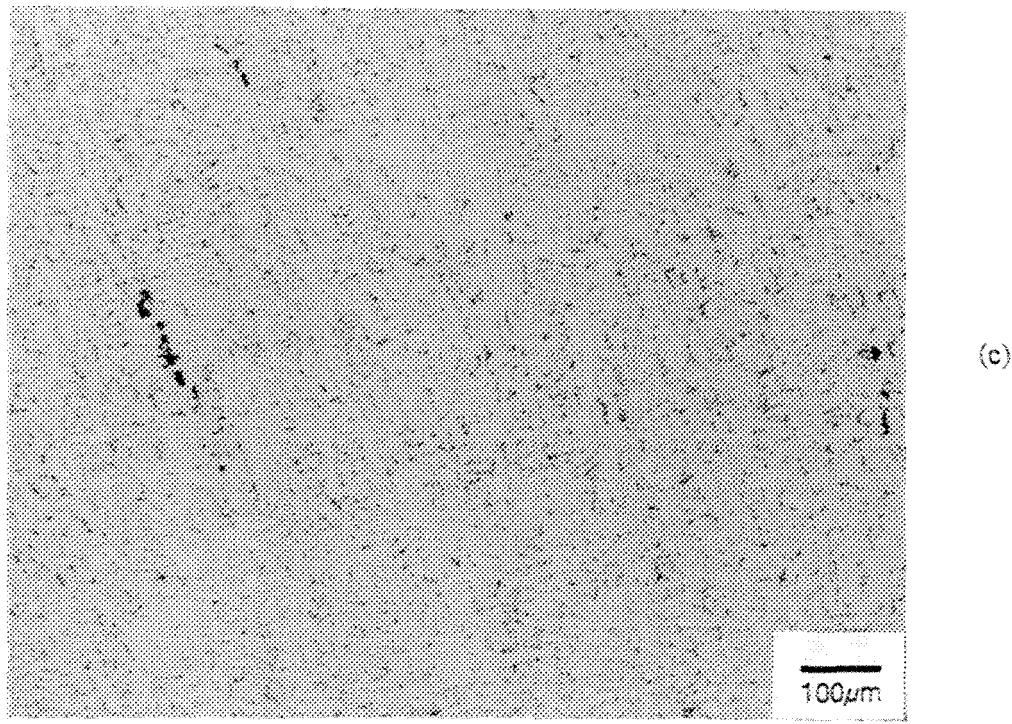


Figure 41. L'effet du taux de refroidissement sur l'espace interdenritique (suite)
(c) Trempe dans l'eau

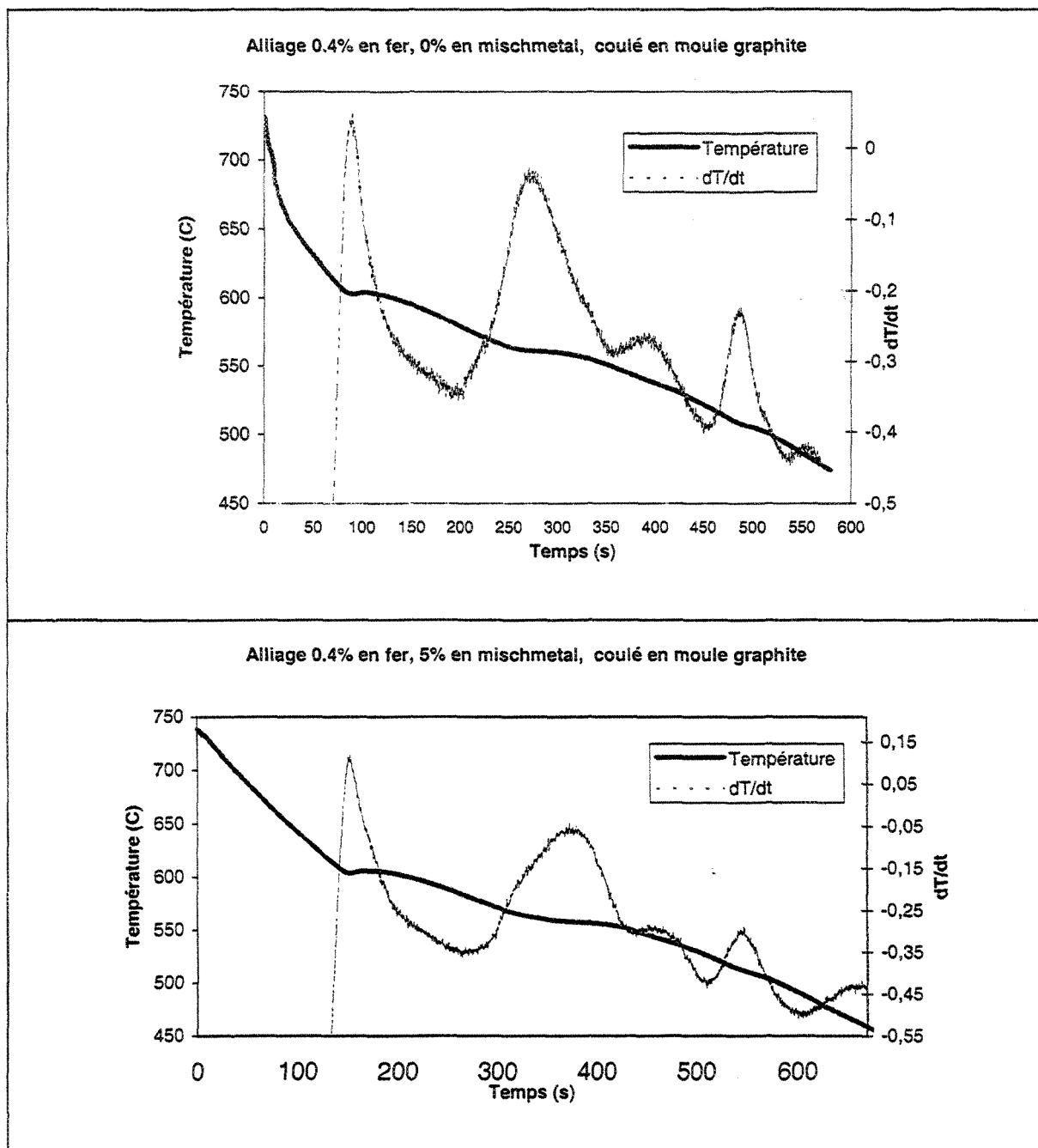


Figure 42. Courbes de l'analyse thermique, alliages coulé à $T_1 = 750^\circ\text{C}$

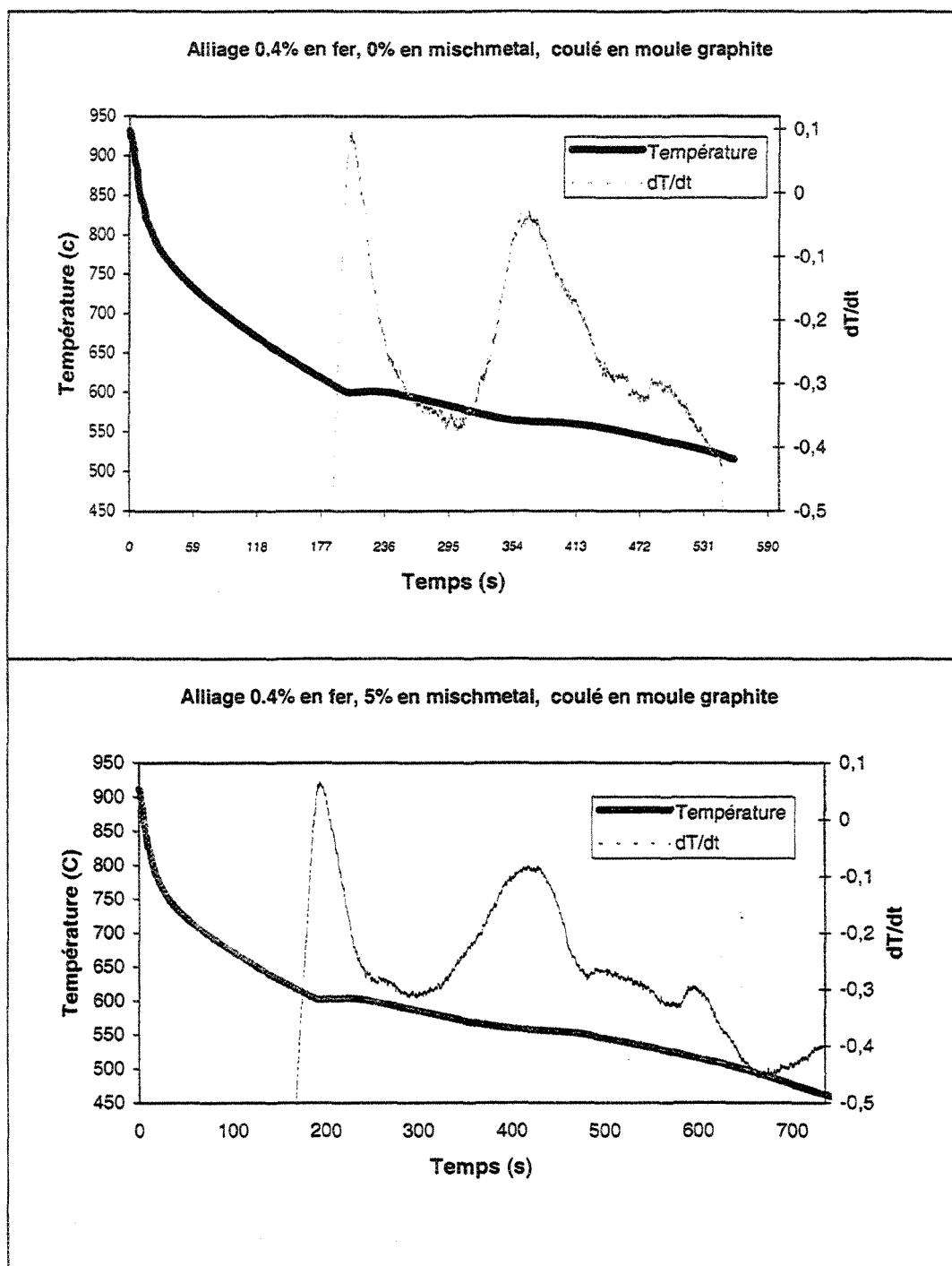


Figure 43. Courbes de l'analyse thermique alliages coulés à 950°C

4.2.2 L'analyse de la phase silicium eutectique (alliage 0.4% en fer)

Le silicium représente l'élément principal dans l'alliage d'aluminium 319.2. Il est présent avec une concentration de 7% en poids. Le silicium donne à l'aluminium une bonne fluidité, de bonnes caractéristiques au moulage, moins de contraction lors de la solidification et une bonne résistance à la cassure à chaud. Le silicium avec sa faible densité n'affecte pas la légèreté de l'aluminium et il y est insoluble. La phase du silicium selon le taux de refroidissement peut prendre différentes formes. Ainsi la forme sous laquelle le silicium se cristallise affecte les propriétés mécaniques de l'alliage en question. Le taux de refroidissement et les agents modifiant comme le strontium sont utilisés pour modifier la phase silicium eutectique. Certains chercheurs rapportent que le mischmetal agit de la même façon que le strontium au point de vue microstructure³⁷. Les tableaux 14 à 19 résument les relevés de la température de formation du silicium eutectique, l'instant du pic de la réaction eutectique, la surface moyenne en pourcentage de la phase silicium, la surface de chaque particule, sa longueur, le rapport longueur/largeur et la densité. La température de précipitation de la phase silicium eutectique de chaque alliage, est obtenue grâce aux courbes de l'analyse thermique. Un programme informatique a été établi grâce au logiciel L2001 de la carte d'acquisition de la caméra d'un analyseur lié au microscope. La phase de silicium est caractérisée par une gamme de niveau de gris bien définie. En effet chaque pixel de l'image, est localisé par ses coordonnées géométrique (x,y) et une intensité de lumière comprise entre 0 et 255 niveaux de gris (2^8 niveaux). La gamme de niveau de gris caractérisant cette phase, est trouvée comprise entre 25 et 40. Pour l'alliage hypoeutectique 319.2 on n'a pas observé le phénomène de surfusion lors de la réaction

eutectique Al-Si, contrairement à Ravi *et al.*³⁷ qui ont utilisé l'alliage 356. Ceci montre l'existence d'un germe autour duquel il y a eu germination de cette phase et qui ne disparaît ni avec la surchauffe, ni avec l'addition du mischmetal. La température du silicium eutectique T_E diminue lorsque la concentration en mischmetal augmente à l'équilibre, pour les deux températures de surchauffe $T_1 = 750^\circ\text{C}$ et $T_2 = 950^\circ\text{C}$ (voir figure 44). Hors équilibre, la température de l'eutectique T_E dans l'alliage de base BM0M diminue lorsqu'on le surchauffe à 950°C . Paradoxalement la densité de la phase du silicium eutectique, diminue au lieu d'augmenter. Chez les autres alliages coulés en moule métallique 1%, 3% et 5% en mischmetal, la diminution de la densité de la phase silicium eutectique, lorsqu'on les surchauffe à 950°C , est justifiée par l'augmentation de la température de précipitation de cette dernière. Pour ces mêmes alliages, la température de précipitation de l'eutectique diminue significativement lorsque la concentration en mischmetal augmente, sauf pour l'alliage BM5M coulé à partir de la température de surchauffe $T_2 = 950^\circ\text{C}$, qui se traduit par une diminution de la densité. Dans ce cas on ne peut parler de modification de la phase de silicium eutectique.

À l'équilibre la température de formation de la phase silicium eutectique augmente avec la surchauffe sans que la densité de silicium diminue. Donc, il y a eu modification malgré l'augmentation de la température de formation, sauf pour l'alliage BM3G chez qui on a observé une diminution de la densité lorsque la température du silicium eutectique augmente. Pour ces mêmes alliages et pour les deux températures de surchauffe la température de formation du silicium eutectique diminue lorsque la concentration en mischmetal augmente s'accompagnant d'une augmentation de la densité. Ainsi une nette

modification de cette phase est obtenue, surtout lorsqu'on atteint la concentration 5% (en poids) en mischmetal. On note aussi qu'un taux de refroidissement élevé, augmente la densité du silicium eutectique réalisant ainsi une modification de cette phase.

Pour les alliages qui ont subit une trempe directe dans l'eau à partir de la température de surchauffe $T_1 = 750^\circ\text{C}$, la densité de la phase du silicium augmente avec la concentration en mischmetal (voir figures 45 et 46). Pour ceux coulés à partir de $T_2 = 950^\circ\text{C}$, la valeur maximale de la densité de cette phase est atteinte pour une concentration de 3% en mischmetal. La surchauffe diminue la densité de cette phase dans les échantillons contenant du mischmetal contrairement à l'alliage de base BM0W. Les figures 47 et 48 illustrent la variation de la morphologie du silicium eutectique en fonction du taux de refroidissement et de la concentration en mischmetal.

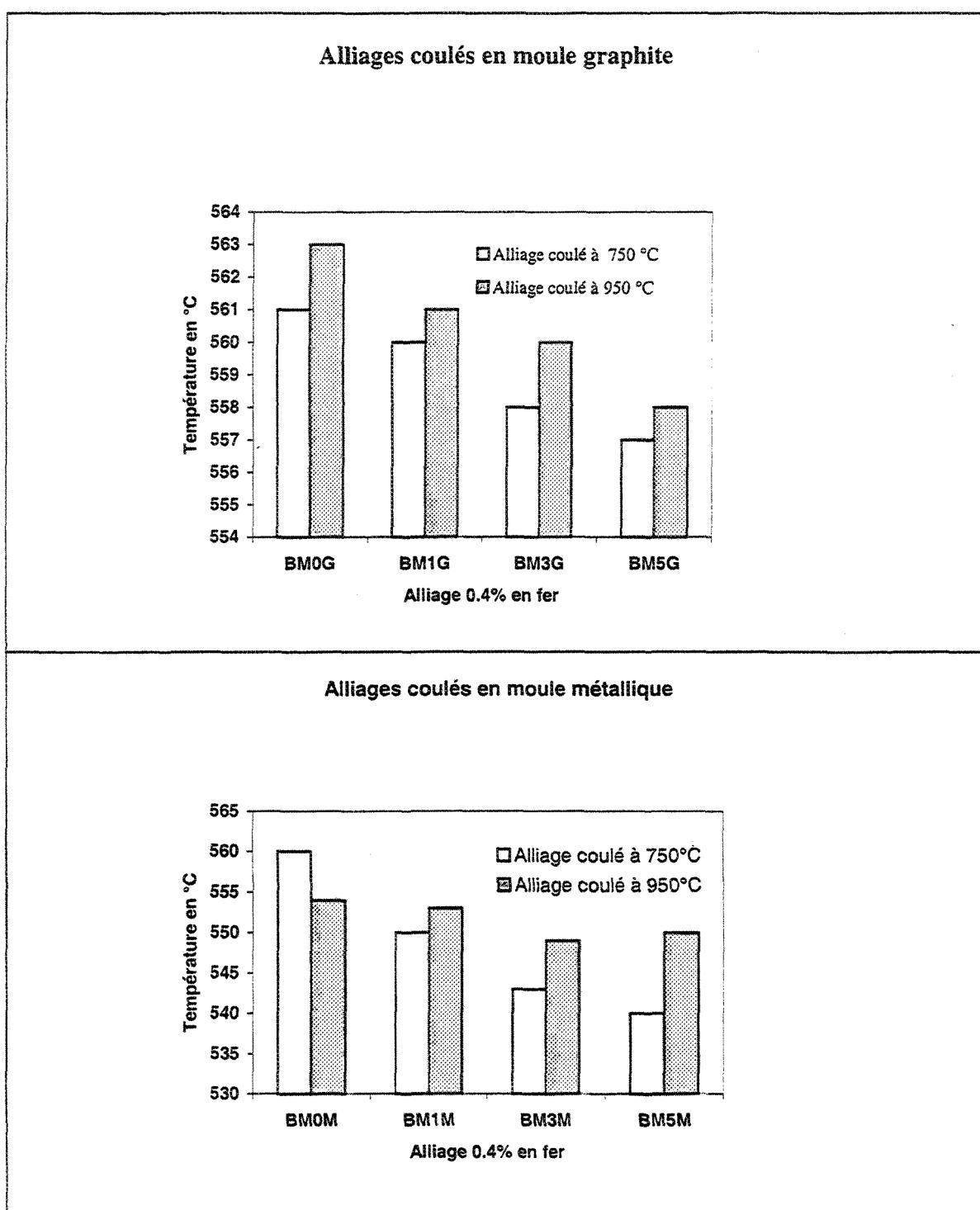


Figure 44. Variation de la température de précipitation de l'eutectique en fonction de la concentration en mischmetal, dans les alliages 319.2.

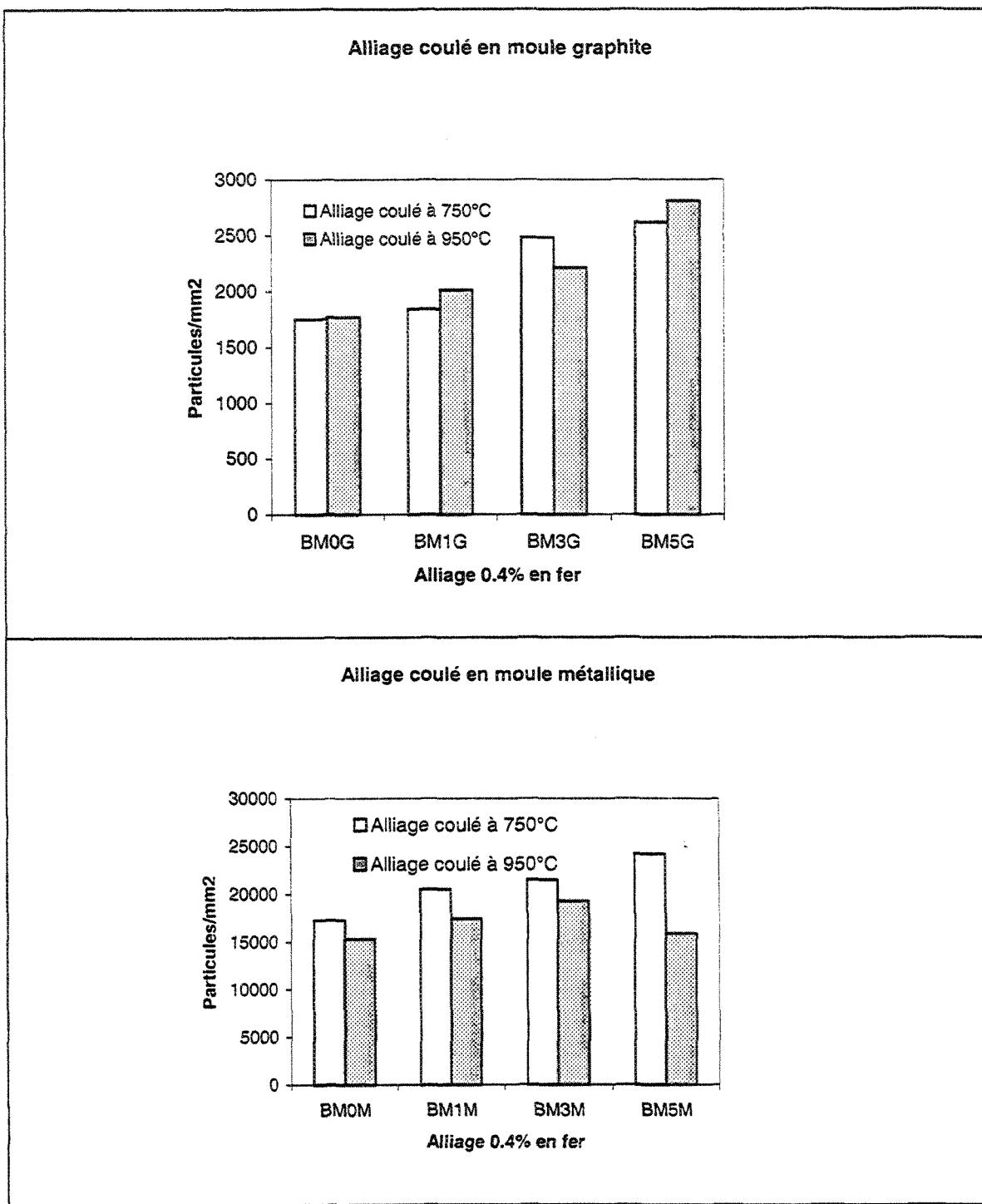


Figure 45. La variation de la densité des particules silicium eutectique en fonction de la concentration en mischmetal.

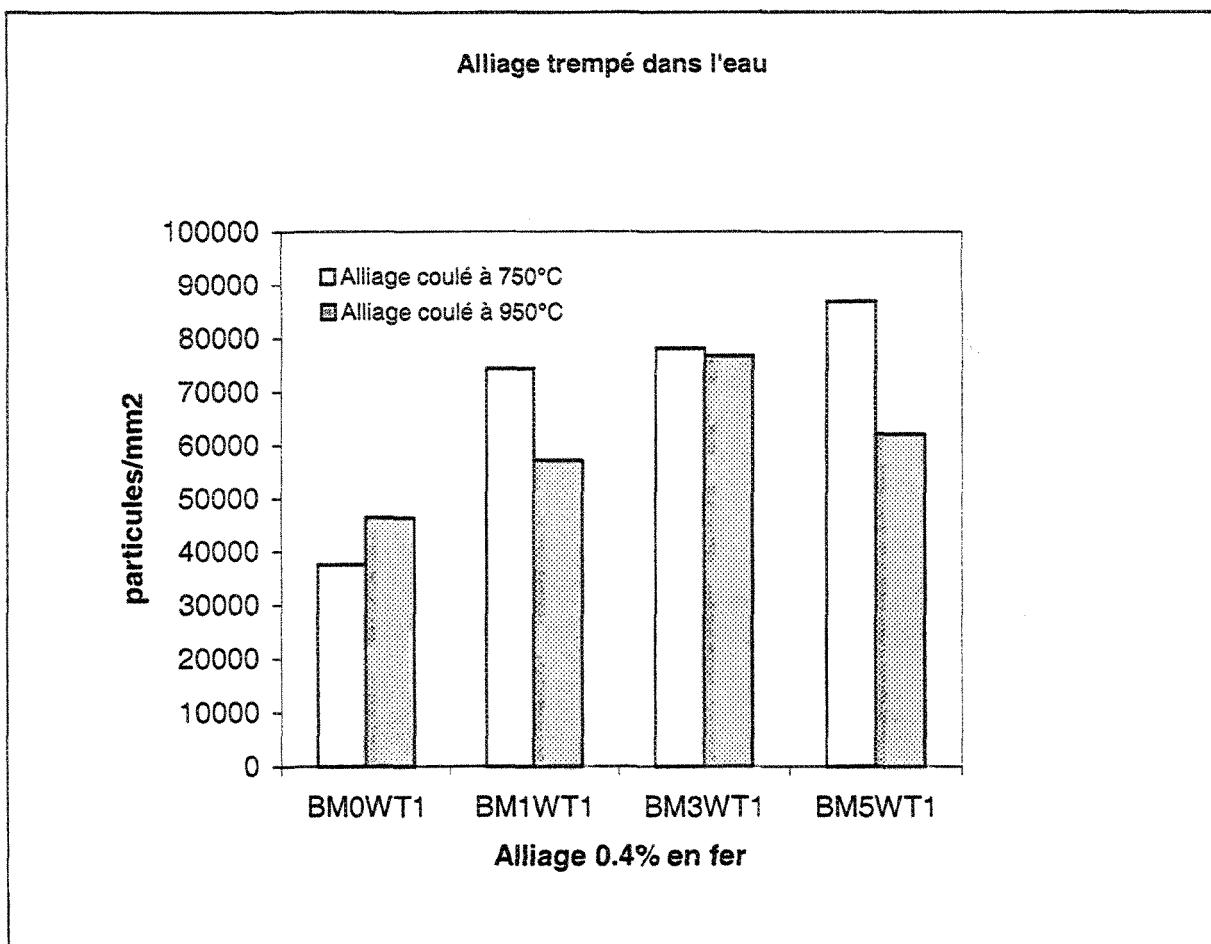


Figure 46. La variation de la densité des particules de la phase du silicium eutectique en fonction de la concentration en mischmetal pour les alliages trempés dans l'eau.

Tableau 14. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium coulés en moule de graphite
(alliages 0.4% en fer, μ = moyenne, σ = écart-type).

	Température de l'eutectique	L'instant du pic de la réaction eutectique	Surface moyenne en %	Surface moyenne de chaque particule	Longueur de chaque particule	rapport longueur/largeur	Densité
Alliage	T_E (°C)	t_E (seconde)	%	μm^2	μm	-	Particules/mm ²
BM0GT1	561	270	$\mu = 8.527$ $\sigma = 2.373$	$\mu = 47.57$ $\sigma = 95.66$	$\mu = 13.08$ $\sigma = 18.02$	$\mu = 2.642$ $\sigma = 1.530$	1751.46
BM0GT2	563	368	$\mu = 6.136$ $\sigma = 1.4$	$\mu = 46.17$ $\sigma = 95.38$	$\mu = 12.68$ $\sigma = 18.06$	$\mu = 2.372$ $\sigma = 1.242$	1771.79
BM1GT1	560	294	$\mu = 5.228$ $\sigma = 2.187$	$\mu = 42.26$ $\sigma = 87.55$	$\mu = 12.38$ $\sigma = 17.22$	$\mu = 2.557$ $\sigma = 1.451$	1843.73
BM1GT2	561	383	$\mu = 7.463$ $\sigma = 2.440$	$\mu = 43.40$ $\sigma = 90.93$	$\mu = 11.89$ $\sigma = 17.18$	$\mu = 2.360$ $\sigma = 1.264$	2013.40
BM3GT1	558	410	$\mu = 7.649$ $\sigma = 2.869$	$\mu = 35.97$ $\sigma = 78.07$	$\mu = 10.78$ $\sigma = 15.70$	$\mu = 2.301$ $\sigma = 1.212$	2480.20
BM3GT2	560	462	$\mu = 8.036$ $\sigma = 2.570$	$\mu = 34.99$ $\sigma = 73.99$	$\mu = 10.88$ $\sigma = 15.80$	$\mu = 2.367$ $\sigma = 1.282$	2212.79
BM5GT1	557	380	$\mu = 6.808$ $\sigma = 2.442$	$\mu = 31.02$ $\sigma = 66.04$	$\mu = 9.806$ $\sigma = 12.77$	$\mu = 2.290$ $\sigma = 1.181$	2615.47
BM5GT2	558	424	$\mu = 5.321$ $\sigma = 2.705$	$\mu = 23.60$ $\sigma = 46.78$	$\mu = 8.394$ $\sigma = 10.19$	$\mu = 2.238$ $\sigma = 1.076$	2810.94

Tableau 15. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium coulés en moule métallique (alliages 0.4% en fer, μ = moyenne, σ = écart-type).

	Température de l'eutectique	L'instant du pic de la réaction eutectique	Surface moyenne en %	Surface moyenne de chaque particule	Longueur de chaque particule	rapport longueur/largeur	Densité
Alliage	T_E (°C)	t_E (seconde)	%	μm^2	μm	-	Particules/mm ²
BM0MT1	560	5.32	$\mu = 4.673$ $\sigma = 1.866$	$\mu = 3.030$ $\sigma = 12.97$	$\mu = 3.054$ $\sigma = 3.325$	$\mu = 2.311$ $\sigma = 1.206$	17304.49
BM0MT2	554	6.28	$\mu = 4.770$ $\sigma = 1.689$	$\mu = 3.324$ $\sigma = 12.67$	$\mu = 2.973$ $\sigma = 2.861$	$\mu = 2.101$ $\sigma = 0.9021$	15310.64
BM1MT1	550	5.44	$\mu = 4.584$ $\sigma = 1.809$	$\mu = 2.359$ $\sigma = 12.84$	$\mu = 2.541$ $\sigma = 2.338$	$\mu = 2.088$ $\sigma = 0.9188$	20500.52
BM1MT2	553	5.82	$\mu = 4.034$ $\sigma = 0.9549$	$\mu = 2.451$ $\sigma = 12.79$	$\mu = 2.566$ $\sigma = 2.396$	$\mu = 2.107$ $\sigma = 0.8883$	17431.55
BM3MT1	543	5.68	$\mu = 3.721$ $\sigma = 0.9118$	$\mu = 1.863$ $\sigma = 13.19$	$\mu = 2.231$ $\sigma = 1.945$	$\mu = 2.069$ $\sigma = 0.9024$	21487.67
BM3MT2	549	6.02	$\mu = 4.183$ $\sigma = 0.7006$	$\mu = 2.420$ $\sigma = 12.94$	$\mu = 2.521$ $\sigma = 2.180$	$\mu = 2.036$ $\sigma = 0.8384$	19283.68
BM5MT1	540	5.50	$\mu = 2.782$ $\sigma = 1.069$	$\mu = 1.399$ $\sigma = 13.65$	$\mu = 1.884$ $\sigma = 1.821$	$\mu = 2.043$ $\sigma = 0.9083$	24180.35
BM5MT2	550	6.28	$\mu = 3.097$ $\sigma = 1.531$	$\mu = 2.139$ $\sigma = 13.04$	$\mu = 2.343$ $\sigma = 2.059$	$\mu = 2.011$ $\sigma = 0.8357$	15874.71

Tableau 16. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium des alliages trempés dans l'eau
(alliages 0.4% en fer, μ = moyenne, σ = écart-type)

Alliage	Surface moyenne en %	Surface moyenne de chaque particule en μm^2	Longueur de chaque particule en μm	Le rapport longueur/largeur Pour chaque particule	Densité Particules/ mm^2
BM0WT1	$\mu = 3.787$ $\sigma = 1.278$	$\mu = 0.9068$ $\sigma = 1.972$	$\mu = 1.436$ $\sigma = 1.796$	$\mu = 1.925$ $\sigma = 0.7955$	37539.10
BM0WT2	$\mu = 2.844$ $\sigma = 1.045$	$\mu = 0.4585$ $\sigma = 1.148$	$\mu = 1.031$ $\sigma = 0.8818$	$\mu = 1.931$ $\sigma = 0.72661$	46402.50
BM1WT1	$\mu = 3.223$ $\sigma = 1.127$	$\mu = 0.4299$ $\sigma = 1.216$	$\mu = 1.009$ $\sigma = 0.9975$	$\mu = 1.896$ $\sigma = 0.7435$	74383.04
BM1WT2	$\mu = 6.617$ $\sigma = 3.6229$	$\mu = 1.212$ $\sigma = 2.457$	$\mu = 1.611$ $\sigma = 1.905$	$\mu = 1.886$ $\sigma = 0.72443$	57177.62
BM3WT1	$\mu = 4.526$ $\sigma = 1.7428$	$\mu = 0.5646$ $\sigma = 1.415$	$\mu = 1.153$ $\sigma = 1.217$	$\mu = 1.952$ $\sigma = 0.81974$	78206.47
BM3WT2	$\mu = 4.673$ $\sigma = 1.9626$	$\mu = 0.5155$ $\sigma = 1.312$	$\mu = 1.088$ $\sigma = 1.175$	$\mu = 1.969$ $\sigma = 0.7406$	76818.13
BM5WT1	$\mu = 5.694$ $\sigma = 0.8040$	$\mu = 0.7087$ $\sigma = 1.481$	$\mu = 1.334$ $\sigma = 1.370$	$\mu = 1.935$ $\sigma = 0.75573$	86896.07
BM5WT2	$\mu = 6.858$ $\sigma = 1.961$	$\mu = 0.8490$ $\sigma = 1.681$	$\mu = 1.436$ $\sigma = 1.529$	$\mu = 1.944$ $\sigma = 0.1357$	62217.59

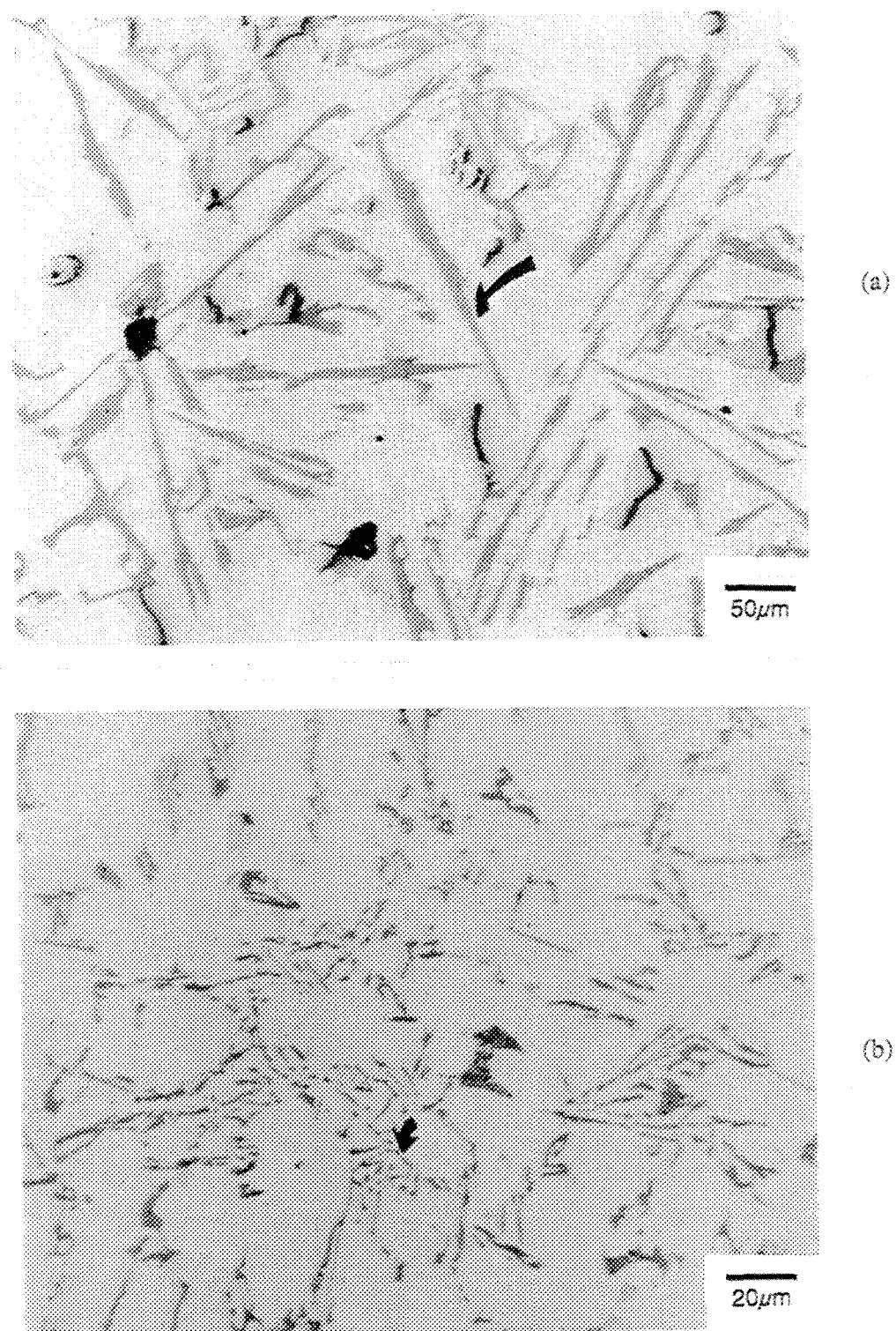


Figure 47. La morphologie du silicium eutectique
Alliage BM0T1 (a) moule graphite (b) moule métallique

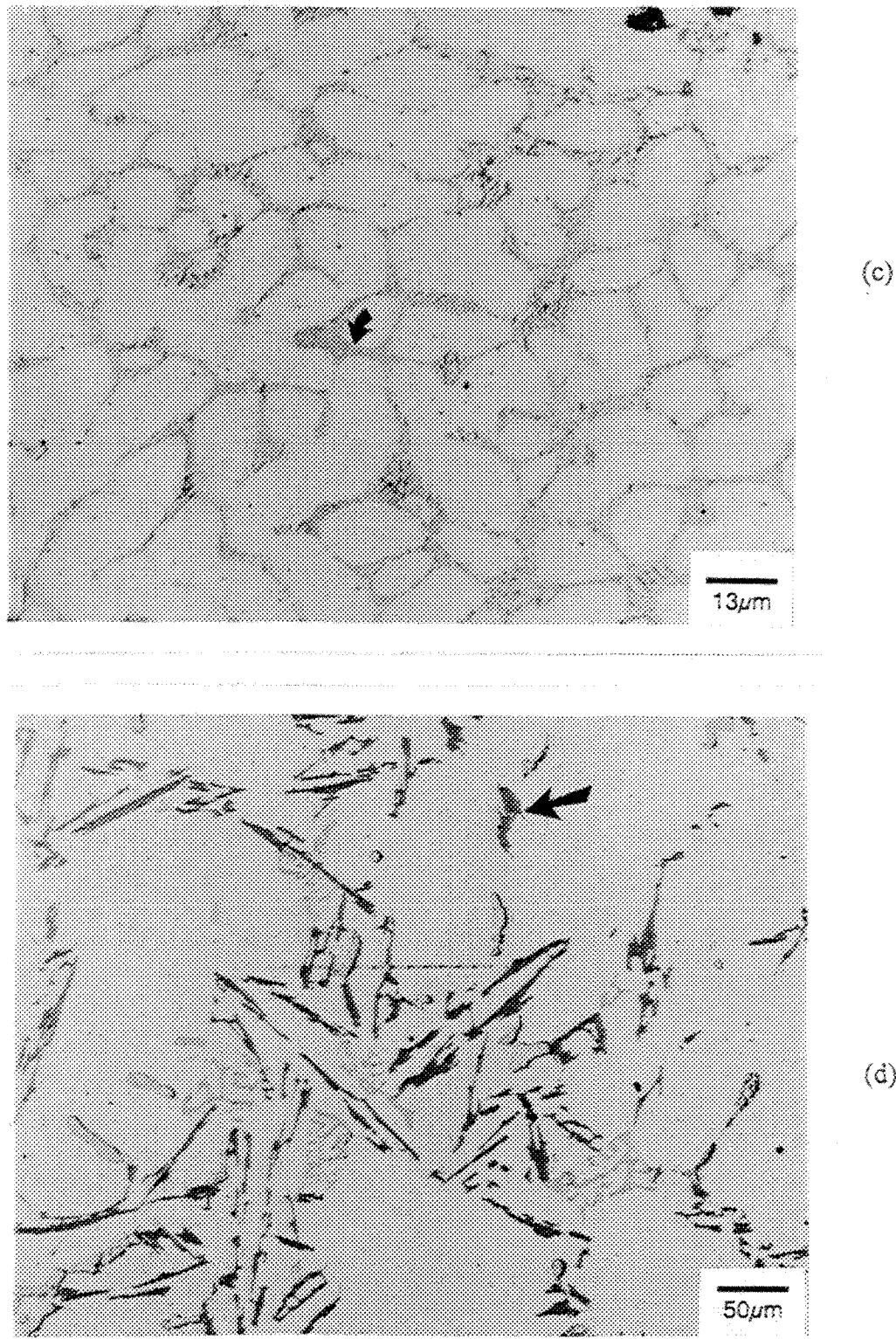


Figure 47. La morphologie du silicium eutectique (suite)
(c) alliage BM0T1 trempé dans l'eau (d) alliage BM5T1 coulé en moule graphite

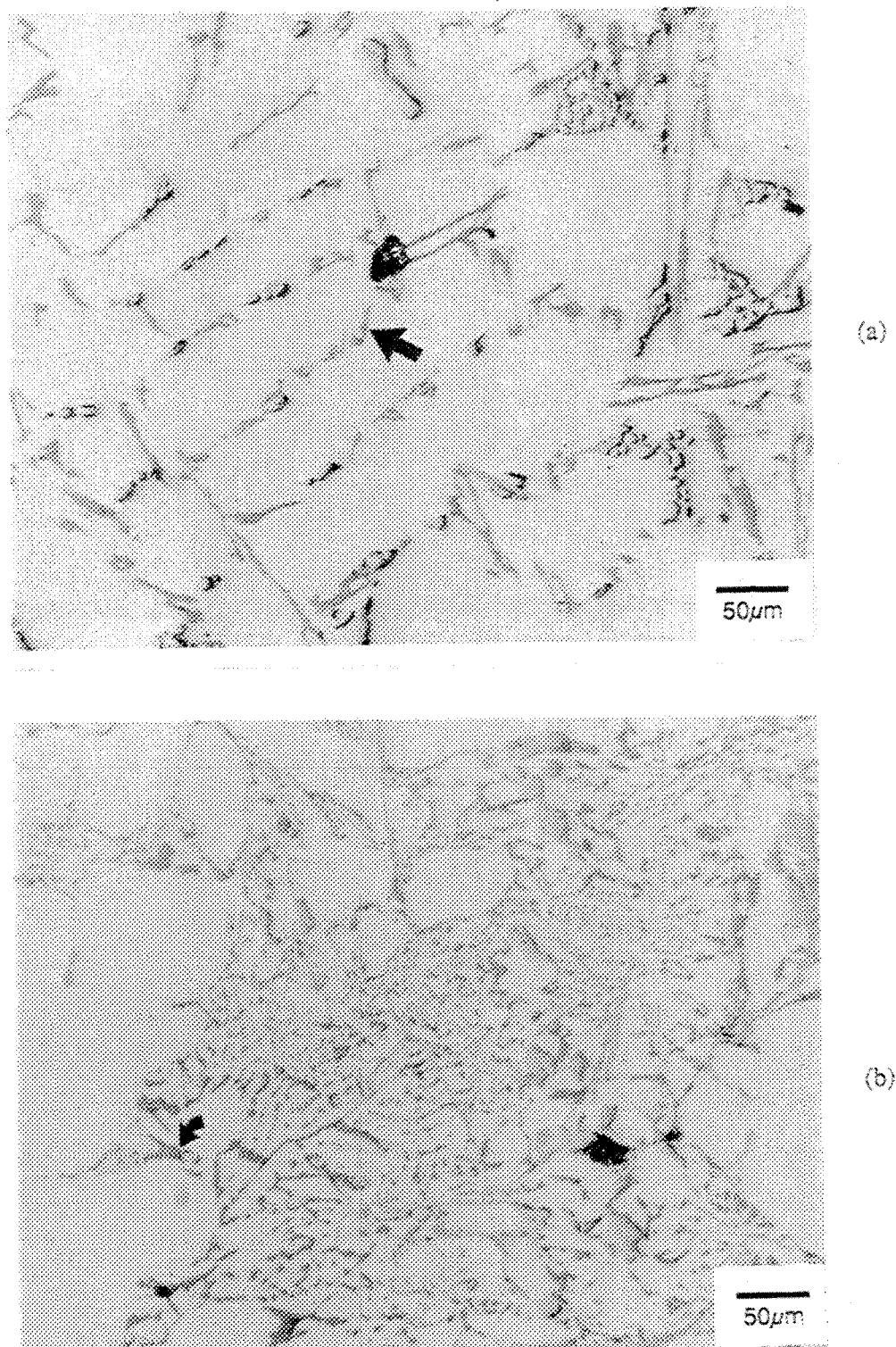


Figure 48. La morphologie du silicium eutectique (suite)
Alliage BM5T1 (a) coulé en moule métallique (b) trempé dans l'eau

4.2.3 L'analyse de la phase silicium eutectique (alliages 0.8% et 1.2% en fer)

Pour les alliages de basse qualité 1,2% en fer coulés en moule graphite, la surchauffe augmente la température de précipitation de l'eutectique (voir figure 49-a et 49-b). Cependant, cette dernière reste constante dans le cas de l'alliage BM2F3G (3% en mischmetal). La densité des particules de la phase silicium eutectique ne subit pas de changement significatif avec la surchauffe. Mais, lorsque la concentration en mischmetal augmente, la modification est maximale à 3% pour les deux températures de surchauffe. Dans l'alliage BM2F1M c'est à dire 1% en mischmetal, l'abaissement de la température de l'eutectique par la surchauffe ne correspond pas à une augmentation de la densité de la phase de silicium. Les figures 50 et 51 ne permettent pas de trancher d'une manière définitive sur l'effet du mischmetal sur la phase du silicium eutectique. Pour un grossissement de 1000 fois, le programme informatique utilisé dans l'analyse la phase du silicium eutectique des alliages trempés directement dans l'eau, ne peut distinguer entre la phase β , le silicium et les nouvelles phases. De plus, on ne dispose pas des données de l'analyse thermique pour ces alliages (voir figure 51).

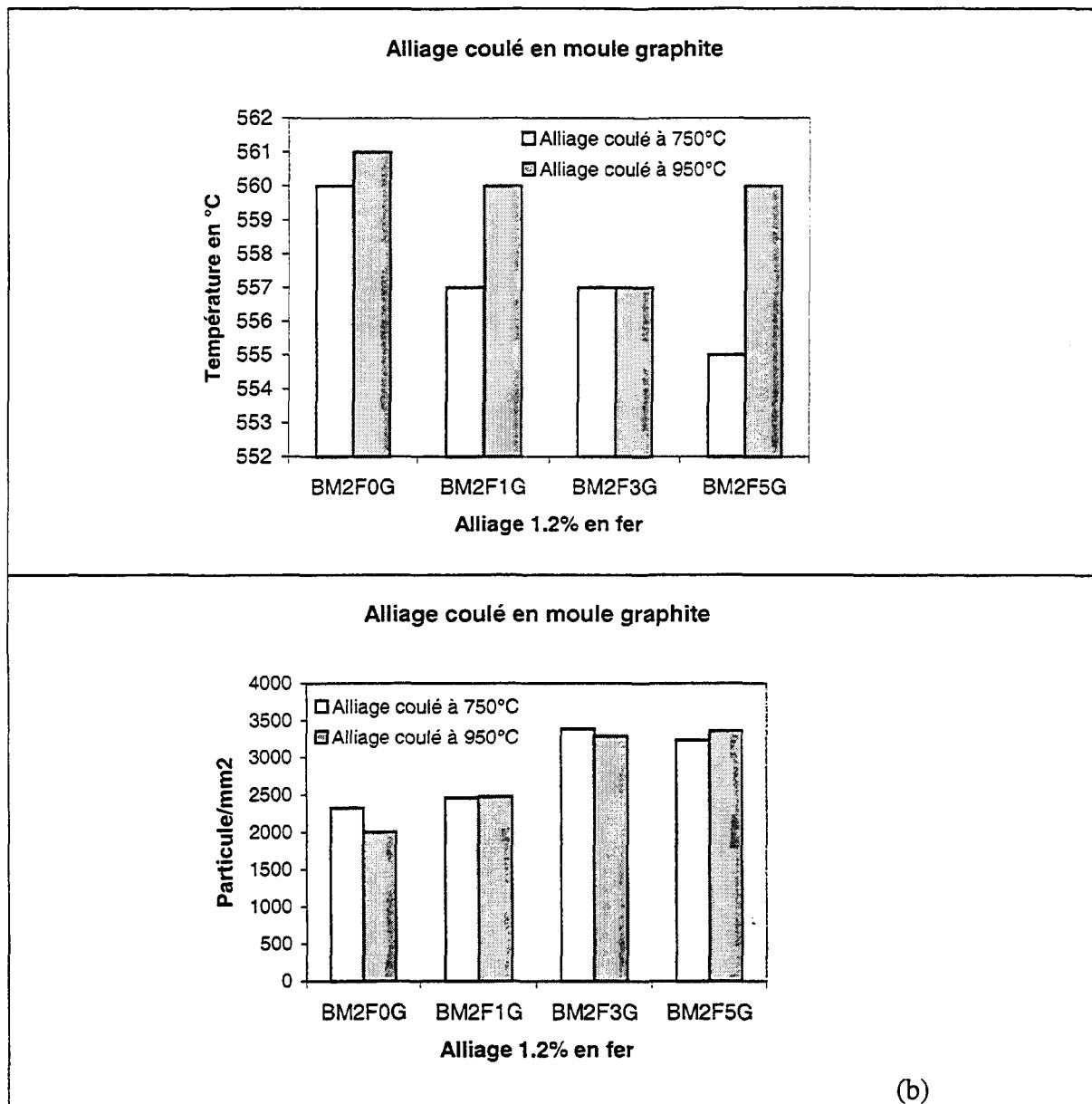


Figure 49. La variation de la température de formation du silicium eutectique et sa densité en fonction de la concentration en mischmetal.
 (a) Températures = température de formation du silicium eutectique
 (b) Particules/mm² = la densité de la phase du silicium.

Pour les alliages industriels 0.8 % en fer, où seulement les deux concentrations 0 et 5% en mischmetal ont été étudiées, la variation de la température du silicium eutectique correspond à la variation de la densité de cette phase hors équilibre. Dans ce cas on a pas observé de modification (figure 52). Il faut noter qu'on n'a pas intégré l'analyse du temps dans cette partie c'est à dire l'instant de la germination et la durée de la croissance. La modification de la phase silicium eutectique, la diminution de la surface moyenne et la longueur moyenne de chaque particule de cette dernière, est meilleure avec le taux de refroidissement qu'avec l'addition du mischmetal et/ou la surchauffe représentée par la figure 53.

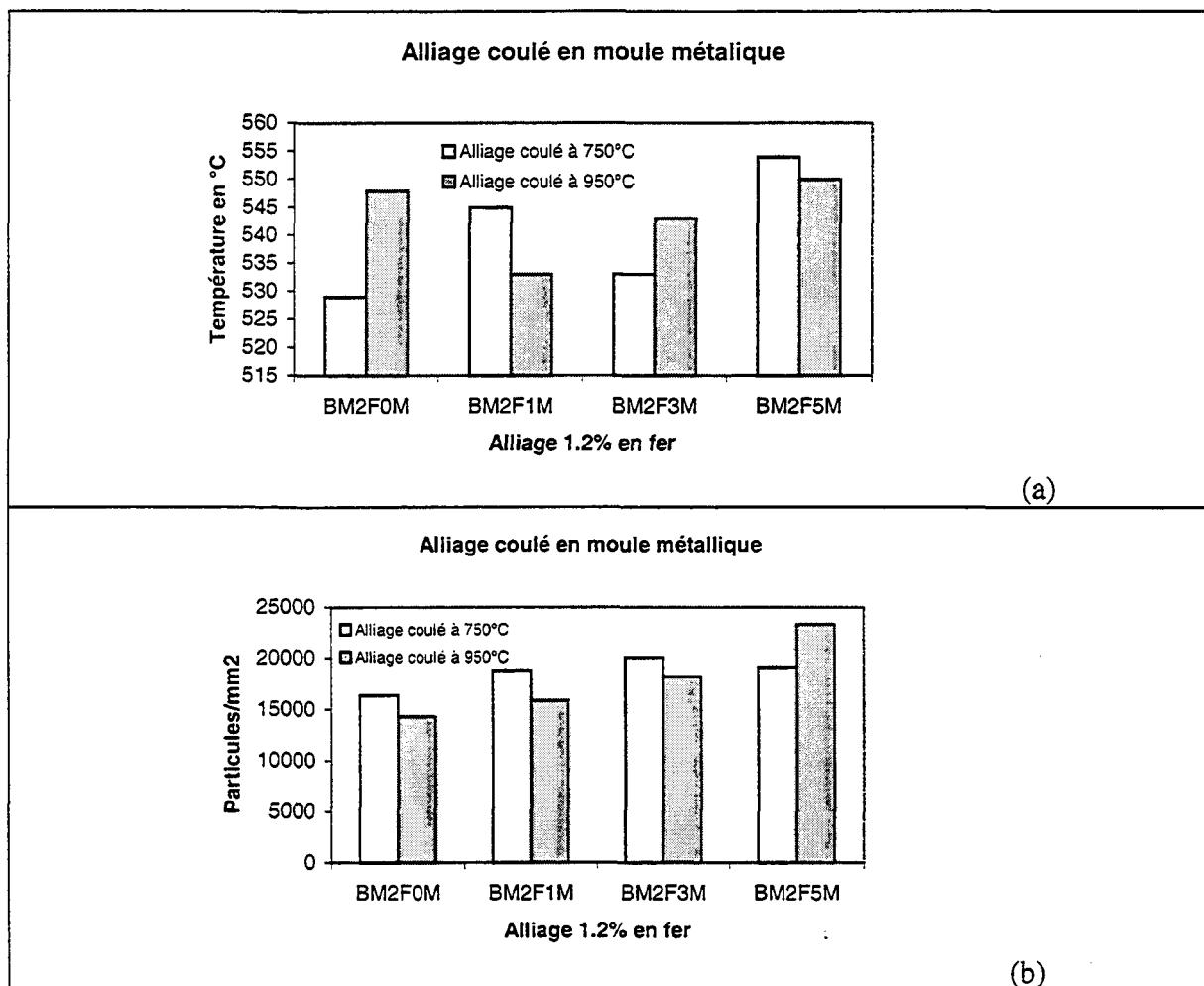


Figure 50. La variation de la température de formation silicium et sa densité en fonction de la concentration en mischmetal (suite).

(a) Températures = température de formation du silicium eutectique

(b) Particules/mm² = la densité de la phase du silicium.

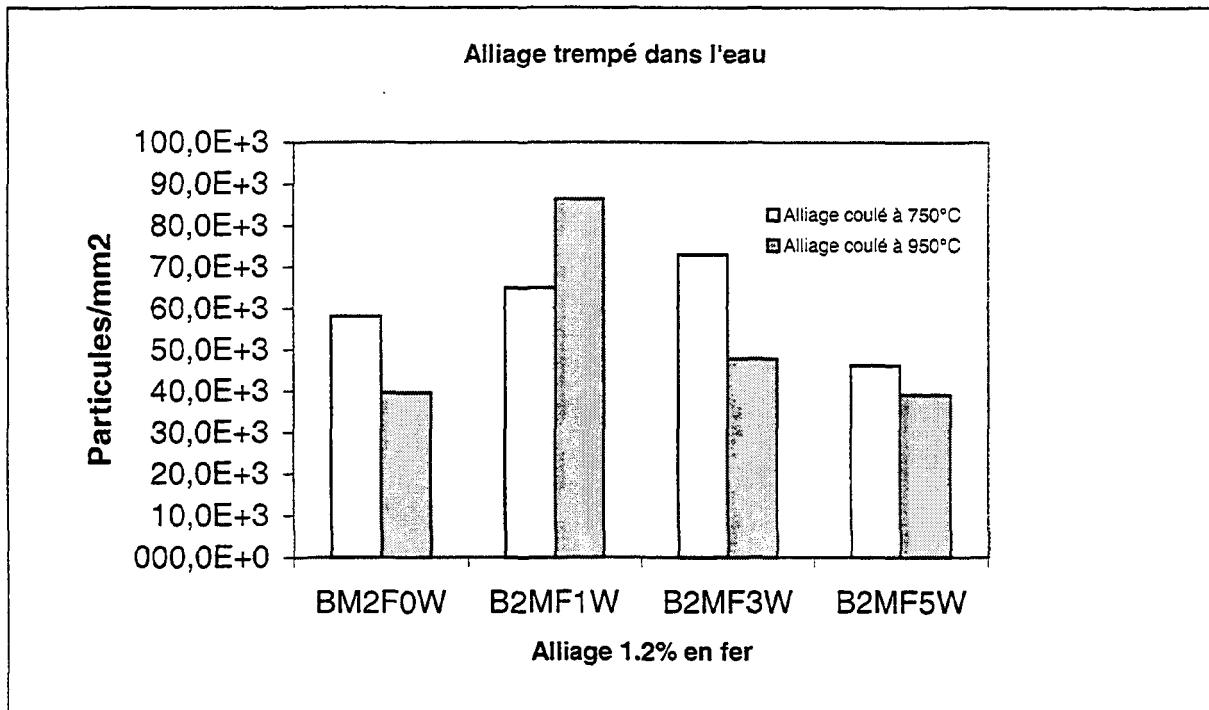


Figure 51. La variation de la densité du silicium en fonction de la concentration du mischmetal pour les alliages trempés dans l'eau.

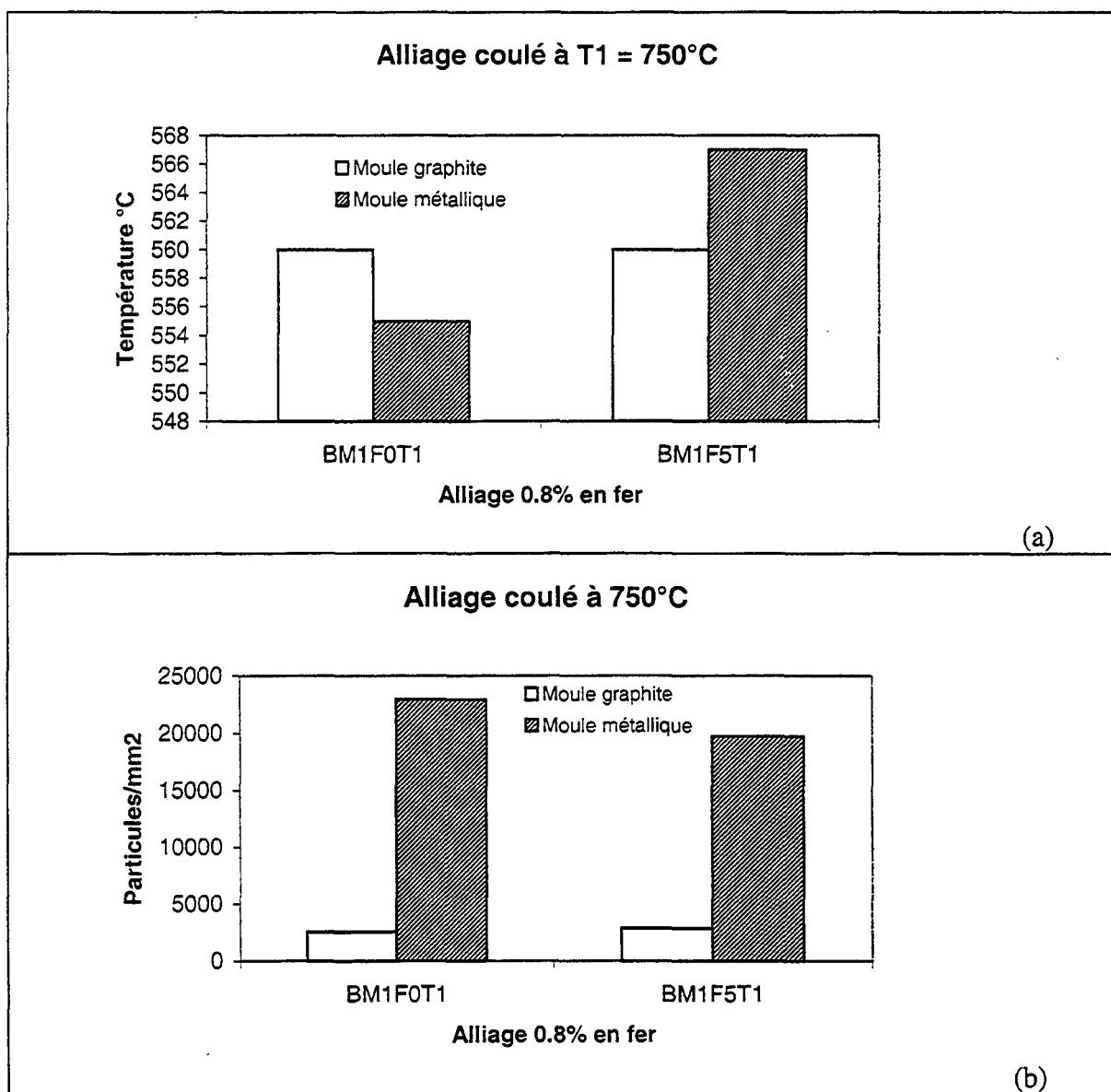


Figure 52. Analyse de la phase silicium eutectique (alliage industriel, 0.8%-Fe).

(a) Températures = température de formation du silicium eutectique

(b) Particules/mm² = la densité de la phase du silicium.

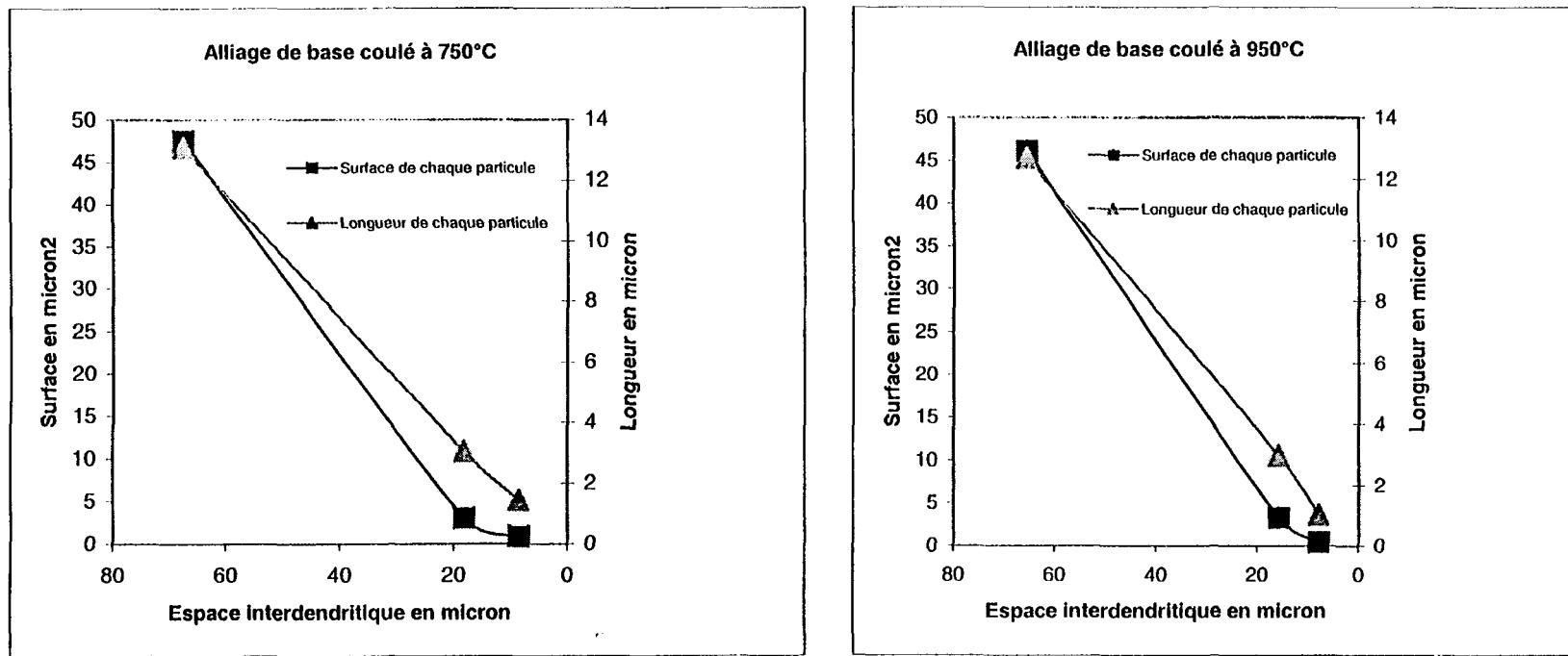


Figure 53. Effet du taux de refroidissement sur la phase silicium eutectique.

Tableau 17. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium des alliages coulés en moule graphite (alliages 1.2% en fer, μ = moyenne, σ = écart-type) (suite)

	Température de l'eutectique	L'instant du pic de la réaction eutectique	Surface moyenne en %	Surface moyenne de chaque particule	Longueur de chaque particule	rapport longueur/largeur	Densité
Alliage	T_E (°C)	t_E (seconde)	%	μm^2	μm	-	Particules/ mm^2
BM2F0GT1	560	324	$\mu = 7.35$ $\sigma = 2.02$	$\mu = 36.1$ $\sigma = 77.4$	$\mu = 10.9$ $\sigma = 14.0$	$\mu = 2.415$ $\sigma = 1.294$	2328.51
BM2F0GT2	561	503	$\mu = 4.22$ $\sigma = 1.78$	$\mu = 28.0$ $\sigma = 59.4$	$\mu = 9.032$ $\sigma = 12.03$	$\mu = 2.292$ $\sigma = 1.196$	2004.02
BM2F1GT1	557	354	$\mu = 7.04$ $\sigma = 3.05$	$\mu = 30.7$ $\sigma = 67.6$	$\mu = 9.86$ $\sigma = 13.9$	$\mu = 2.32$ $\sigma = 1.22$	2460.65
BM2F1GT2	560	481	$\mu = 5.93$ $\sigma = 2.15$	$\mu = 27.9$ $\sigma = 59.7$	$\mu = 9.36$ $\sigma = 13.09$	$\mu = 2.30$ $\sigma = 1.18$	2480.20
BM2F3GT1	557	374	$\mu = 5.74$ $\sigma = 2.02$	$\mu = 21.3$ $\sigma = 42.9$	$\mu = 8.12$ $\sigma = 10.32$	$\mu = 2.27$ $\sigma = 1.16$	3389.55
BM2F3GT2	557	455	$\mu = 3.47$ $\sigma = 1.18$	$\mu = 14.7$ $\sigma = 32.9$	$\mu = 6.25$ $\sigma = 7.74$	$\mu = 2.20$ $\sigma = 1.11$	3292.60
BM2F5GT1	555	393	$\mu = 4.14$ $\sigma = 2.08$	$\mu = 15.4$ $\sigma = 37.1$	$\mu = 6.76$ $\sigma = 8.77$	$\mu = 2.35$ $\sigma = 1.26$	3237.86
BM2F5GT2	560	491	$\mu = 5.71$ $\sigma = 2.67$	$\mu = 19.9$ $\sigma = 46.6$	$\mu = 7.80$ $\sigma = 10.75$	$\mu = 2.35$ $\sigma = 1.26$	3363.83

Tableau 18. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium des alliages coulés en moule métallique (alliages 1.2% en fer, μ = moyenne, σ = écart-type) (suite)

	Température de l'eutectique	L'instant du pic de la réaction eutectique	Surface moyenne en %	Surface moyenne de chaque particule	Longueur de chaque particule	rapport longueur/largeur	Densité
Alliage	T_E (°C)	t_E (seconde)	%	μm^2	μm	-	Particules/mm ²
BM2F0MT1	529	5.38	$\mu = 2.03$ $\sigma = 1.33$	$\mu = 1.27$ $\sigma = 13.8$	$\mu = 1.75$ $\sigma = 1.5$	$\mu = 2.00$ $\sigma = 0.84$	16375.98
BM2F0MT2	548	6.32	$\mu = 3.61$ $\sigma = 2.48$	$\mu = 2.69$ $\sigma = 12.7$	$\mu = 2.75$ $\sigma = 2.61$	$\mu = 2.11$ $\sigma = 0.94$	14318.60
BM2F1MT1	545	5.96	$\mu = 3.85$ $\sigma = 2.90$	$\mu = 2.28$ $\sigma = 13.1$	$\mu = 2.37$ $\sigma = 2.40$	$\mu = 1.99$ $\sigma = 0.85$	18809.65
BM2F1MT2	533	6.38	$\mu = 2.71$ $\sigma = 0.52$	$\mu = 1.97$ $\sigma = 13.2$	$\mu = 2.28$ $\sigma = 2.06$	$\mu = 2.06$ $\sigma = 0.92$	15867.74
BM2F3MT1	533	5.14	$\mu = 4.42$ $\sigma = 3.20$	$\mu = 2.30$ $\sigma = 14.6$	$\mu = 2.35$ $\sigma = 2.58$	$\mu = 2.02$ $\sigma = 0.83$	20060.70
BM2F3MT2	543	6.58	$\mu = 4.44$ $\sigma = 2.49$	$\mu = 2.35$ $\sigma = 12.9$	$\mu = 2.44$ $\sigma = 2.29$	$\mu = 2.00$ $\sigma = 0.84$	18198.79
BM2F5MT1	554	5.34	$\mu = 4.73$ $\sigma = 3.41$	$\mu = 2.39$ $\sigma = 13.1$	$\mu = 2.49$ $\sigma = 2.80$	$\mu = 2.02$ $\sigma = 0.84$	19141.96
BM2F5MT2	550	5.88	$\mu = 3.12$ $\sigma = 1.19$	$\mu = 1.72$ $\sigma = 13.4$	$\mu = 2.09$ $\sigma = 1.79$	$\mu = 2.01$ $\sigma = 0.83$	23310.48

Tableau 19. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium (suite)
alliages 0.8% en fer coulés en moule graphite : G, et métallique : M, μ = moyenne, σ = écart-type.

	Température de l'eutectique	L'instant du pic de la réaction eutectique	Surface moyenne en %	Surface moyenne de chaque particule	Longueur de chaque particule	rapport longueur/largeur	Densité
Alliage	T_E (°C)	t_E (seconde)	%	μm^2	μm	-	Particules/mm ²
BM1F0GT1	560	300	$\mu = 6.25$ $\sigma = 3.01$	$\mu = 10.8$ $\sigma = 15.7$	$\mu = 5.53$ $\sigma = 5.54$	$\mu = 2.28$ $\sigma = 1.21$	2544.94
BM1F5GT1	560	302	$\mu = 6.41$ $\sigma = 1.76$	$\mu = 10.1$ $\sigma = 14.1$	$\mu = 5.46$ $\sigma = 5.26$	$\mu = 2.16$ $\sigma = 1.09$	2870.02
BM1F0MT1	555	5.14	$\mu = 4.73$ $\sigma = 2.28$	$\mu = 1.83$ $\sigma = 3.22$	$\mu = 2.17$ $\sigma = 2.18$	$\mu = 2.01$ $\sigma = 0.87$	22944.63
BM1F5MT1	567	4.56	$\mu = 5.04$ $\sigma = 1.34$	$\mu = 2.34$ $\sigma = 3.54$	$\mu = 2.52$ $\sigma = 2.41$	$\mu = 2.02$ $\sigma = 0.84$	19737.32

Tableau 20. Les résultats de l'analyse thermique et métallographique du silicium des alliages trempés dans l'eau (alliages 1.2% en fer, μ = moyenne, σ = écart-type) (suite)

Alliage	Surface moyenne en %	Surface moyenne de chaque particule en μm^2	Longueur de chaque particule en μm	Le rapport longueur/largeur Pour chaque particule	Densité Particules/ mm^2
BM2F0WT1	$\mu = 5.986$ $\sigma = 2.569$	$\mu = 1.042$ $\sigma = 1.794$	$\mu = 1.629$ $\sigma = 1.809$	$\mu = 1.982$ $\sigma = 0.77344$	58046.58
B2MF0WT2	$\mu = 7.458$ $\sigma = 1.388$	$\mu = 1.708$ $\sigma = 4.009$	$\mu = 2.125$ $\sigma = 2.874$	$\mu = 2.010$ $\sigma = 0.8221$	39624.61
B2MF1WT1	$\mu = 4.360$ $\sigma = 0.7082$	$\mu = 0.6157$ $\sigma = 1.190$	$\mu = 1.290$ $\sigma = 1.355$	$\mu = 2.024$ $\sigma = 0.83546$	64998.26
B2MF1WT2	$\mu = 7.309$ $\sigma = 3.3008$	$\mu = 0.7475$ $\sigma = 1.969$	$\mu = 1.246$ $\sigma = 1.603$	$\mu = 1.842$ $\sigma = 0.6796$	86374.67
B2MF3WT1	$\mu = 5.852$ $\sigma = 2.513$	$\mu = 0.7291$ $\sigma = 1.563$	$\mu = 1.284$ $\sigma = 1.410$	$\mu = 1.901$ $\sigma = 0.7368$	72992.70
B2MF3WT2	$\mu = 4.268$ $\sigma = 0.8380$	$\mu = 0.6206$ $\sigma = 1.216$	$\mu = 1.234$ $\sigma = 1.179$	$\mu = 1.992$ $\sigma = 0.7892$	47792.84
B2MF5WT1	$\mu = 4.465$ $\sigma = 1.138$	$\mu = 0.8180$ $\sigma = 1.180$	$\mu = 1.49$ $\sigma = 1.38$	$\mu = 2.011$ $\sigma = 0.80045$	46228.71
B2MF5WT2	$\mu = 3.247$ $\sigma = 0.7649$	$\mu = 0.5694$ $\sigma = 1.296$	$\mu = 1.153$ $\sigma = 1.140$	$\mu = 1.903$ $\sigma = 0.7121$	39103.32

4.2.4 Analyse des intermétalliques du fer (sans mischmetal)

Les figures 54 à 59 montrent les courbes de l'analyse thermique des alliages 0.4%, 0.8% et 1.2% en fer pour les deux températures de surchauffe T_1 et T_2 . Trois principales phases intermétalliques de fer sont rencontrées dans les alliages d'aluminium 319.2 : les plaquettes ségrégées qui se forment à l'état liquide, la phase α -fer et la phase β -Fe qui est nuisible aux propriétés mécaniques de ces alliages. Selon Gruzleski et Mackay⁵⁰, la phase β -Fe est observable sur les courbes d'analyse thermique lorsque la concentration en poids du fer est supérieure ou égale à 0.6%. D'autres paramètres peuvent diminuer la quantité de la phase β -Fe tels que la surchauffe et le taux de refroidissement. Le facteur de ségrégation qui caractérise la précipitation des plaquettes ségrégées est défini par la formule suivante : $= (1 \times \% \text{Fe}) + (2 \times \% \text{Mn}) + (3 \times \% \text{Cr})^9$. Le rapport des poids $\text{Fe}/\text{Mn} = 2$ peut abaisser le risque d'obtenir la phase pré-eutectique Al_5FeSi ². Alors, que le rapport¹⁰ $\text{Mn}/\text{Fe} = 1/2$ ou $1/1.5$ permet la cristallisation complète des intermétalliques de fer en phase α dans les alliages 319. Le même auteur ajoute que la phase β -fer se forme à des niveaux de Mn, inférieurs à 0.35%, ce qui est le cas dans le présent travail de recherche. Lakshmanan et al.¹⁰ précisent que les plaquettes ségrégées se forment pour une concentration en Mn supérieure à 0.5%.

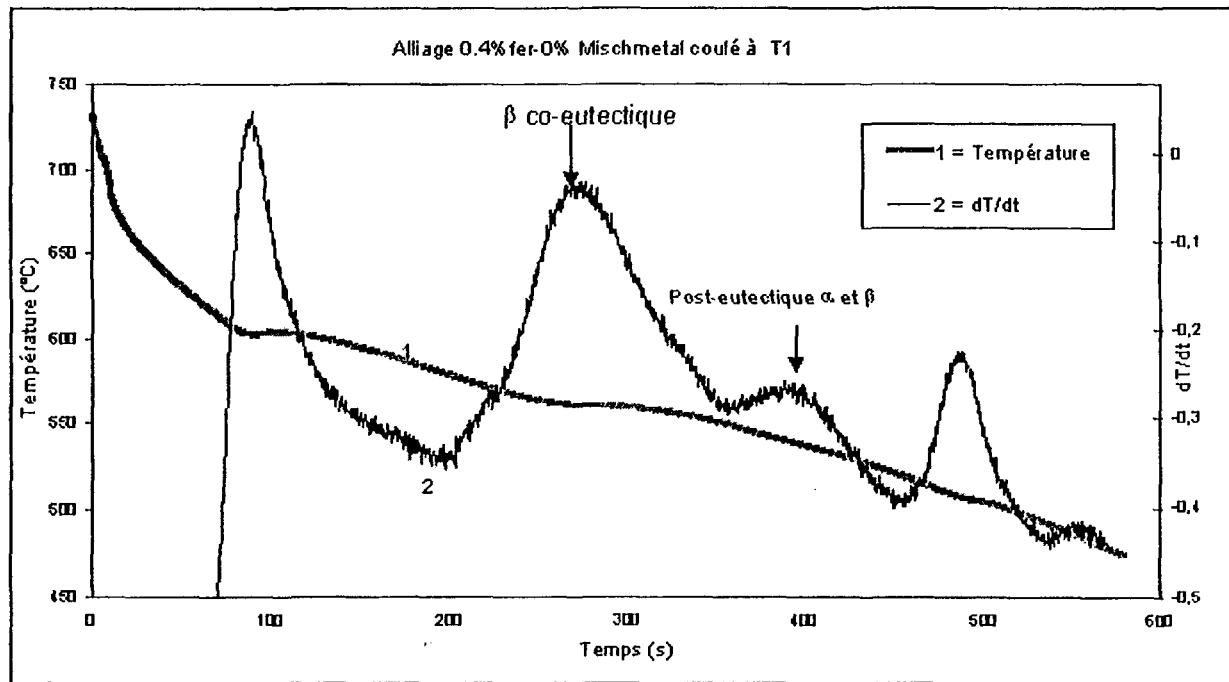


Figure 54. Courbe de refroidissement de l'alliage BM0GT1.

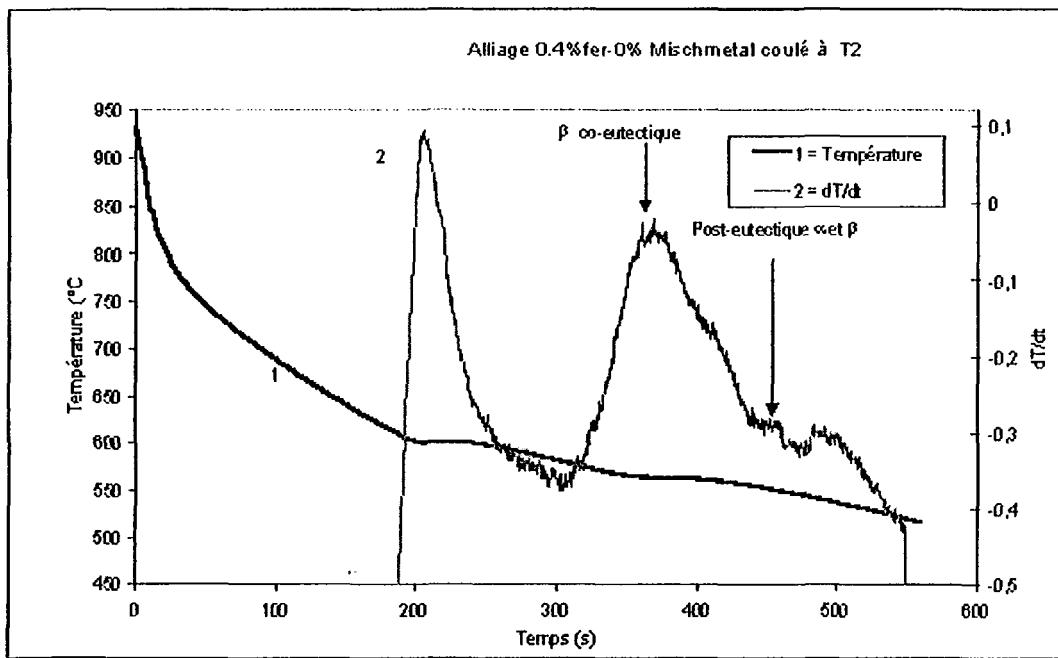


Figure 55. Courbe de l'analyse thermique de l'alliage BM0GT2.

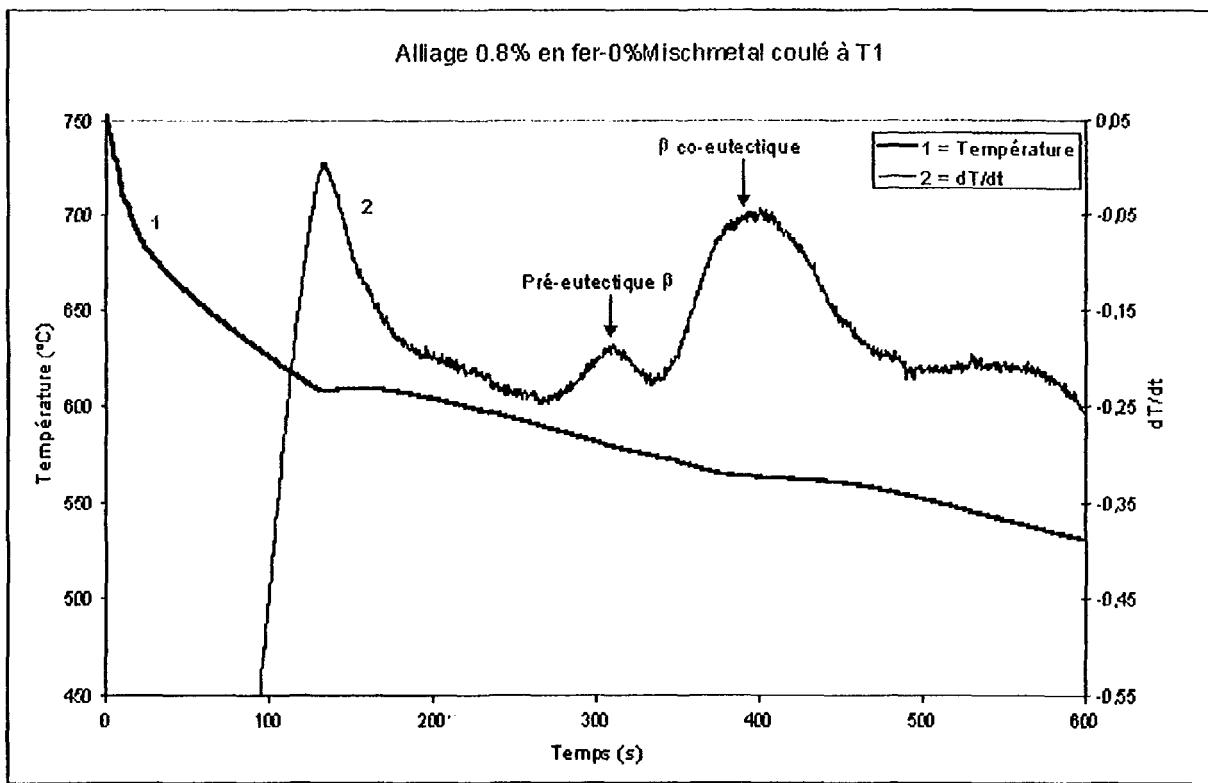


Figure 56. Courbe d'analyse thermique BM1F0GT1.

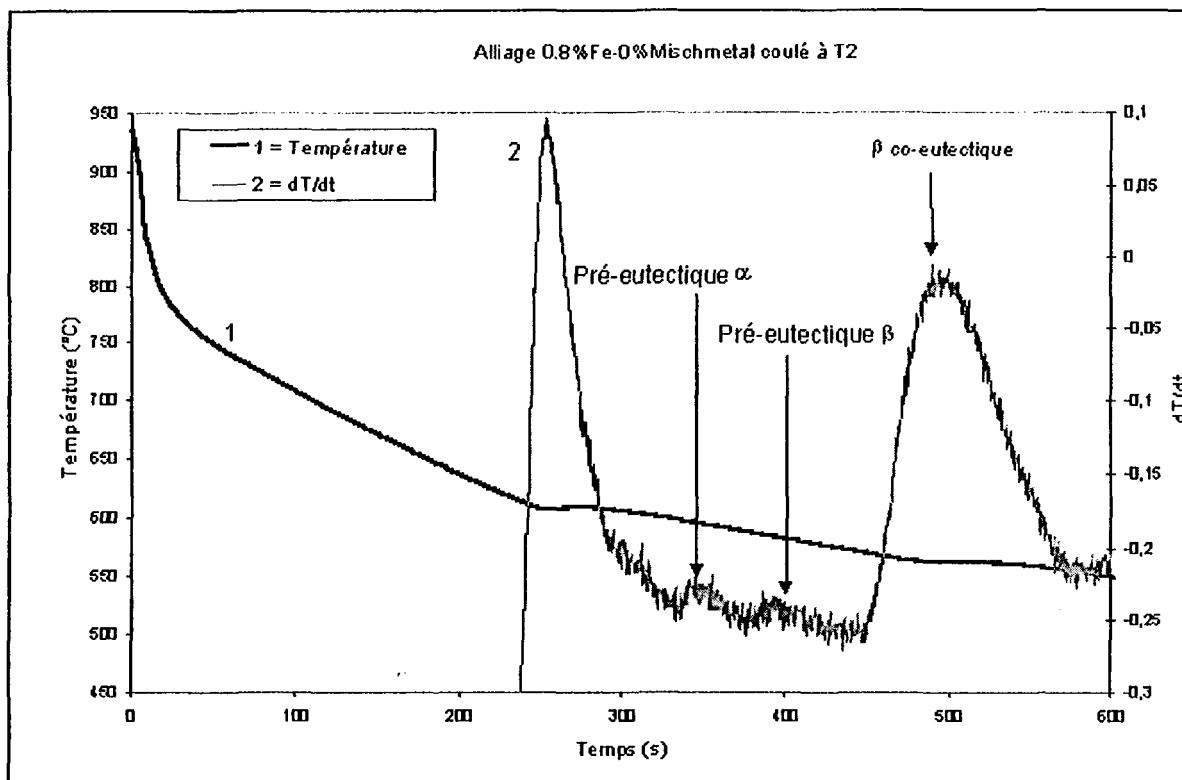


Figure 57. Courbe de l'analyse thermique de l'alliage BM1F0GT2.

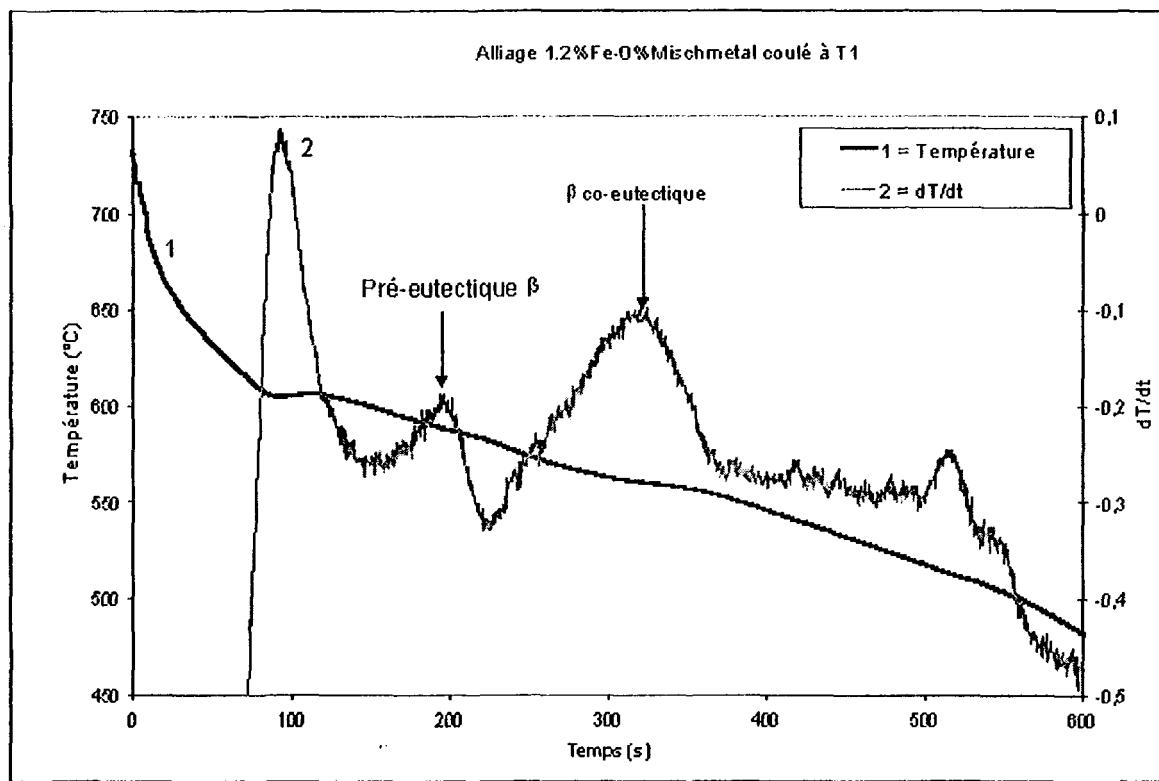


Figure 58. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM2F0GT1.

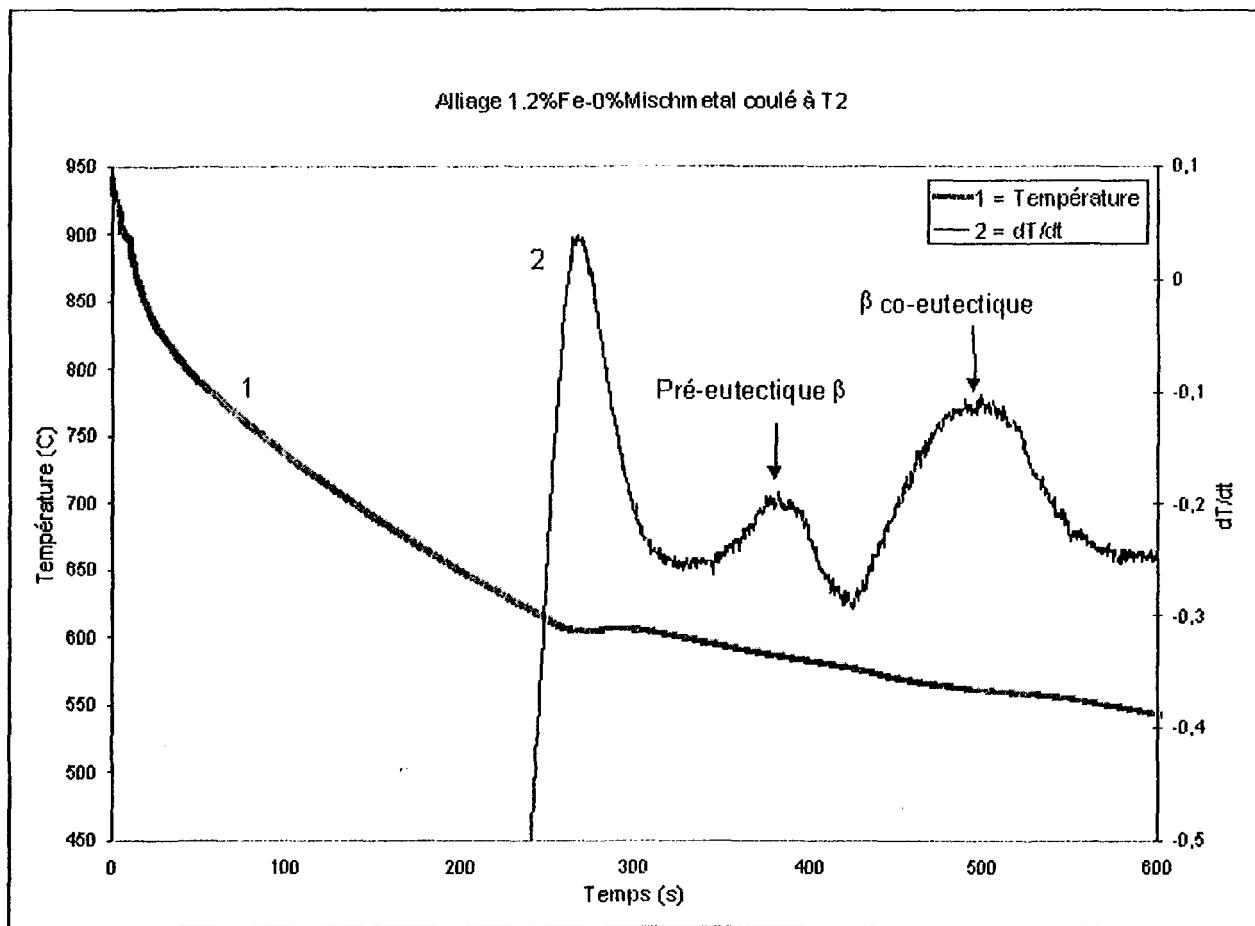


Figure 59. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM2F0GT2.

La précipitation des trois phases β -Fe : pré-eutectique, co-eutectique et post-eutectique lors du refroidissement de l'alliage hypo-eutectique Al-Si, dépend de plusieurs paramètres. Les principaux paramètres sont la température de surchauffe, la concentration en fer et la présence d'agent neutralisant. La température de formation de la phase β -Fe détermine sa microstructure. En effet, lorsque la température de formation T_f est basse, la diffusion du fer est difficile, ce qui diminue la taille de chaque particule. La phase β -Fe pré-eutectique qui se forme à haute température où la diffusion des atomes est facile, a une grande taille. Les températures de formation des phases observées sur les courbes de refroidissement sont comparées à celles trouvées par Gruzleski *et al.*⁵⁰ et Bäckerud *et al.*² (voir tableau 20). Les résultats obtenus par Gruzleski *et al.*⁵⁰ montrent que la relation entre la température de formation de la phase β -Fe pré-eutectique et la concentration en poids de fer a une tendance linéaire. Comme la phase β -Fe pré-eutectique ne peut-être observée sur la courbe d'analyse thermique qu'à partir de 0.6% en fer, on a extrapolé grâce à cette relation linéaire, pour obtenir la température de formation de cette phase pour l'alliage contenant 0.4% en fer. Pour un tel alliage, la phase β -Fe pré-eutectique n'existe pas car sa température de formation obtenue par extrapolation montre qu'il s'agit plutôt de la phase β -Fe co-eutectique (voir référence tableau 20). Les phases intermétalliques de fer sont observables sur les courbes de refroidissement uniquement à l'équilibre. La température de formation de la phase β -Fe post-eutectique chez l'alliage 0.4%-fe augmente lorsqu'on

surchauffe l'alliage à la température $T_2 = 950^\circ\text{C}$. Ceci se traduit par une diminution de la densité de cette dernière, car une haute température de formation facilite la diffusion des atomes et engendre des particules β plus longues. Pour l'alliage 1.2%-Fer la température de formation de la phase β ne subit pas de changements significatifs lorsque la température de surchauffe passe à $T_2 = 950^\circ\text{C}$. Cependant sa densité chute dramatiquement. La densité calculée correspond à celle des phases pré-eutectique, co-eutectique et post-eutectique. On remarque aussi que la température de formation de la phase β -Fe post-eutectique et pré-eutectique augmente d'une manière significative avec la concentration en fer. Celle de la phase co-eutectique semble rester constante.

Tableau 21. La température de formation des phases intermétalliques de fer (β -Fe)
(Alliages coulés en moule graphite, 0% en mischmetal (MM))

#Figure	Alliage	Les phases	Température de formation	Référence	Densité totale de la phase β	Longueur En μm	Largeur En μm
62	0.4%Fe-T1	Post-eutectique β Co-eutectique β Pré-eutectique β	539°C 561°C -	564°C ⁵⁰ *	67 P/mm ²	$\mu = 58$ $\sigma = 47$	$\mu = 3$ $\sigma = 3$
63	0.4%Fe-T2	Post-eutectique β Co-eutectique β	551°C 563°C		30 P/mm ²	$\mu = 58$ $\sigma = 43$	$\mu = 3$ $\sigma = 2$
66	0.8%Fe-T1	Pré-eutectique β Co-eutectique β	578°C 560°C	575°C ⁵⁰	238 P/mm ²	$\mu = 85$ $\sigma = 69$	$\mu = 3$ $\sigma = 1$
67	0.8%Fe-T2	Pré-eutectique α Pré-eutectique β Co-eutectique β	590°C 580°C 562°C	590°C ²	159 P/mm ²	$\mu = 42$ $\sigma = 33$	$\mu = 2$ $\sigma = 1$
68	1.2%Fe-T1	Pré-eutectique β Co-eutectique β	588°C 560°C	592°C ⁵⁰	402 P/mm ²	$\mu = 103$ $\sigma = 57$	$\mu = 4$ $\sigma = 2$
69	1.2%Fe-T2	Pré-eutectique β Co-eutectique β	586°C 561°C		137 P/mm ²	$\mu = 62$ $\sigma = 41$	$\mu = 3$ $\sigma = 1$

* Extrapolation. μ = moyenne. σ = Écart-type.

On n'a pas pu déterminer la température de formation des autres phases puisqu'elles ne sont pas observables sur les courbes d'analyse thermique. Néanmoins on a réalisé l'analyse métallographique de ces alliages. Le tableau 21 résume cette analyse.

Tableau 22. La densité de la phase α et des plaquettes ségrégées.

Alliage sans mischmetal coulé en moule graphite

Alliage	Densité de la phase α	Densité des plaquettes ségrégées
0.4%Fe-T1	1.50 P/mm ²	1.50 P/mm ²
0.4%Fe-T2	1.90 P/mm ²	1.10 P/mm ²
0.8%Fe-T1	0.04 P/mm ²	1.22 P/mm ²
0.8%Fe-T2	0.00 P/mm ²	4.36 P/mm ²
1.2%Fe-T1	0.46 P/mm ²	0.61 P/mm ²
1.2%Fe-T2	1.22 P/mm ²	1.71 P/mm ²

Pour les alliages coulés à $T1 = 750^{\circ}\text{C}$, la densité de la phase α et celle des plaquettes ségrégées diminue lorsque la concentration en fer augmente, par contre celle de la phase β -Fe augmente comme illustré dans la figure 60.

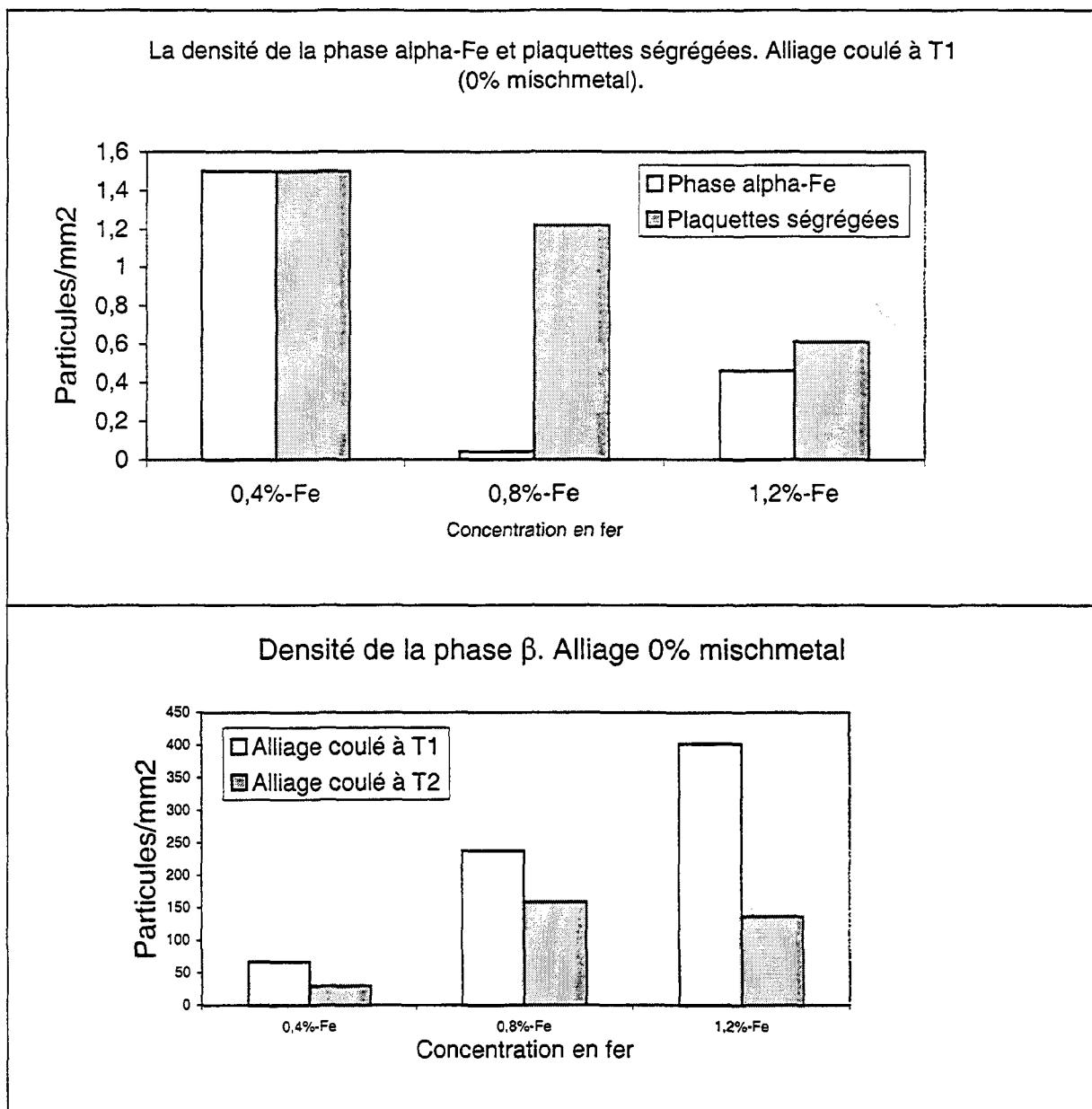


Figure 60. Densité des intermétalliques en fonction du % en fer (0% mischmetal)

Lorsqu'on surchauffe les alliages à $T_2 = 950^\circ\text{C}$, la densité de la phase α et les plaquettes ségrégées augmentent alors que celle de la phase β -Fe diminue (voir figure 61 et tableau 21). Les paramètres géométriques longueur et largeur des particules la phase β -fe varient en fonction de la température de la surchauffe et de la concentration en fer (figure 62). La longueur de ces particules augmente lorsque la concentration en fer augmente et elle diminue lorsque la température de coulé passe de 750°C à 950°C . Cette diminution s'explique par le manque de fer engagé dans la formation des plaquettes ségrégées et la phase α -Fe. D'autres paramètres peuvent aussi influencer la longueur des particules β comme le temps de précipitation de ces dernières. En ce qui concerne la largeur de ces particules, le changement est important à 1.2 %. Nous avons remarqué qu'elle augmente d'une manière significative lorsqu'on passe de 0.4% à 1.2% en fer. La surchauffe diminue aussi la largeur de ces particules. La mesure de la largeur dépend de la coupe qu'on réalise et de la quantité de fer mise en jeu. Il est donc difficile de conclure dans le cas de l'alliage contenant 0.4% en fer.

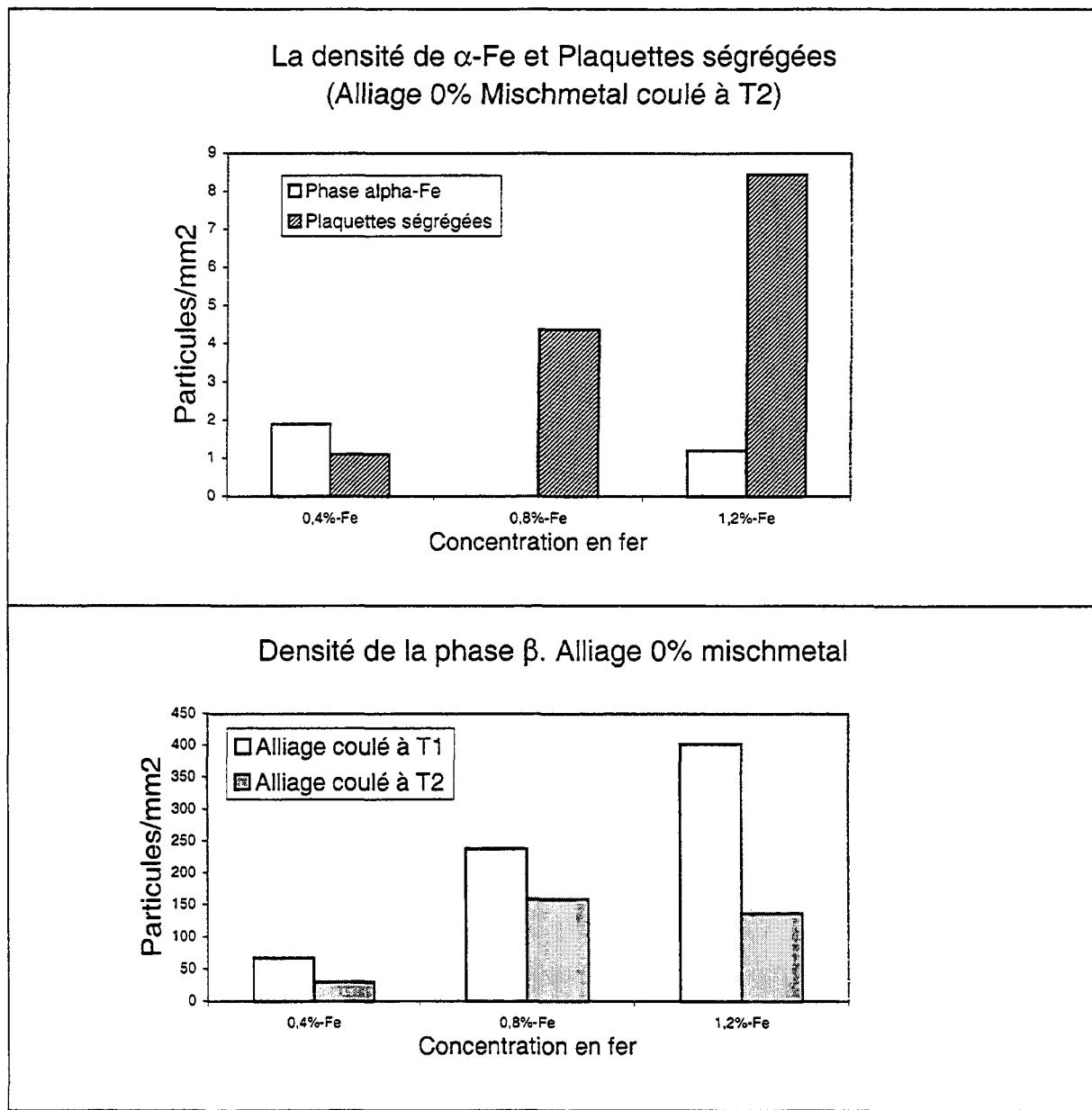


Figure 61. Densité des intermétalliques en fonction de % en fer (0% mischmetal) (Suite).

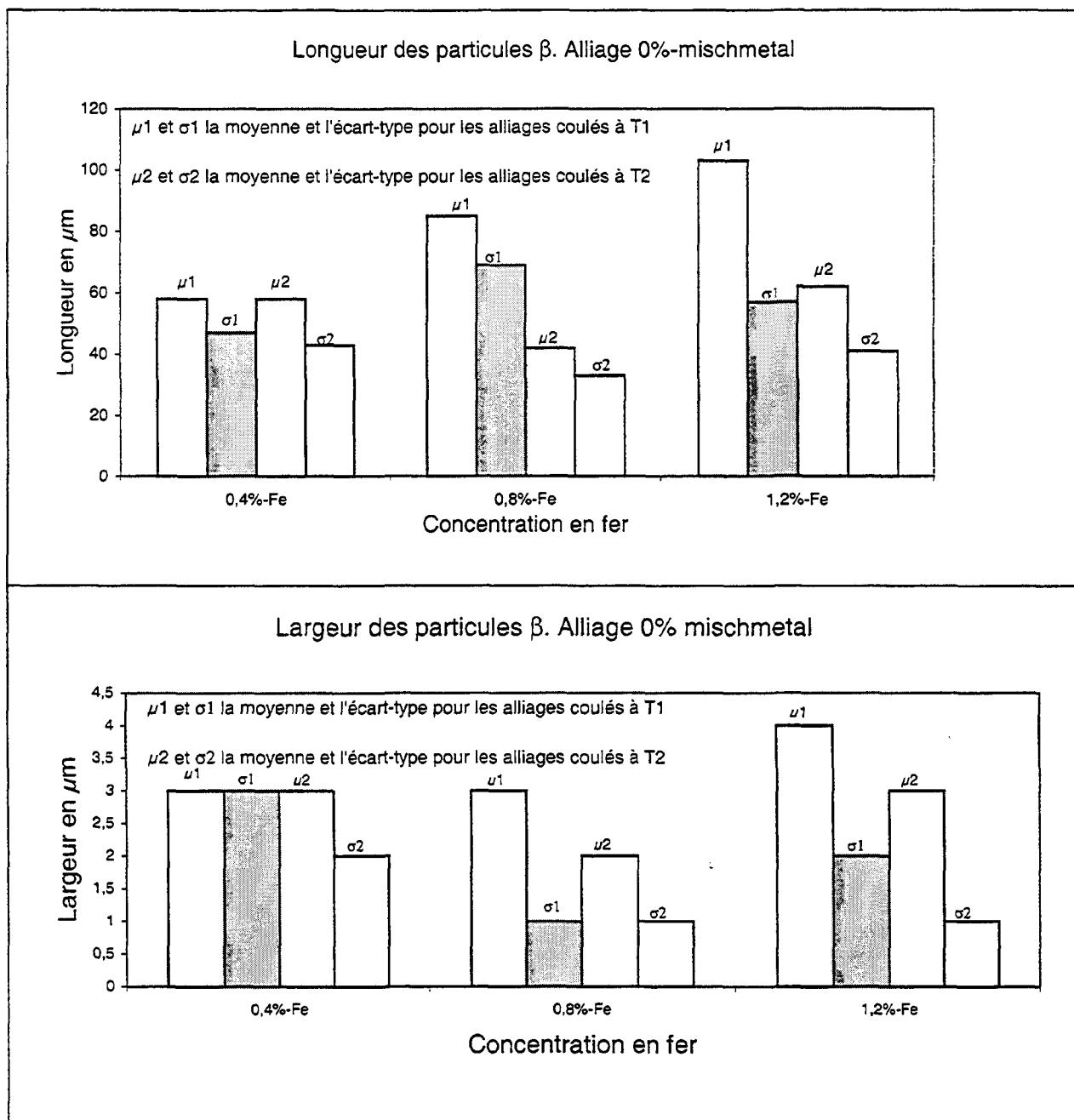


Figure 62. Paramètres géométriques de la phase β -Fe.

4.2.5 Analyse des intermétalliques (avec mischmetal)

L'analyse au microscope électronique nous a montré l'existence d'une nouvelle phase MM liée au mischmetal qui a la même morphologie que la phase β . Il est difficile de la distinguer de cette dernière. Les figures 63 à 68 représentent les courbes de refroidissement des alliages en question. Ces courbes mettent en évidence deux nouveaux pics correspondant à deux nouvelles phases : MM1 et MM2. Les caractéristiques de ces intermétalliques sont colligées dans les tableaux 22 et 23. On ne peut faire correspondre un de ces pics à la phase MM par manque de preuves. Les nouvelles phases liées au mischmetal sont observables sur les courbes de refroidissement pour deux valeurs de la concentration en fer en l'occurrence 0.8% et 1.2%. La phase MM1 disparaît chez l'alliage 1.2% en fer 5% mischmetal coulé à la température $T_2 = 950^\circ\text{C}$. La densité de la phase MM, est calculée en retranchant la densité de la phase β mesurée pour l'alliage 0%-Mischmetal à celle de l'alliage 5%-Mischmetal. On étudie le cas limite 0%-Mischmetal et 5%-Mischmetal pour quantifier d'une manière significative la phase MM. La densité de cette dernière augmente avec la concentration en fer (figure 69) dans les alliages coulés à la température $T_1 = 750^\circ\text{C}$. Le même phénomène est observé lorsque chaque alliage est coulé à la température de surchauffe $T_2 = 950^\circ\text{C}$, sauf pour l'alliage 0.8% fer 5% mischmetal.

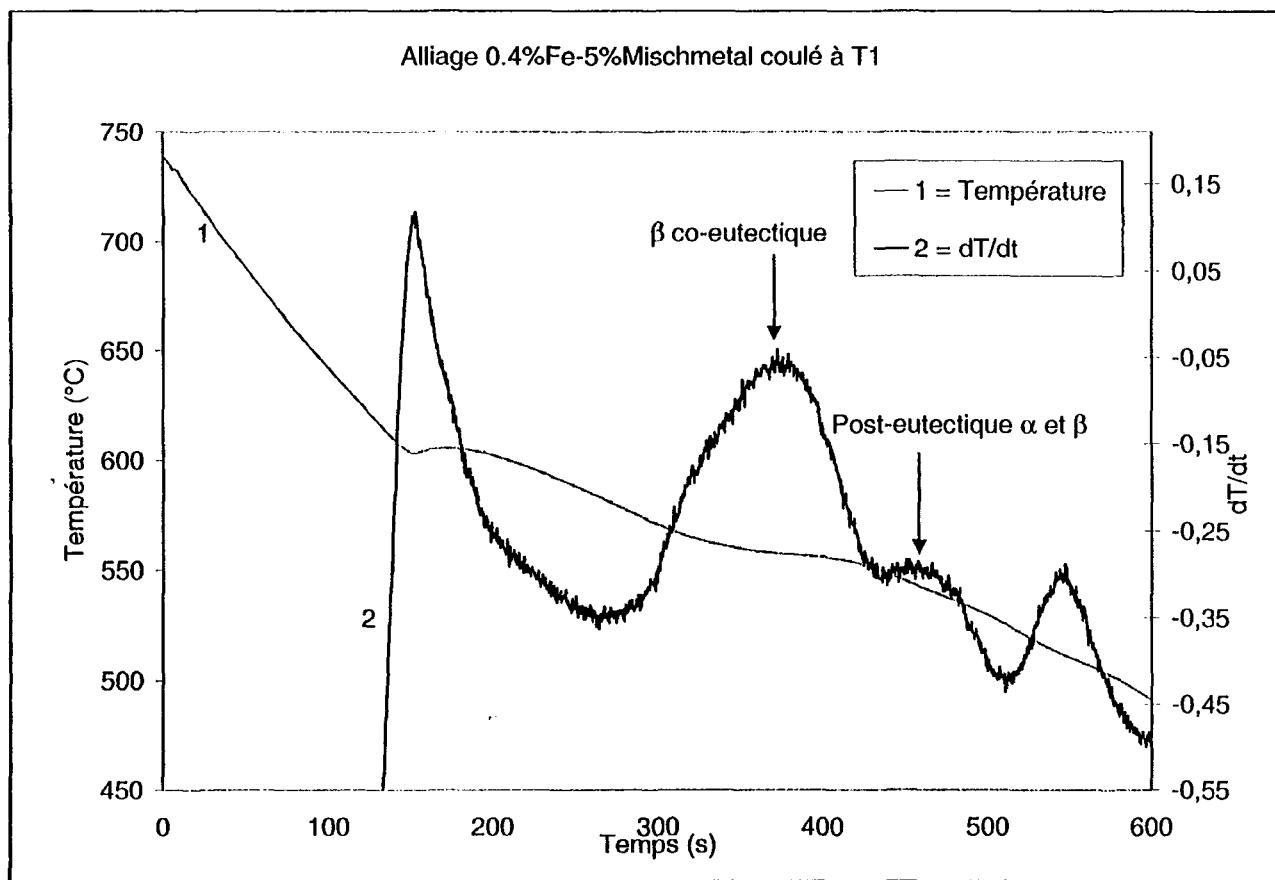


Figure 63. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM5GT1.

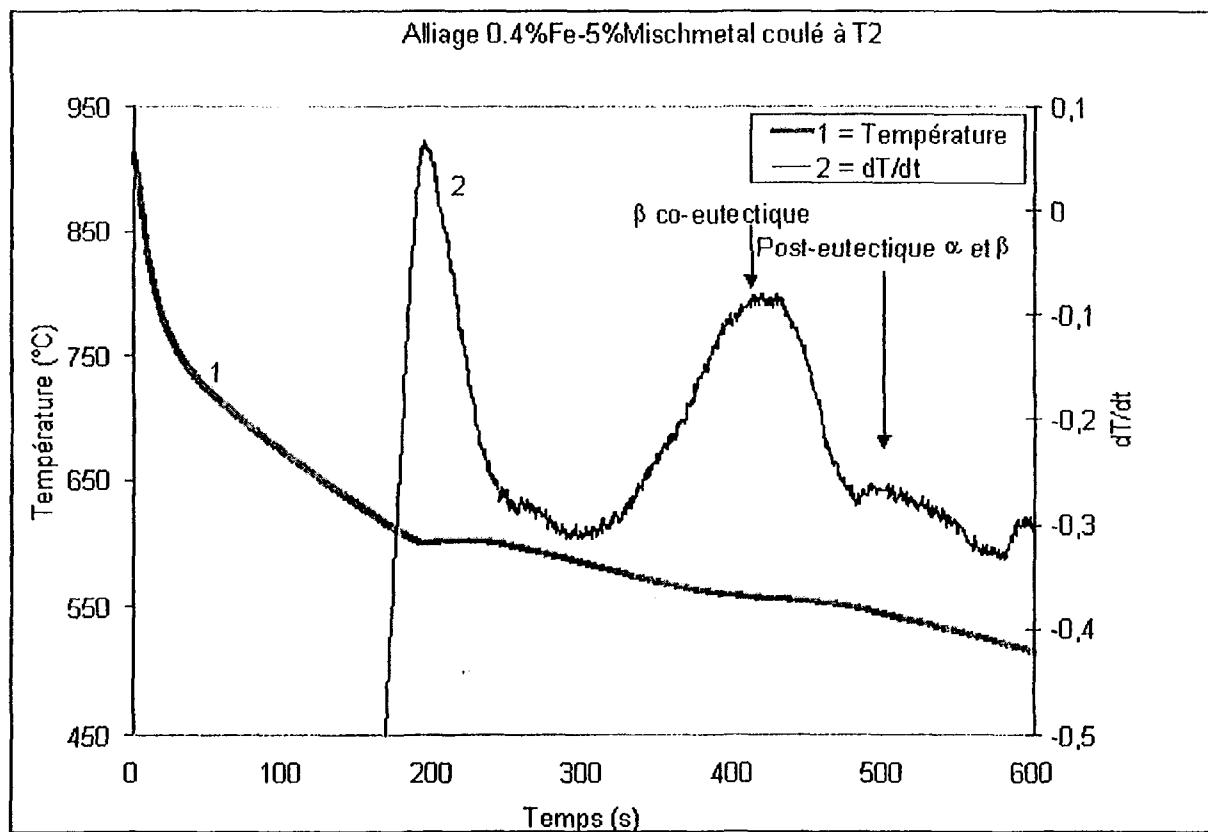


Figure 61. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM5GT2

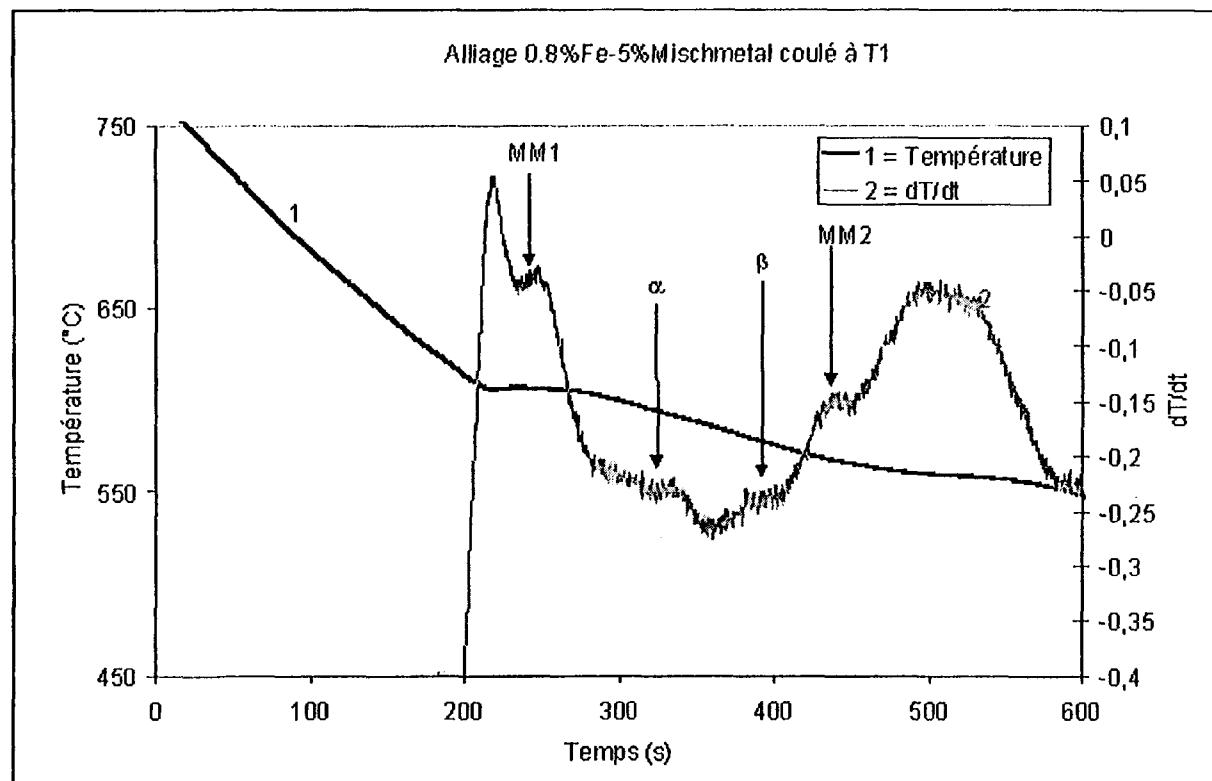


Figure 61. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM1F5GT1

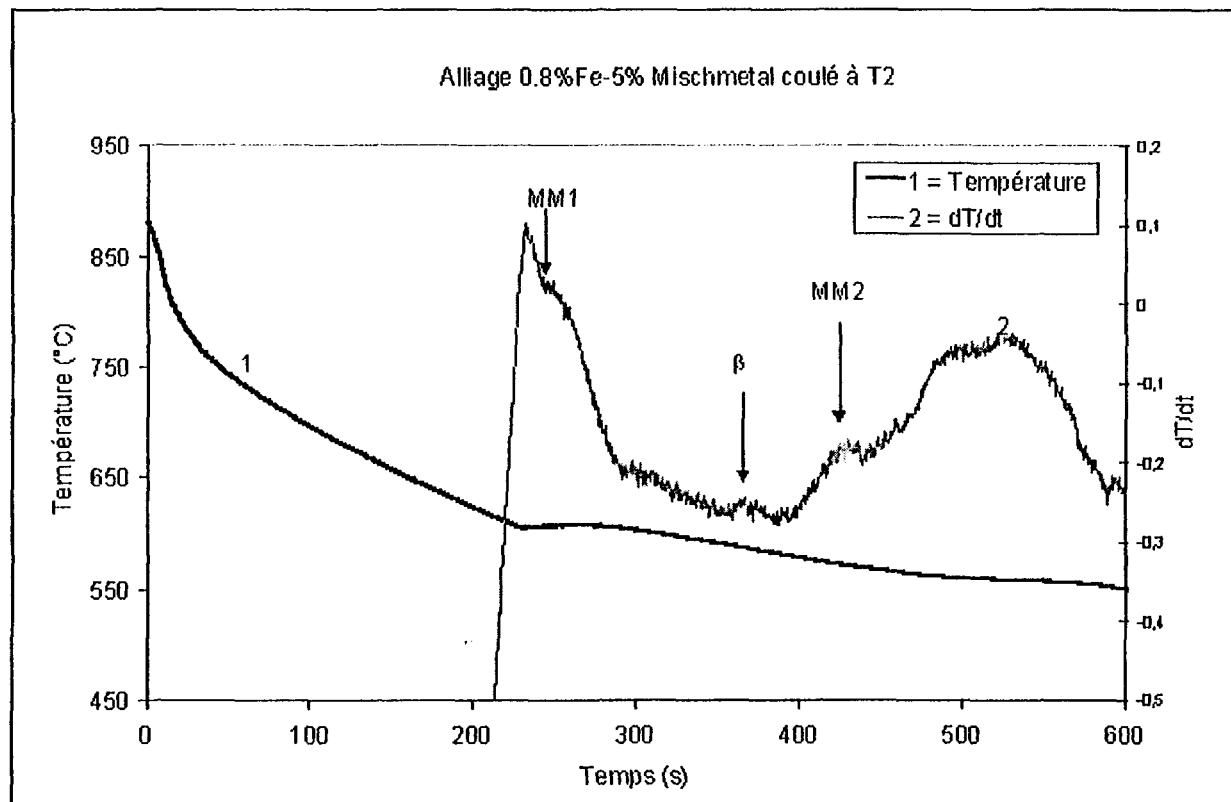


Figure 61. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM1F5GT2.

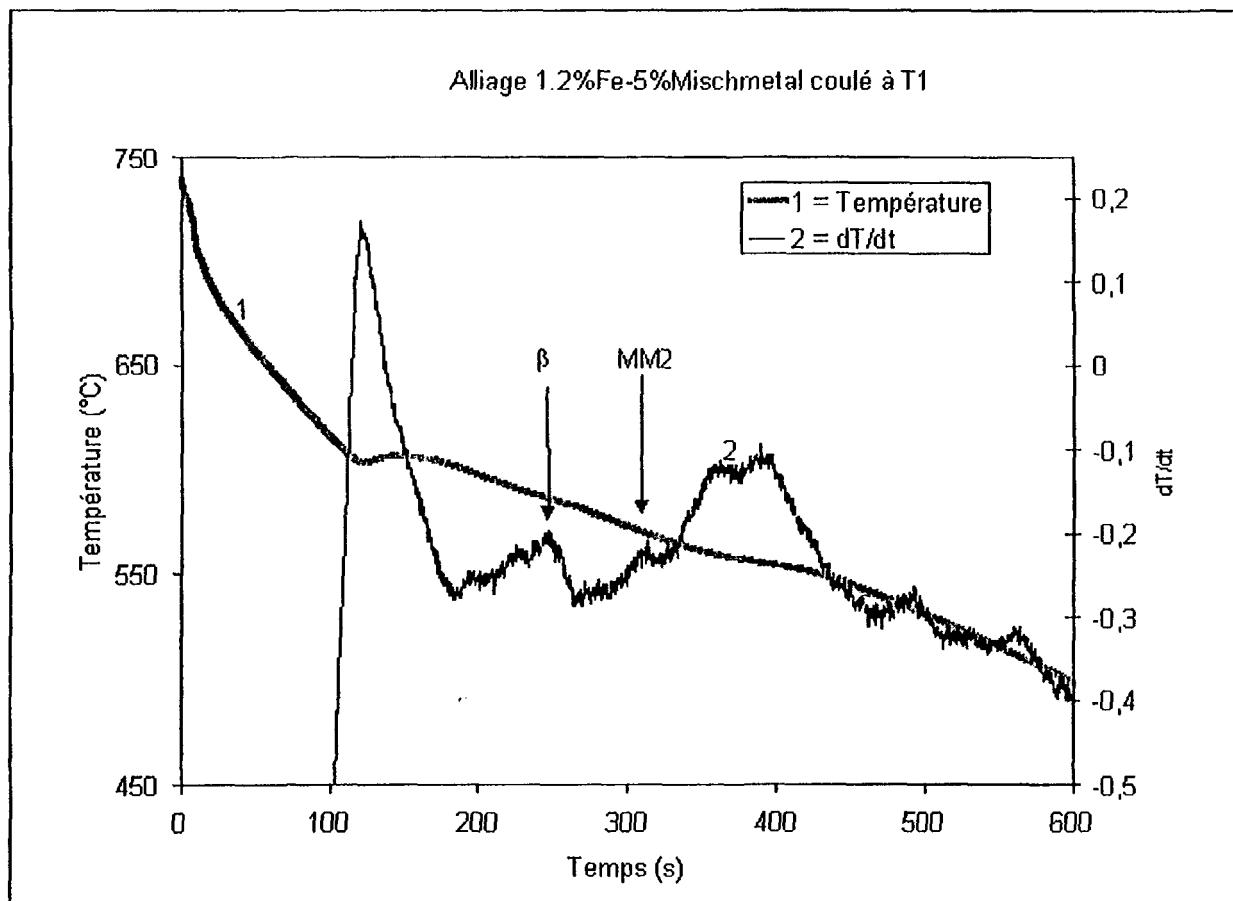


Figure 61. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM2F5GT1.

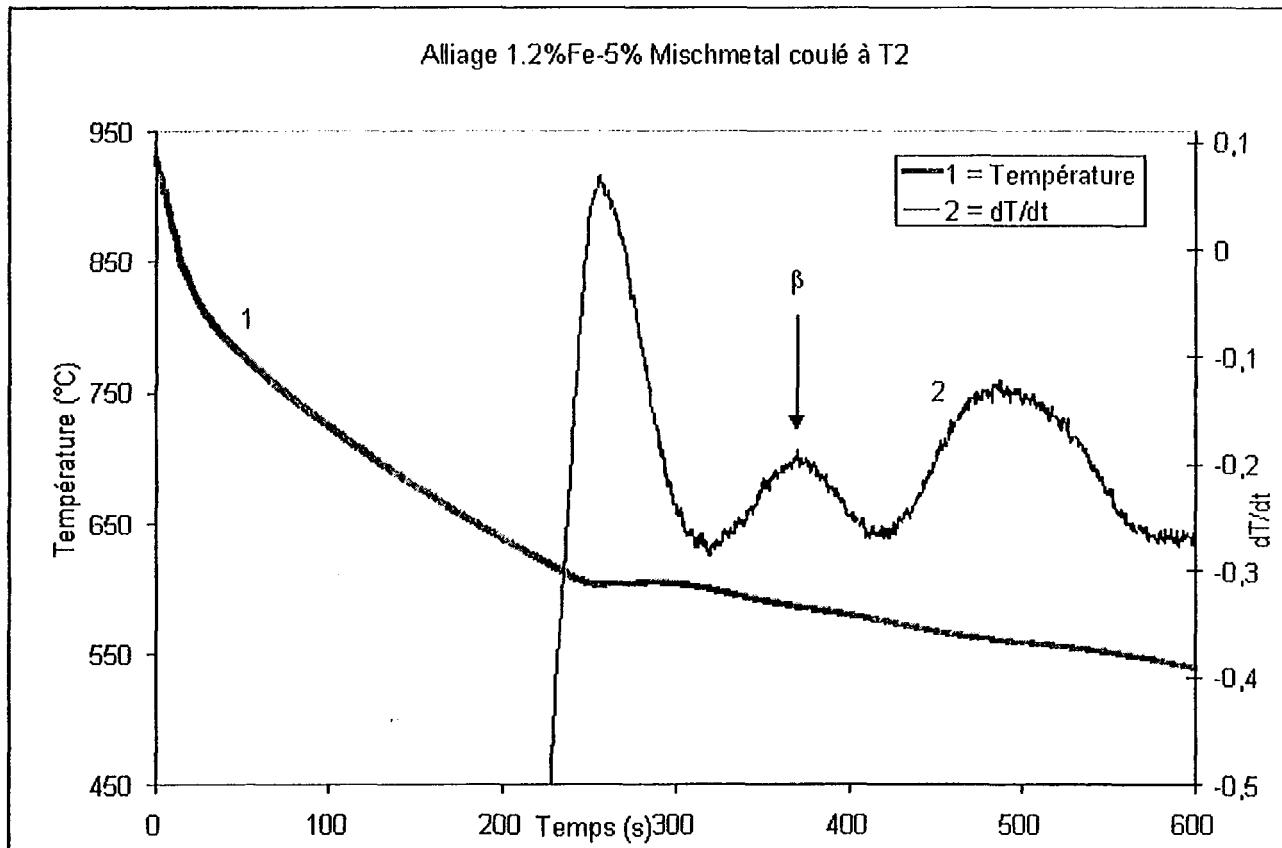


Figure 61. Courbe d'analyse thermique de l'alliage BM2F5GT2.

Tableau 23. La température de formation des phases intermétalliques avec mischmetal
 (Alliages coulés en moule graphite à $T1 = 750^{\circ}\text{C}$ et $T2 = 950^{\circ}\text{C}$, 5%
 de mischmetal (MM), μ = moyenne, σ = Écart-type.)

#Figure	Alliage	Phase	Température	Densité g/mm^3	Longueur en μm	Largeur en μm
68	0.4%Fe5%MM T1	Post-eutectique β β et MM MM	545°C	113 46	β et MM : $\mu = 95, \sigma = 132$	β et MM : $\mu = 4, \sigma = 2$
69	0.4%Fe5%MM T2	Post-eutectique β β et MM MM	544°C	141 111	β et MM : $\mu = 81, \sigma = 64$	β et MM : $\mu = 3, \sigma = 2$
70	0.8%Fe5%MM T1	Mischmetal MM1 Pré-eutectique α Pré-eutectique β Mischmetal MM2 β et MM MM	605°C 592°C 579°C 566°C	0.04 314 118	β et MM : $\mu = 81, \sigma = 121$	β et MM : $\mu = 3, \sigma = 3$
71	0.8%Fe5%MM T2	Mischmetal MM1 Pré-eutectique β Mischmetal MM2 β et MM MM	606°C 585°C 571°C	298 69	β et MM : $\mu = 85, \sigma = 45$	β et MM : $\mu = 4, \sigma = 2$
72	1.2%Fe5%MM T1	Pré-eutectique β Mischmetal MM2 β et MM MM	585°C 568°C	824 422	β et MM : $\mu = 91, \sigma = 84$	β et MM : $\mu = 4, \sigma = 1$
73	1.2%Fe5%MM T2	Pré-eutectique β β et MM MM	585°C	336 199	β et MM : $\mu = 54, \sigma = 46$	β et MM : $\mu = 2, \sigma = 1$

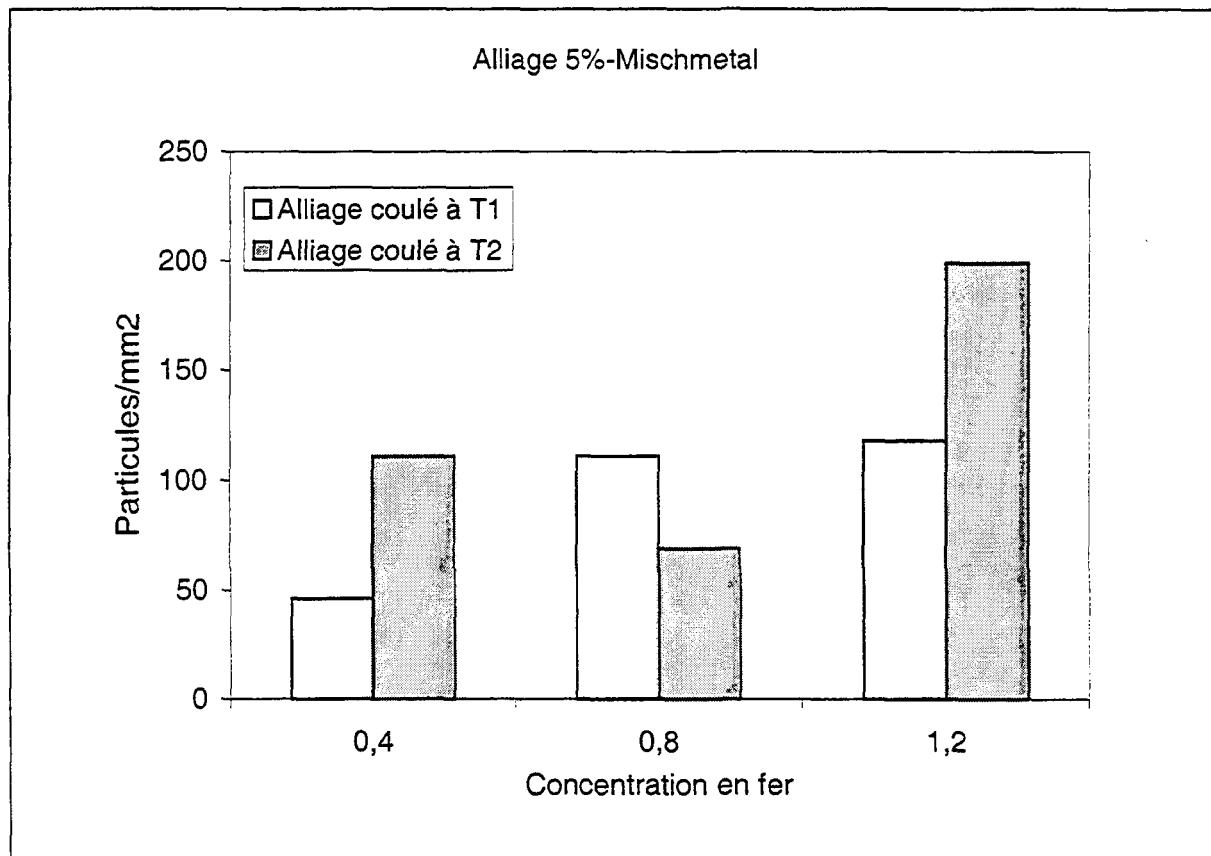


Figure 69. La variation de la densité de la phase du mischmetal en fonction de la concentration en fer.

Tableau 24. La densité de la phase α et des plaquettes ségrégées.

(Alliage coulé en moule graphite contenant du mischmetal (MM))

Alliage	Densité de la phase α	Densité des plaquettes ségrégées
0.4%-Fe 5%MM T1	0.00 P/mm ²	5.00 P/mm ²
0.4%-Fe 5%MM T2	1.90 P/mm ²	5.51 P/mm ²
0.8%-Fe 5%MM T1	0.04 P/mm ²	2.90 P/mm ²
0.8%-Fe 5%MM T2	0.00 P/mm ²	8.18 P/mm ²
1.2%-Fe 5%MM T1	0.84 P/mm ²	2.80 P/mm ²
1.2%-Fe 5%MM T2	0.43 P/mm ²	0.86 P/mm ²

Dans les alliages 5% mischmetal la densité de la phase α augmente avec la concentration en fer, chez les alliages coulés à la température T1 contrairement aux alliages à 0% en mischmetal (figure 70-a). On peut considérer dans ce cas le fer ou la phase qui lui est associée comme un agent de germination de la phase α , car la concentration du manganèse est constante. Cependant, lorsqu'on surchauffe les alliages à T2 = 950°C, la densité de cette dernière diminue lorsque la concentration en fer augmente (voir figure 70-b). Ceci montre que la surchauffe a détruit l'agent de germination de la phase α lorsque le niveau de fer augmente.

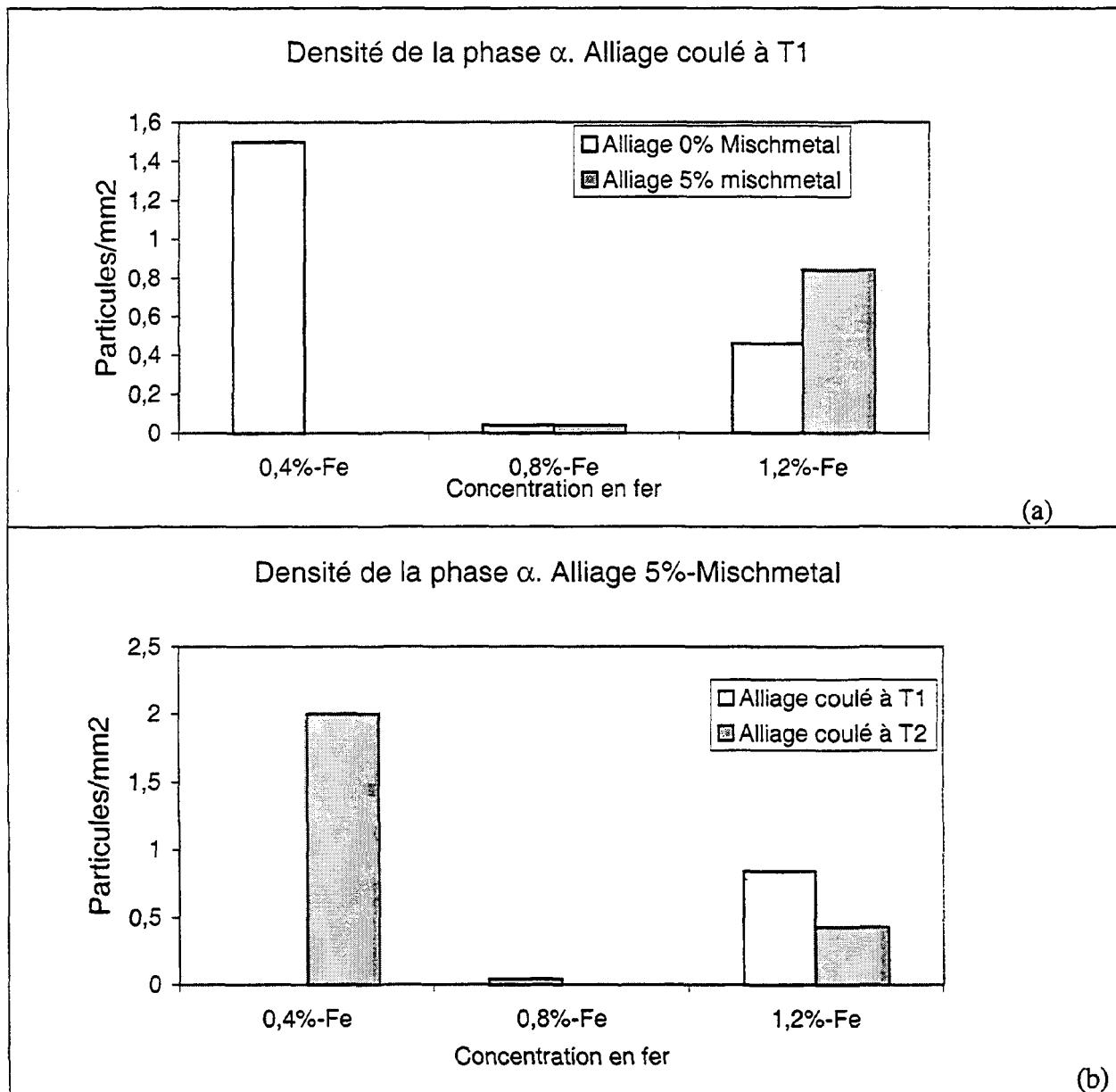


Figure 70. La densité de la phase α pour les alliages 5% mischmetal.

La densité des plaquettes ségrégées augmente lorsqu'on ajoute du mischmetal (5%). De plus, à la température de surchauffe $T_1 = 750^\circ\text{C}$, elle diminue dans les deux cas, 0% et 5% en mischmetal, lorsque la concentration en fer augmente (voir figure 71-a). La densité des plaquettes ségrégées chez les alliages coulés à la température de surchauffe $T_2 = 950^\circ\text{C}$, augmente avec la concentration en fer comme illustré par la figure 71-b. Le même phénomène est observé chez les alliages 0% mischmetal coulé à $T_2 = 950^\circ\text{C}$ et que cette densité est plus importante dans les alliages contenant le mischmetal que ceux qui n'en contiennent pas sauf à 1.2% Fe où les deux densités sont équivalentes. La courbe 71-a illustre l'influence de la surchauffe sur la formation des plaquettes.

La longueur des phases β et mischmetal diminuent légèrement lorsque la concentration en fer croît (Figures 72-b et 73). Ce résultat prévoit une amélioration relative des propriétés mécanique des alliages à haute concentration en fer. En plus, on constate que la longueur de ces particules diminue et devient plus uniforme lorsque les alliages sont coulés à T_2 . La diminution de la longueur de la phase β et mischmetal peut être expliquée par le rayon atomique des lanthanides qui est supérieur à celui des éléments présents dans l'alliage de base, ce qui rend difficile la diffusion des particules de la phase $\beta\text{-Fe}$ et la saturation du fer car ce dernier est l'un des constituants des autres phases intermétalliques.

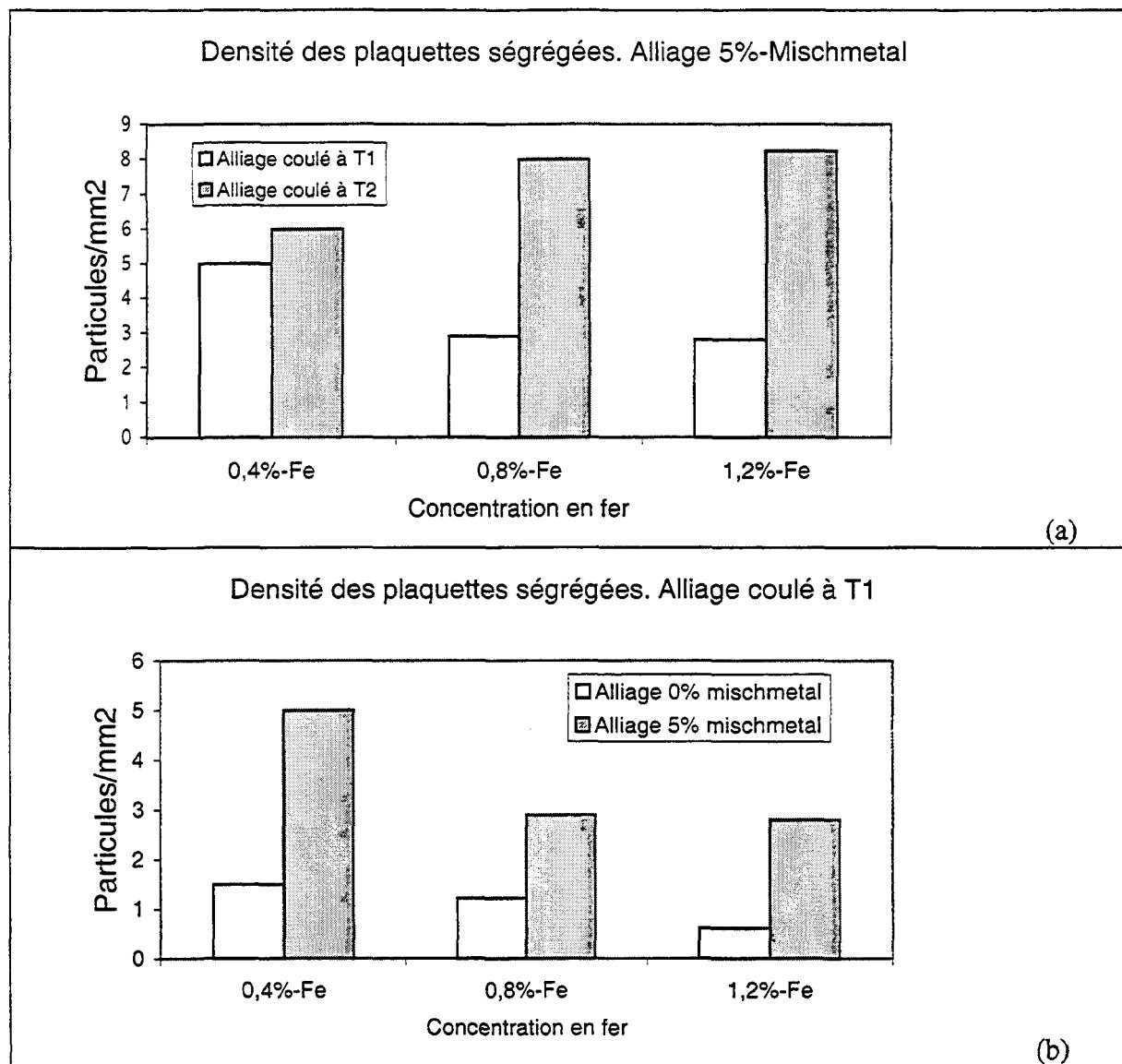


Figure 71. La densité des plaquettes ségrégées chez les alliages 5% mischmetal et ceux coulés à la température T₁ et T₂.

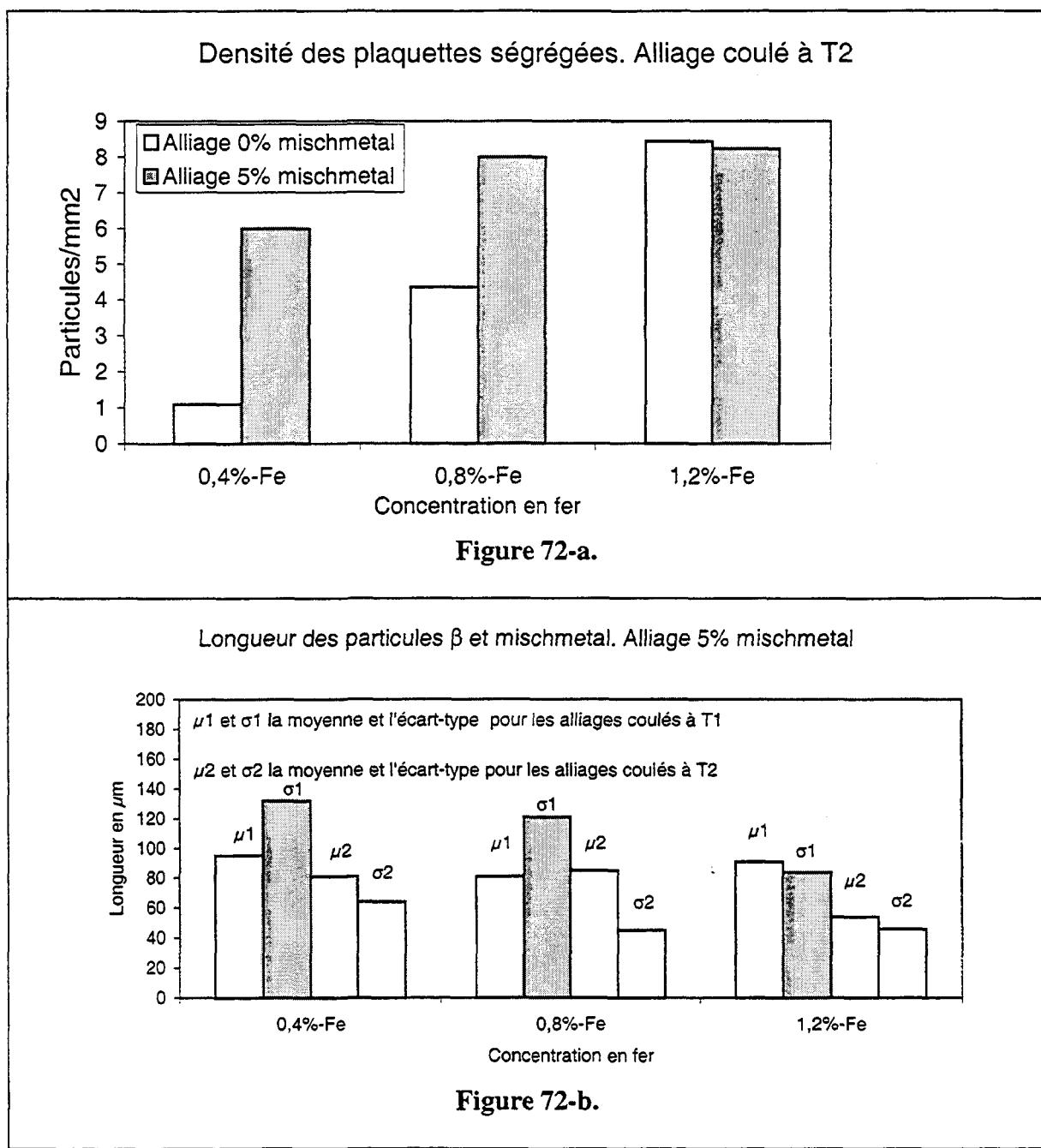


Figure 72. Les caractéristiques des particules β et mischmetal.

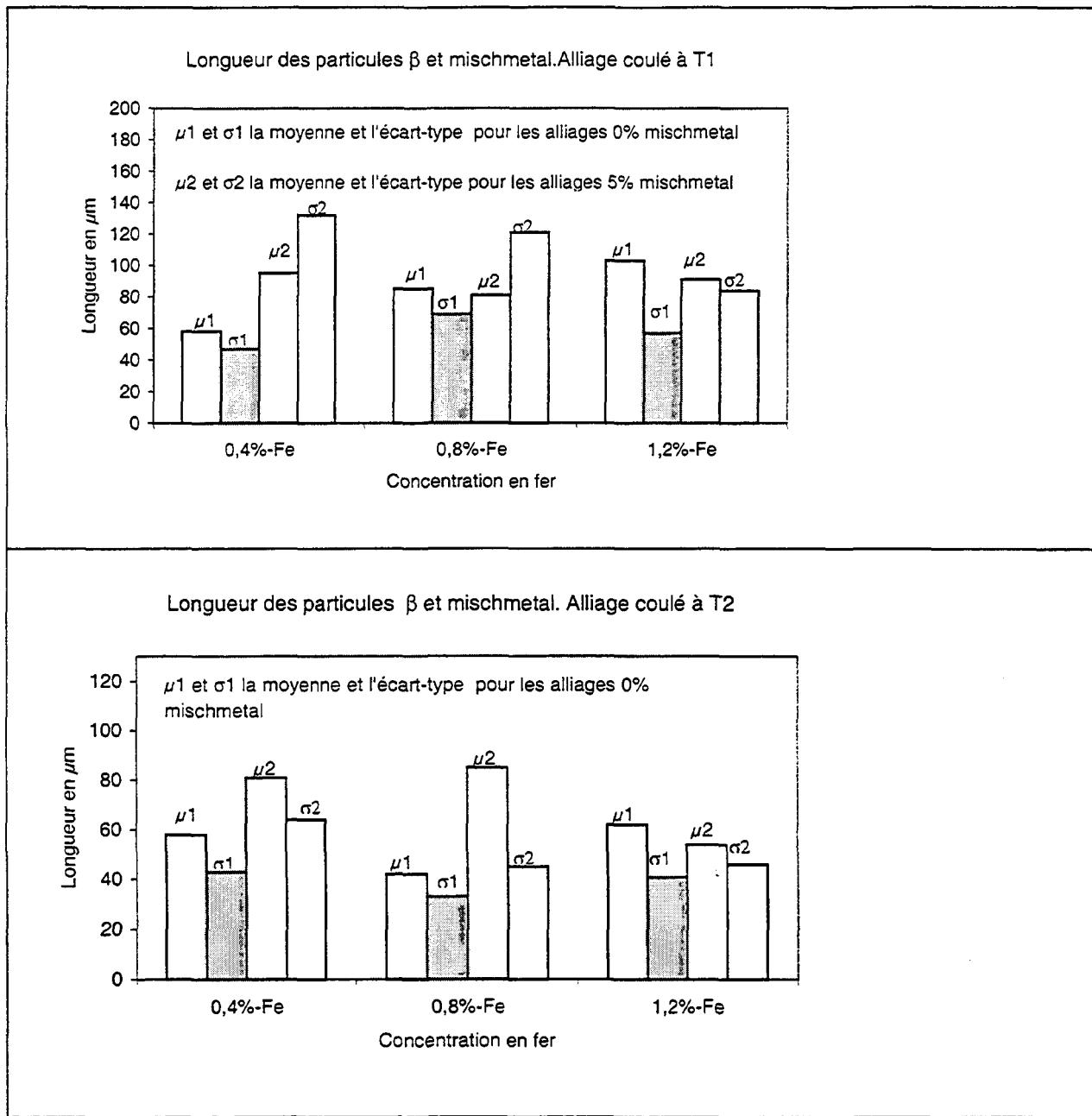


Figure 73. Les caractéristiques des particules β et mischmetal.

4.2.6 Analyse des intermétalliques (moule métallique)

Sur les courbes d'analyse thermique des alliages coulés en moule métallique, il est très difficile de mettre en évidence les pics des phases intermétalliques qui se forment à de très hauts taux de refroidissement. La figure 74 représente les courbes d'analyse thermique de deux alliages à haute teneur en fer 1.2% en poids et en mischmetal 5% en poids qui devraient en principe montrer les pics. L'analyse métallographique telle que montrée par le tableau 24, vérifie l'hypothèse de l'effet du taux de refroidissement et de la surchauffe sur la phase β . En effet, la densité de cette phase augmente, à cause de sa fragmentation, lorsqu'on coule l'alliage en moule métallique. La surchauffe transforme la phase β en phase α et augmente la densité des plaquettes ségrégées dans les alliages de base sans mischmetal. L'effet du mischmetal dans les alliages coulés à T1 se manifeste par l'augmentation de la densité des plaquettes ségrégées et de l'apparition d'une nouvelle phase liée au mischmetal. L'addition de 5% de mischmetal s'accompagne aussi d'une augmentation des plaquettes ségrégées comme dans le cas des alliages coulés en moule graphite. Dans les alliages sans mischmetal coulés à T2, toute la phase β est transformée en phase α et plaquettes. Lorsqu'on ajoute 5% du mischmetal la phase α disparaît (voir tableau 25). De plus, on assiste à l'apparition de la phase du mischmetal avec une haute densité et une augmentation de celle des plaquettes ségrégées. La longueur de la phase β diminue lorsque l'alliage est coulé en moule métallique (tableau 26). En effet un

refroidissement rapide empêche la diffusion des atomes pour donner naissance à des particules β de petite taille. Seule la surchauffe semble affecter la longueur de la phase β et le mischmetal (diminution significative), alors que l'addition du mischmetal n'a pas d'effet sur la taille de ces particules chez les alliages coulés à T1. On ne peut conclure dans les cas des alliages coulés à T2 puisque les particules β et mischmetal ne se sont pas formées dans le cas de l'alliage 1.2%-Fe 0%-mischmetal.

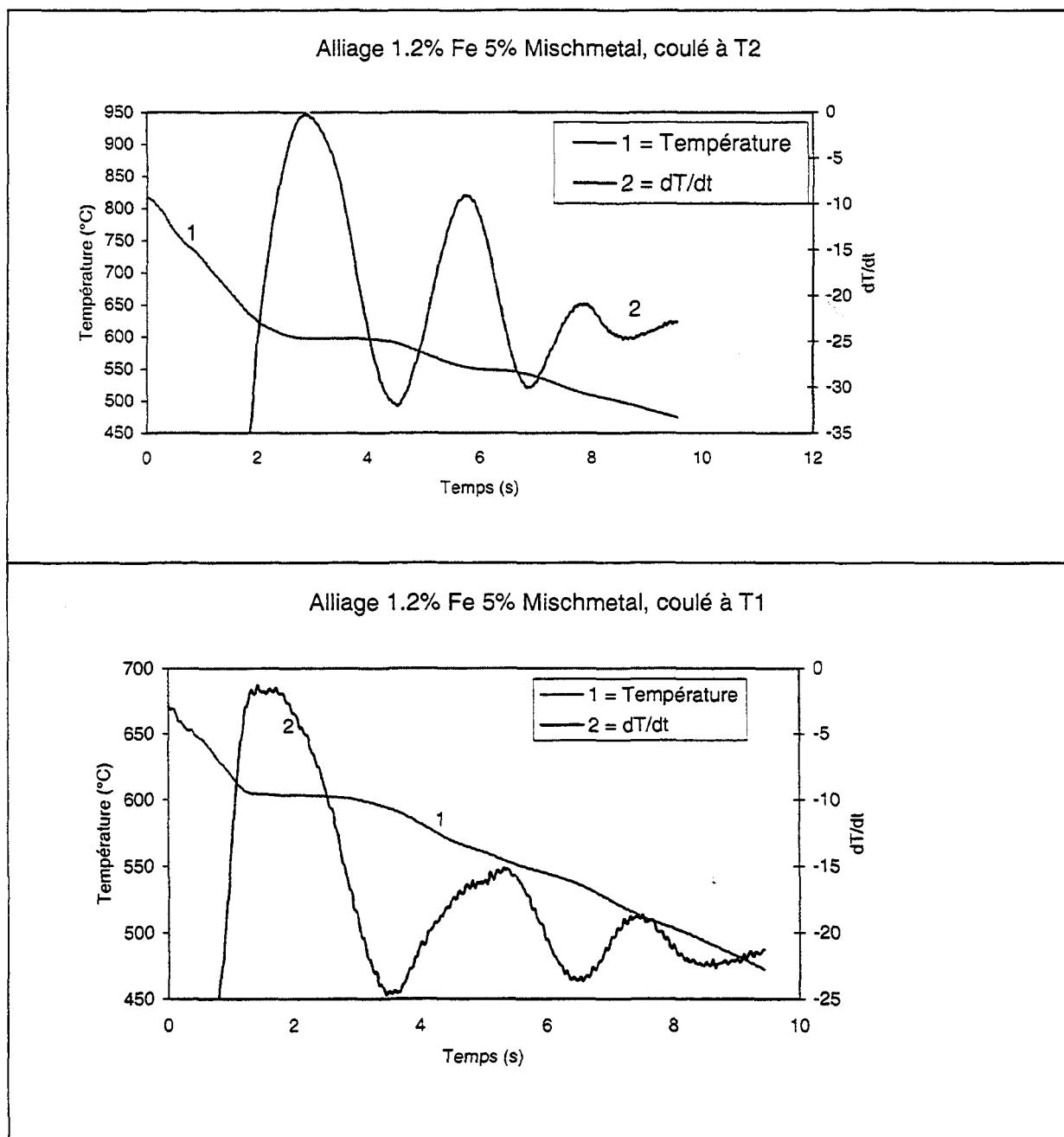


Figure 74. Courbe d'analyse thermique (moule métallique)
Difficulté de mettre en évidence les intermétalliques.

Tableau 25. La densité des phases intermétalliques de fer (moule métallique)

Phase Alliage	β -Fe	α -Fe	Plaquettes ségrégées	Phase du mischmetal
1.2-Fe-0%-mischmetal-T1	1279 P/mm ²	0 P/mm ²	28 P/mm ²	-
1.2-Fe-5%-mischmetal-T1	1618 P/mm ²	0 P/mm ²	120 P/mm ²	339 P/mm ²
1.2-Fe-0%-mischmetal-T2	0 P/mm ²	196 P/mm ²	216 P/mm ²	-
1.2-Fe-5%-mischmetal-T2	2767 P/mm ²	0 P/mm ²	290 P/mm ²	2767 P/mm ²

Tableau 26. La phase β dans les alliages 1.2% en fer (moule métallique)

Alliage	Longueur moyenne en μ m	Écart-type
1.2-Fe-0%-mischmetal-T1	11	5
1.2-Fe-5%-mischmetal-T1	11	5
1.2-Fe-0%-mischmetal-T2	-	-
1.2-Fe-5%-mischmetal-T2	7	4

CHAPITRE 5

ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DES INTERMETALLIQUES

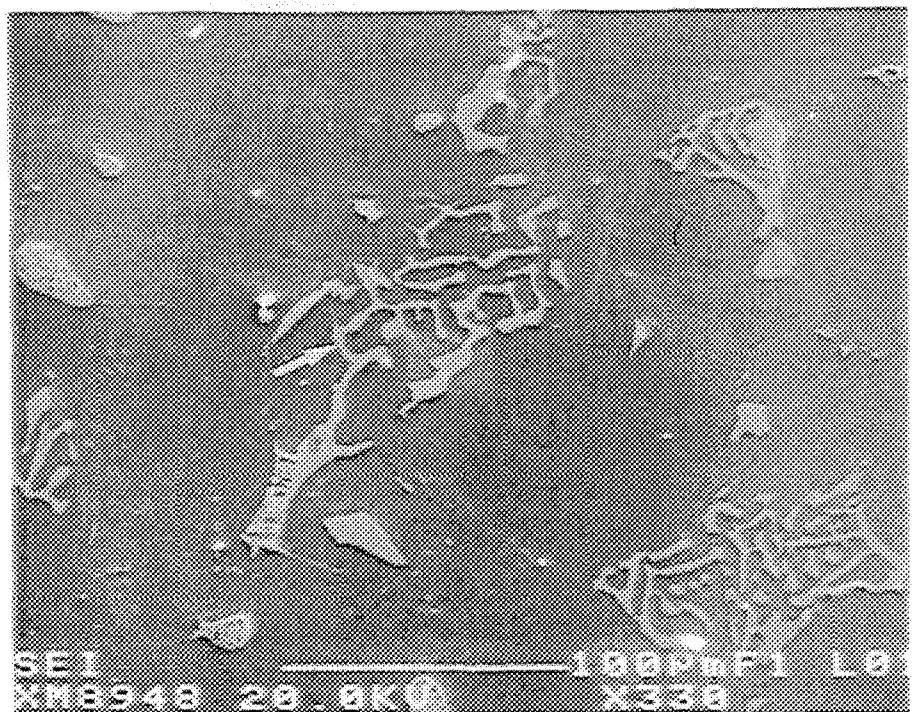
5.1 Introduction

La détermination de la géométrie dans l'espace et la structure d'une phase nous permettent de prédire certaines propriétés mécaniques des alliages. En général, les intermétalliques ont une géométrie tridimensionnelle. Les deux principales phases intermétalliques α et β ont une forme apparente selon la coupe qu'on réalise. La phase β prend la forme des plaquettes apparaissant comme des aiguilles selon une coupe transversale⁴. Cependant, la phase α se présente sous deux formes : écritures chinoises et plaquettes ségrégées⁴. Les plaquettes ségrégées se forment lorsque le métal est à l'état liquide où la diffusion des particules est facile, attirées par la gravité elles se concentrent au fond du creuset. Dans le présent travail d'autres phases intermétalliques existent : Al_2Cu et

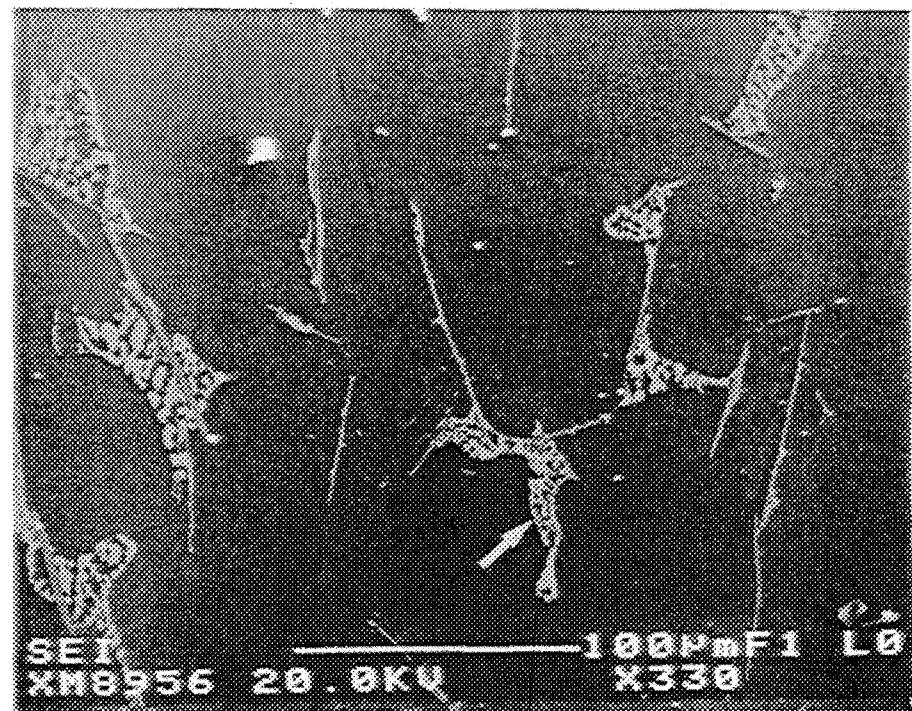
les phases liées au mischmetal. Le rapport de concentration entre le fer et le manganèse dans nos alliages vérifie la relation empirique connue sous le nom de facteur de ségrégation.

5.2 Microstructure

Tous les échantillons étudiés ont été prélevés près du thermocouple pour une correspondance significative entre les phases vues lors de l'analyse métallographique et l'analyse thermique. Les images présentées dans ce chapitre correspondent à ceux obtenues par le microscope électronique pour différencier les phases liées au mischmetal de ceux liées au fer et au cuivre, ainsi que ceux obtenus par le microscope optique. Tel qu'illustré à la figure 75-a, le titre bas en fer (0.4%) avec une surchauffe à la température $T_2 = 950^\circ\text{C}$ favorisent la formation de la phase α -Fe. La température de précipitation de cette dernière, comme a été montré, fluctue autour de la valeur 590°C . Il est difficile de mettre en évidence l'agent de germination autour duquel les premiers germes de cette phase prennent naissance. Après la première solidification (α -Al), la formation de l'eutectique Al-Si et la précipitation des intermétalliques du fer, la quantité d'aluminium liquide qui reste réagit avec le cuivre (3.5% en poids dans l'alliage) pour précipiter l'eutectique Al- Al_2Cu qui se forme au dessus de la phase β -Fe (figure 75-b). La phase β -Fe persiste malgré la surchauffe car les teneurs en fer dans le cas des alliages de la figure 75-b et 76-a sont respectivement 0.8% et 1.2% en poids.



(a)



(b)

Figure 75. Micrographes MEB montrant la microstructure des intermétalliques
(a) la phase α -Fe, alliage BM0GT2 (b) la phase Al_2Cu , alliage BMF1GT2

Lorsque la concentration en fer augmente la densité de la phase β -Fe augmente aussi (figure 76-a). Nous avons identifié les trois catégories de la phase β -Fe sur les courbes d'analyse thermique :

- la phase β -Fe pré-eutectique : la facilité de la diffusion des particules à la température de 575°C, l'augmentation de la température de précipitation de cette dernière et le nombre limité des germes lui acquièrent une grande taille,
- la phase β -Fe co-eutectique : sa température de formation dépend de celle de l'eutectique et sa longueur est légèrement inférieure à celle qui se forme avant l'eutectique Al-Si,
- la phase β -Fe post-eutectique : sa température est inférieure à celles des deux dernières d'où sa petite taille.

D'après la revue de littérature du chapitre 2, aucun auteur n'a mentionné les conditions de formation de la phase β -Fe tel que le type d'agent de germination. Les plaquettes ségrégées peuvent agir comme site de germination de la phase β -Fe, puisqu'elles se forment avant cette dernière dans le métal liquide (figure 77-a). Les plaquettes ségrégées qui a la même formule chimique que la phase α -Fe, se présentent comme des étoiles, des croix ou plaquettes. La phase liée au mischmetal sous forme d'aiguille est visible sur les images obtenues par le microscope électronique. En effet grâce à leur numéro atomique élevé, environ le double que celui du fer et du cuivre, ces aiguilles sont plus brillantes que

celles de la phase β -Fe (figure 76-b et 77-b). Avec un fort grossissement (figure 78-a) on remarque que la phase liée au mischmetal sous forme d'aiguilles peut être observable sous la forme de plaquette dépendamment de la coupe qu'on réalise comme la phase β -Fe. La figure 78-b montre une autre morphologie sous laquelle la phase α -Fe qui se forme dans le métal liquide en l'occurrence des plaquettes qui, attirées par la gravité, se concentrent au fond du creuset, d'où le nom plaquettes ségrégées. Le pic sur les courbes d'analyse thermique dans les alliages contenant 5% de mischmetal, correspond à la deuxième phase liée au mischmetal. Ce pic est situé dans la région du métal liquide et correspond aux nouvelles plaquettes ségrégées contenant les métaux rares du mischmetal, de plus il est confirmé par l'analyse spectroscopique (figure 80-a). La même figure montre la co-précipitation des plaquettes ségrégées liées aux fer avec ceux du mischmetal et met en évidence la précipitation coopérative des intermétalliques du fer, du mischmetal et du cuivre. Les plaquettes ségrégées liées au fer et au mischmetal se présentent aussi sous forme d'étoile comme le montrent les deux figures 79-a et 80-b.

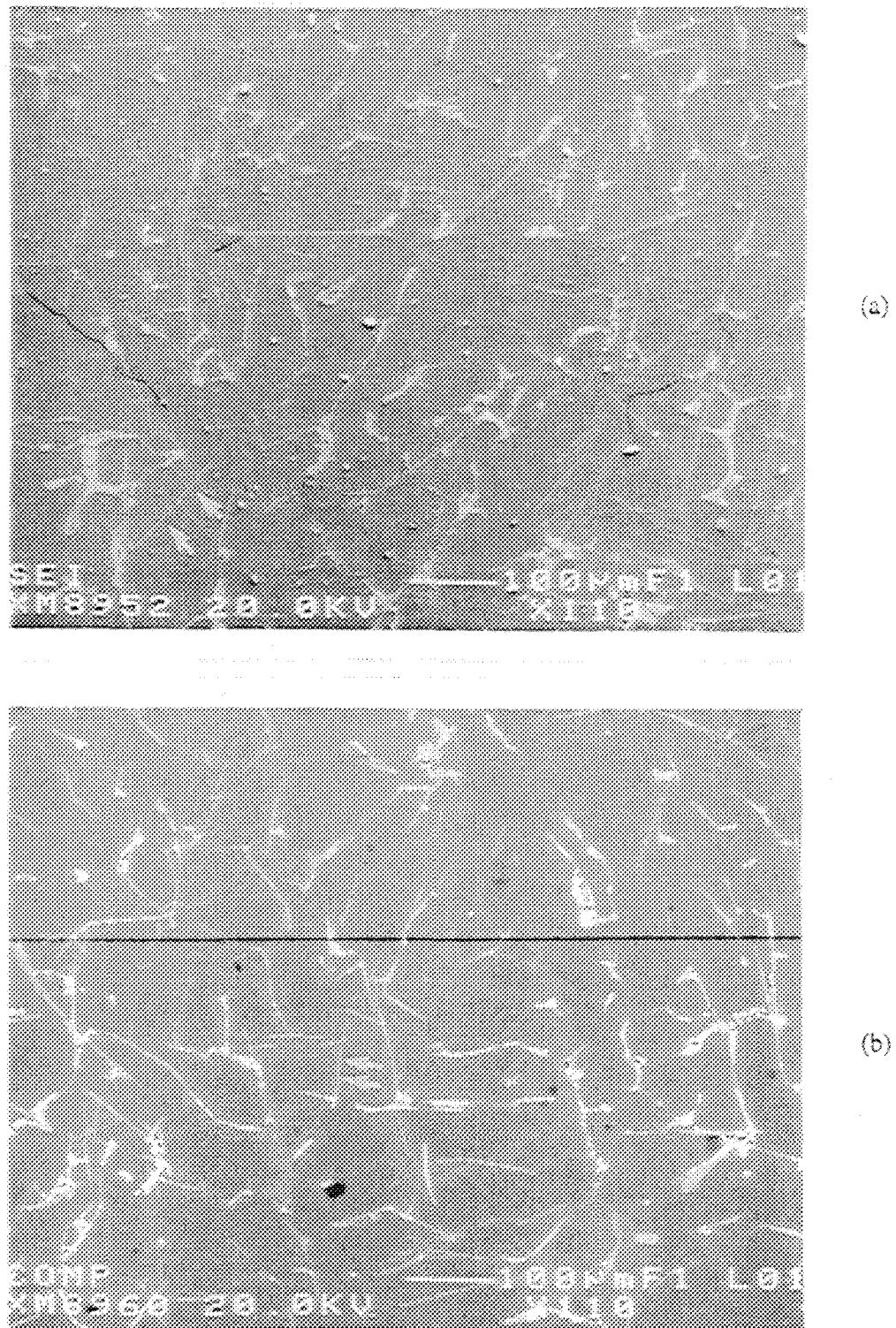


Figure 76. Micrographes MEB montrant les intermétalliques (suite)
(a) la phase β -Fe, alliage BM2F0GT2 (b) les aiguilles liées au mischmetal,
alliage BM5GT2

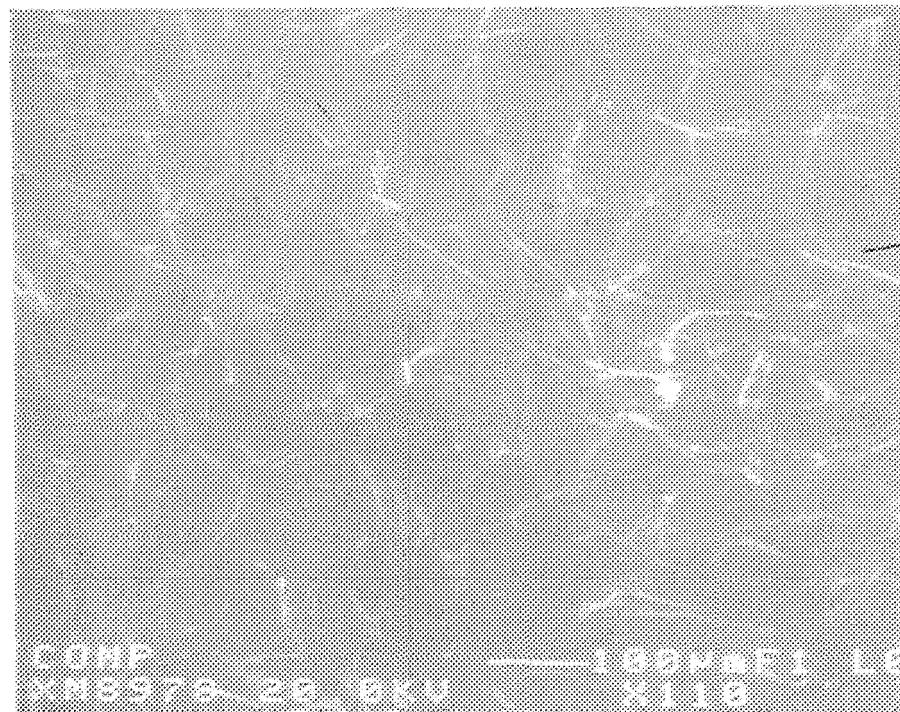
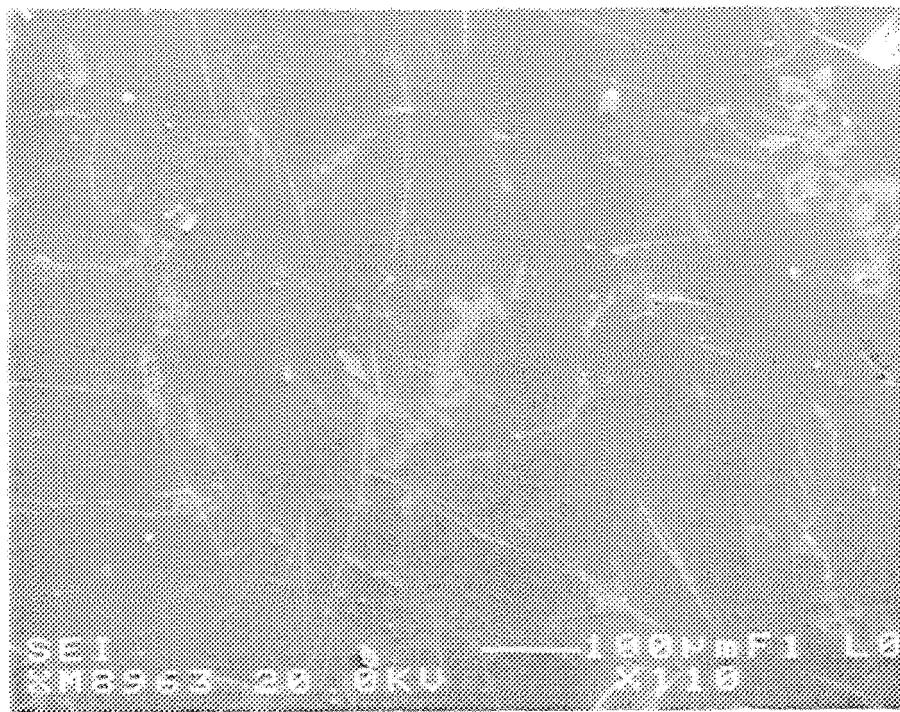
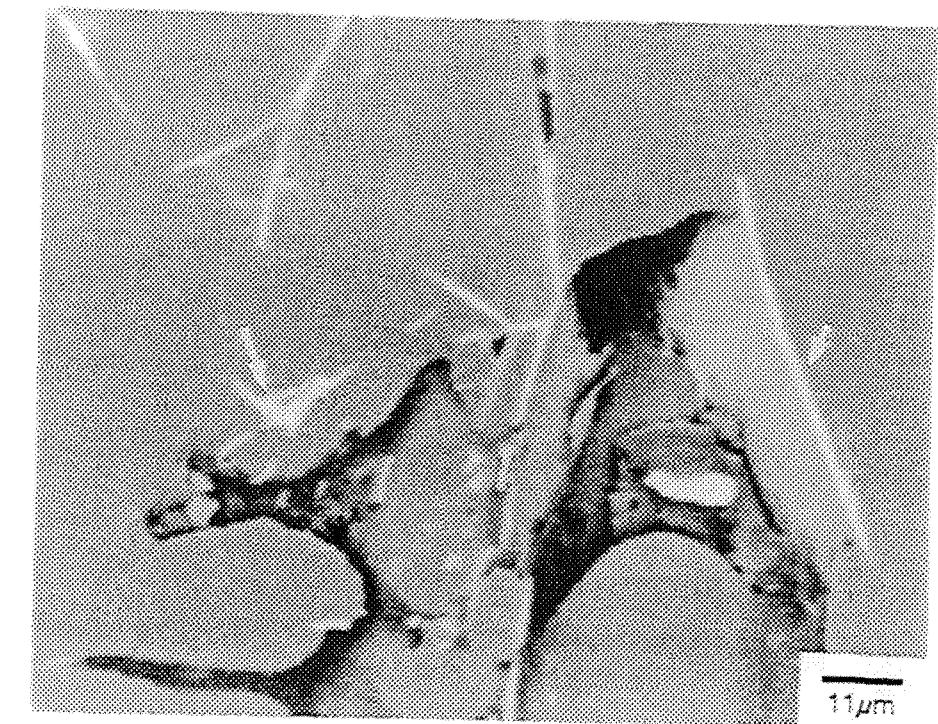
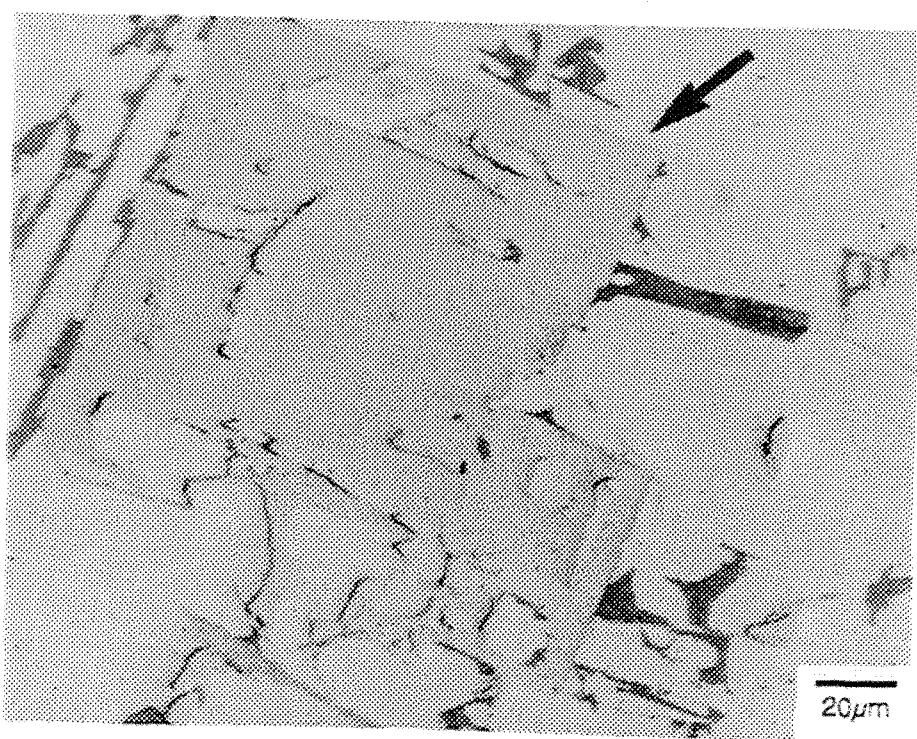


Figure 77. Micrographes MEB montrant les intermétalliques (suite)
(a) Germination de β -Fe sur les plaquettes ségrégées, alliage BM1F5GT2
(b) La phase liée au mischmetal sous forme d'aiguille, alliage BM2F5GT2



(a)



(b)

Figure 78. Micrographes montrant les intermétalliques (suite)
(a) Structure planaire des aiguilles liées au mischmetal, alliage BM2F5GT2 (MEB)
(b) Les plaquettes ségrégées, alliage BM1GT1 (optique)

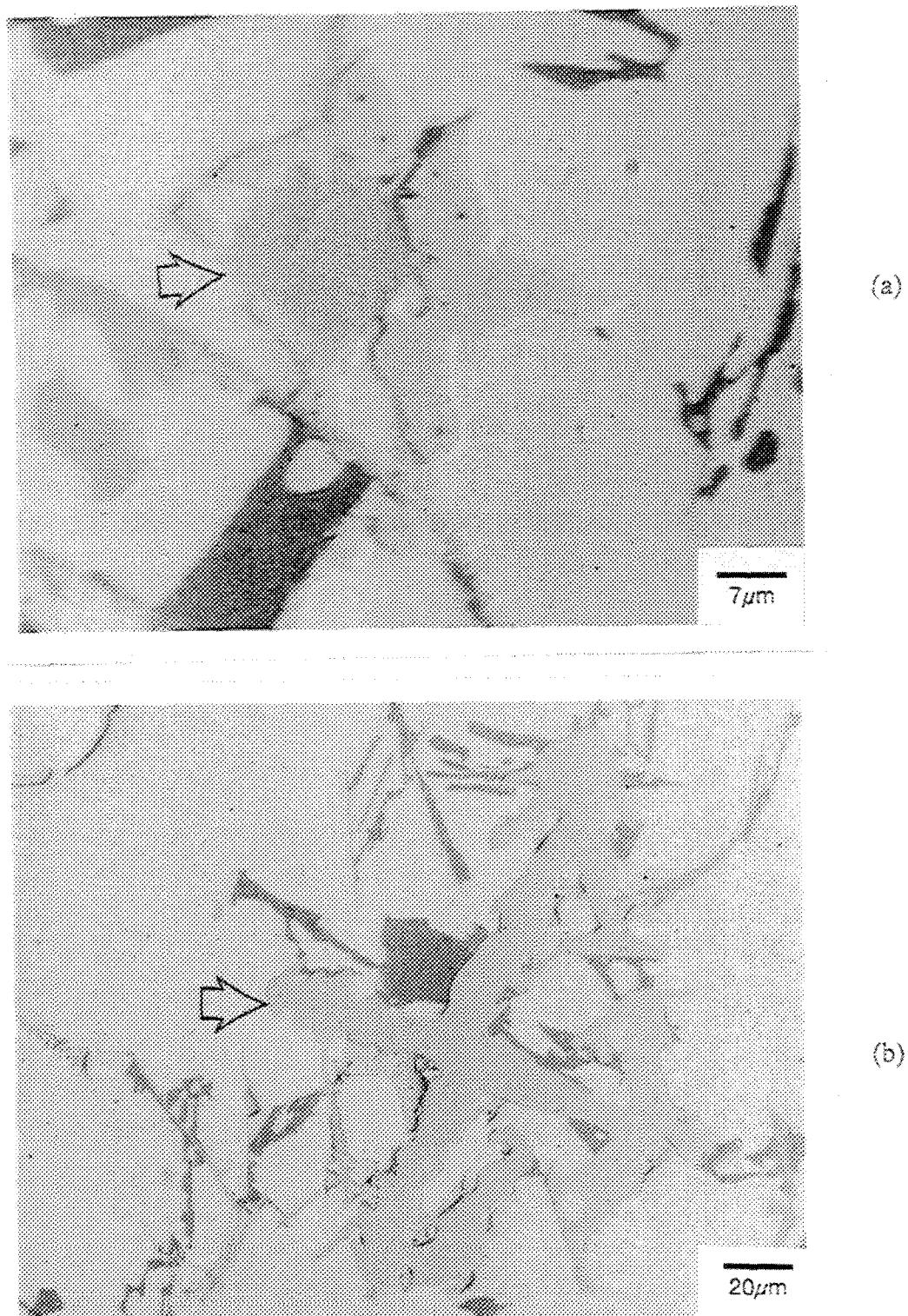


Figure 79. Micrographes optiques montrant les intermétalliques (suite)
(a) Les plaquettes ségrégées liées au mischmetal, alliage BM3GT1
(b) La phase α -Fe en forme d'étoile, alliage BM3GT2

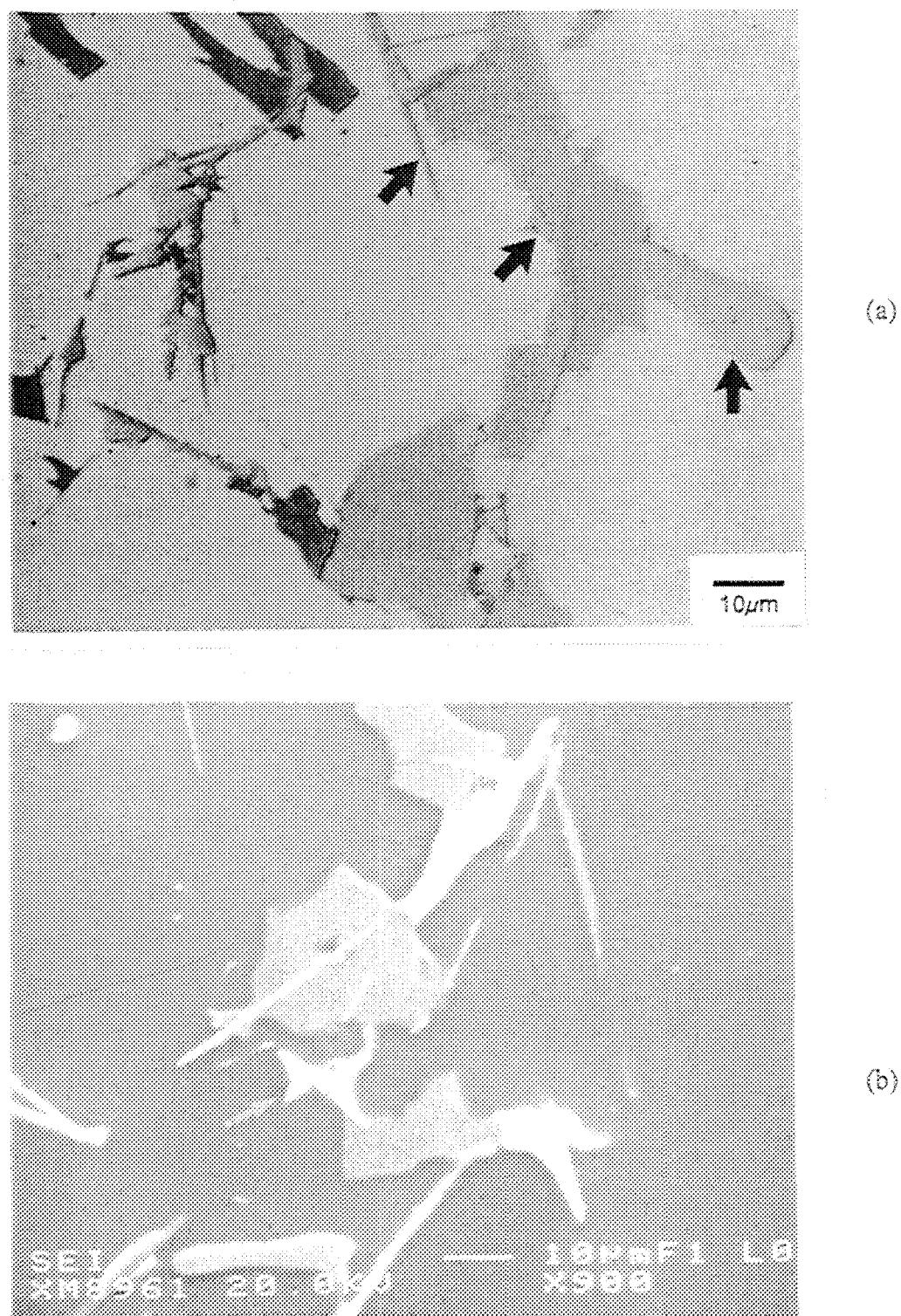


Figure 80. Micrographes montrant les intermétalliques (suite)
(a) La précipitation coopérative des intermétalliques, alliage BM5GT2 (optique)
(b) La forme étoilée des plaquettes ségrégées liées au mischmetal, alliage BM5GT2 (MEB)

CHAPITRE 6

ANALYSE DES ESSAIS DE TRACTION

6.1 Introduction

Le but des essais mécaniques est d'obtenir des valeurs des propriétés qui seront utilisables dans les calculs de résistance des matériaux ou qui permettront d'apprécier le comportement d'un matériau en service. Les changements des propriétés mécaniques des alliages dépendent de l'espace interdendritique, du niveau de la modification de la phase silicium eutectique et les types de phases intermétalliques formées incluant les changements de leurs caractéristiques géométriques et de leurs densités. Selon Ravi *et al.*³⁷, la limite élastique conventionnelle, la résistance à la traction, la dureté et le pourcentage d'elongation de l'alliage Al-7%Si-0.3%Mg-0.2%Fe, augmentent de 20% lorsque la quantité de mischmetal ajoutée ne dépasse pas 1% en poids. L'amélioration de ces propriétés est due essentiellement à la modification de la phase silicium eutectique, réduction de l'espace interdendritique et la formation de nouvelle phase telle que AlCe.

Au-delà de 1% de mischmetal, la limite élastique conventionnelle, la résistance à la traction et le pourcentage d'élongation diminuent, cependant la dureté augmente³⁷. Shimizu *et al.*¹⁸ ont montré que la dureté est indépendante de la surchauffe et de la concentration en fer (l'alliage utilisé est Al-7%Si-0.3%Mg = alliage 356), alors que la résistance à la traction pour tous les niveaux de fer a été affectée par l'élévation de 750°C à 850°C. La phase β -Fe est la plus nuisible car elle diminue dramatiquement la ductilité⁸. L'augmentation de la teneur en fer dans l'alliage de fonderie 13%-Si réduit ses propriétés mécaniques, particulièrement l'élongation (allongement plastique), à cause de la formation des plaquettes et/ou les aiguilles⁹.

6.2 Préparation des éprouvettes de traction

Les éprouvettes ont été préparées en coulant chaque alliage dans le moule « Stahl » préchauffé à 450°C. Cette température représente la valeur optimale qui donne un moulage adéquat. Pour chaque alliage on augmente la teneur en titane à $\approx 0.25\%$ en poids pour raffiner les grains et améliorer leurs propriétés mécaniques de base. Pour les alliages dont la teneur en fer égale à 0.4% et 0.8% les coulés à 750°C et 950°C ont été réalisées directement dans le moule « Stahl ». Cependant, pour les alliages à 1.2% en fer, il était difficile de réaliser un moulage adéquat directement à partir de la température de surchauffe de 950°C. Comme le montre la figure 81, le moule obtenu dans ce cas contient beaucoup

adéquatement le moule « Stahl » et se déversait à travers les fermetures de ce dernier. Dans le présent travail de recherche, on traite des coulés de 1.2 kg de métal contrairement à d'autres travaux dans lesquels on coulait de petite quantité de métal à haute concentration en fer directement de la température de surchauffe de 1000°C. Dans ces travaux le mouillage était adéquat.

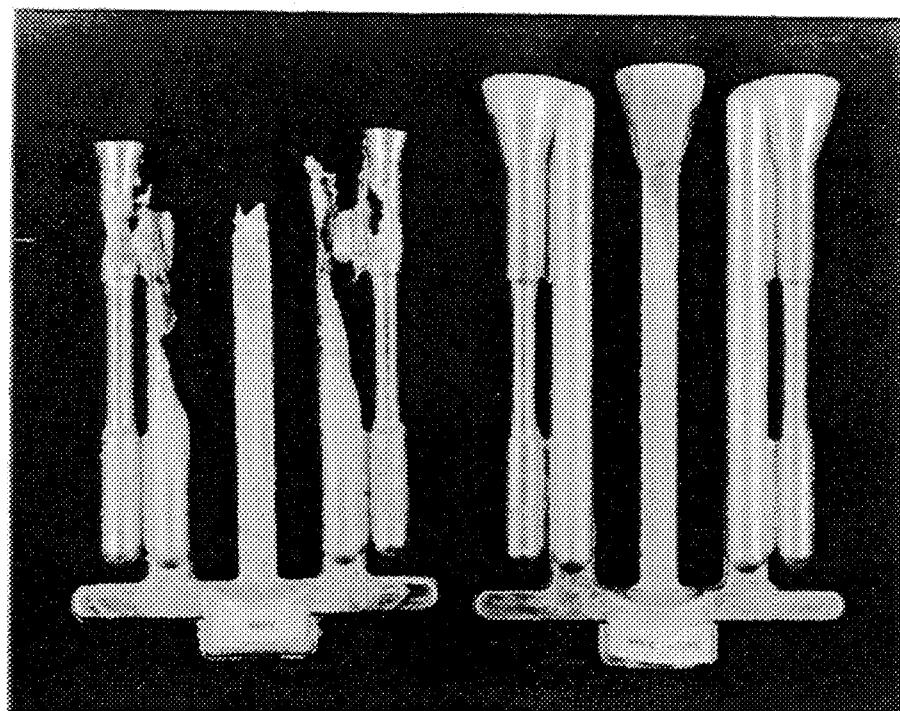


Figure 81. Le mouillage obtenu pour l'alliage 1.2%-Fe coulé directement de la température 950°C (à gauche).
Le mouillage obtenu après que le métal liquide soit refroidit dans la fournaise puis coulé de la température 725°C (à droite).

Shimizu *et al.*¹⁸ ont montré que le changement dans la forme des intermétalliques de fer n'est pas affecté par l'historique thermique du métal liquide, si une fois ce dernier est surchauffé à la température pour laquelle les intermétalliques du fer cristallisent en écriture chinoise. En se basant sur ce résultat, une fois chauffé à 950°C le métal liquide est maintenu à cette température pendant 20 minutes et refroidit dans le four jusqu'à 750°C, puis coulé directement dans le moule « Stahl » en respectant les procédures de dégazage conventionnelles (figure 82 et 83). Les alliages qui constituent les éprouvettes de traction sont considérés comme des alliages coulés à l'équilibre. Leurs propriétés mécaniques peuvent être interprétées par l'analyse thermique et métallographique des alliages coulés en moule graphite.

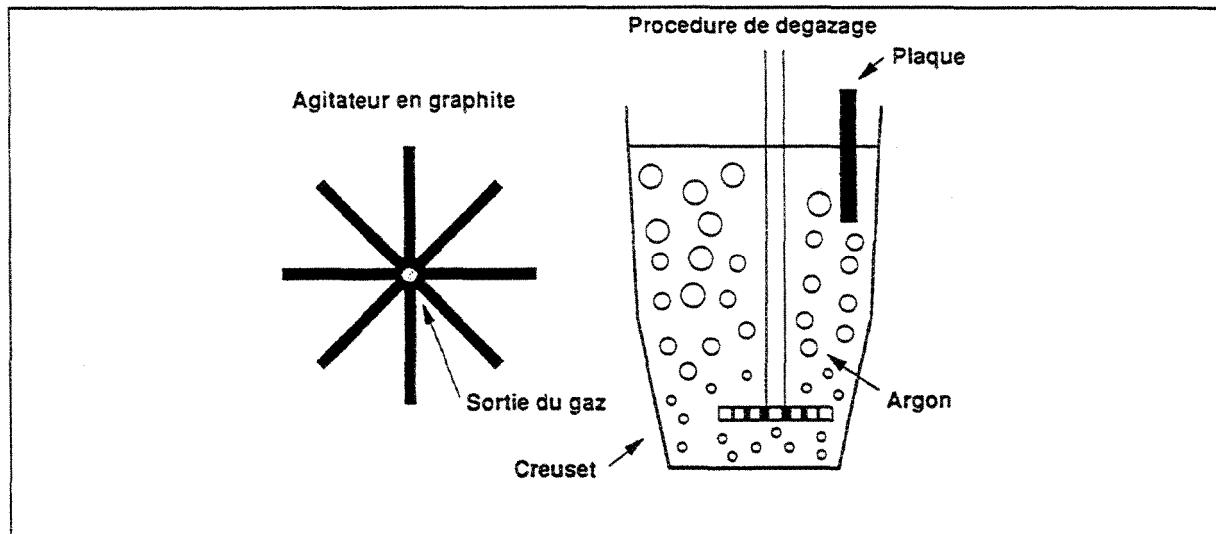


Figure 82. Procédure du dégazage

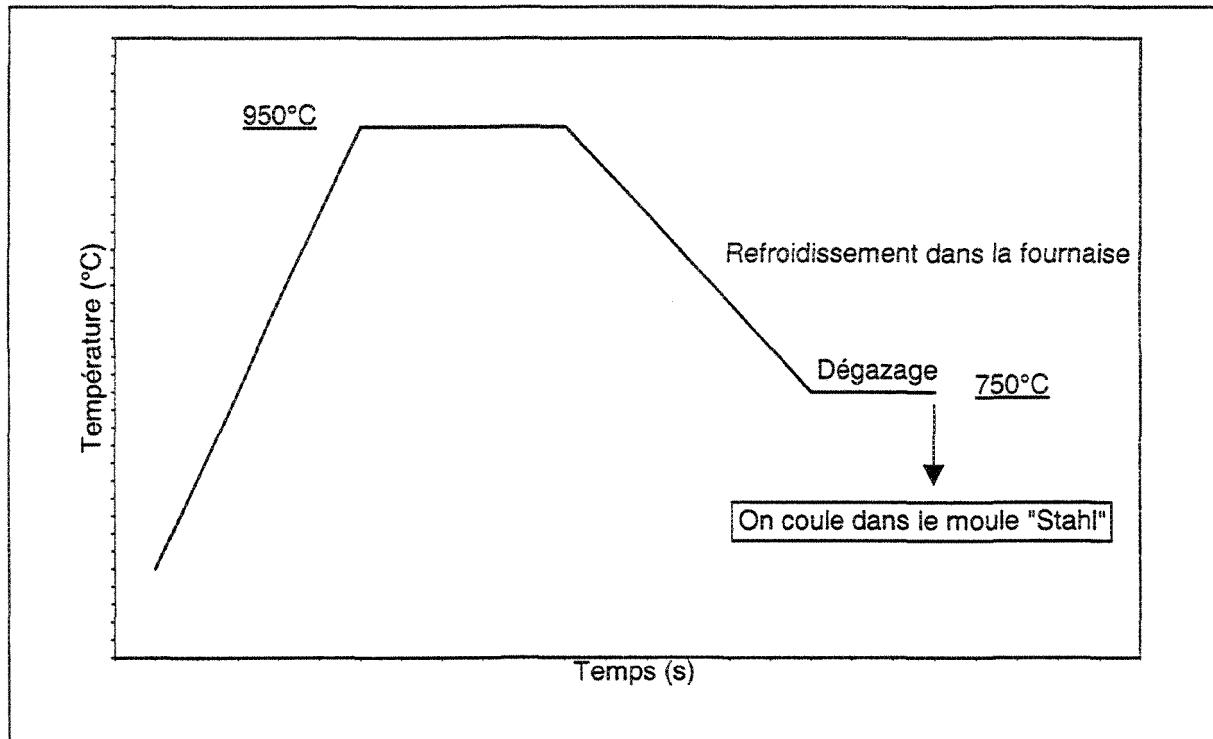


Figure 83. Procédure de préparation des éprouvettes pour les alliages 1.2% en fer

Les éprouvettes de traction ont été testées au moyen d'une presse Instron à une vitesse de déplacement constante de 0.5 mm/min (0.02 po/min). Les éléments de mesures sont reliés à un système d'acquisition de données externe à la presse. L'allongement est transformé en déformation et la force en contrainte grâce à un logiciel. Pour chaque alliage on a préparé entre quatre et six éprouvettes. On obtient ainsi la moyenne et l'écart-type de

la limite élastique (L.E à 0.2% de déformation), la limite ultime (L.U) et l'allongement à la rupture (A%, ou le pourcentage de déformation).

6.3 Traitement thermique T6

Les traitements thermiques ont été réalisés au moyen du four à air forcé de type CDF-147, fabriqué par BLUE M ELECTRIC. Ce traitement qui est le traitement thermique standard recommandé pour l'alliage 319 se divise en trois étapes successives:

- 1) une mise en solution solide à 500°C durant 8 heures afin de dissoudre les phases solubles dans l'aluminium;
- 2) une trempe à l'eau à environ 60°C (eau chaude pour diminuer les contraintes) dans le but de garder en sursaturation les phases dissoutes;
- 3) le traitement de vieillissement d'une durée de 5 heures à 150°C pour précipiter les phases durcissantes (Mg_2Si , $CuAl_2$,etc.).

Les échantillons, quelques minutes après la trempe, ont été portés directement au congélateur.

6.4 Analyse des essais de traction

Les figures 84 à 89 résument les propriétés mécaniques des alliages étudiés dans le présent travail. Dans le cas des alliages 0.4%-Fe, le pourcentage de déformation et la limite

ultime diminuent lorsque la concentration en mischmetal et la température de surchauffe augmentent. La limite élastique conventionnelle subit une légère diminution dans le cas des alliages 1%, 3% et 5% en mischmetal, coulé à T1, on observe une faible diminution à 5% en mischmetal. Pour les alliages de base 0.4%-Fe-0%-mischmetal il n'y a pas eu d'amélioration des propriétés mécaniques avec l'augmentation de la température de surchauffe, contrairement à ce que certains chercheurs ont trouvés dans d'autres alliages Al-Si. Ceci s'explique par une diminution de la densité de la phase du silicium eutectique (tableau 26).

Les effets nuisibles du fer se traduisent par une dégradation des propriétés mécaniques des alliages. En outre, la nouvelle phase du mischmetal, en forme d'aiguilles, va contribuer à bloquer le métal liquide et former des porosités ce qui va contribuer à la dégradation de la ténacité de ces alliages. Les propriétés mécaniques des alliages à 0.8% en fer se détériorent lorsque la concentration en mischmetal et la température de surchauffe augmentent, malgré que la phase du silicium subit des modifications significative (tableau 26). Cette dégradation peut être attribuée à la phase β et à la nouvelle phase du mischmetal en forme d'aiguilles.

Tableau 27. L'analyse du silicium après le traitement thermique T6.

MM = mischmetal, μ = moyenne, σ = écart-type

Alliage	Surface moyenne en %	Surface moyenne de chaque particule	Longueur de chaque particule	Le rapport longueur/largeur de chaque particule	Densité Parti/mm ²
0.4%Fe0%MM, T1	$\mu = 4.926$ $\sigma = 0.6828$	$\mu = 9.546$ $\sigma = 11.14$	$\mu = 5.472$ $\sigma = 4.619$	$\mu = 2.3$ $\sigma = 1.081$	5500.32
0.4%Fe0%MM, T2	$\mu = 3.547$ $\sigma = 0.5539$	$\mu = 7.291$ $\sigma = 8.996$	$\mu = 4.272$ $\sigma = 3.577$	$\mu = 1.957$ $\sigma = 0.886$	4745.66
0.4%Fe5%MM, T1	$\mu = 3.884$ $\sigma = 0.4818$	$\mu = 5.925$ $\sigma = 7.341$	$\mu = 3.788$ $\sigma = 2.901$	$\mu = 1.937$ $\sigma = 0.8033$	6850.01
0.4%Fe5%MM, T2	$\mu = 4.002$ $\sigma = 0.4285$	$\mu = 5.811$ $\sigma = 6.350$	$\mu = 3.755$ $\sigma = 2.717$	$\mu = 1.928$ $\sigma = 0.7612$	7227.34
0.8%Fe0%MM, T1	$\mu = 3.480$ $\sigma = 0.4658$	$\mu = 8.348$ $\sigma = 9.983$	$\mu = 4.880$ $\sigma = 4.054$	$\mu = 2.121$ $\sigma = 0.9284$	4353.82
0.8%Fe5%MM, T1	$\mu = 3.762$ $\sigma = 0.5332$	$\mu = 6.516$ $\sigma = 8.896$	$\mu = 4.091$ $\sigma = 3.328$	$\mu = 2.119$ $\sigma = 0.8739$	6385.60
0.8%Fe0%MM, T2	$\mu = 4.170$ $\sigma = 0.7024$	$\mu = 6.908$ $\sigma = 7.741$	$\mu = 4.637$ $\sigma = 3.949$	$\mu = 2.168$ $\sigma = 1.038$	5979.25
0.8%Fe5%MM, T2	$\mu = 4.091$ $\sigma = 0.6724$	$\mu = 4.122$ $\sigma = 5.931$	$\mu = 3.270$ $\sigma = 2.880$	$\mu = 2.136$ $\sigma = 0.9358$	10811.99
1.2%Fe0%MM, T1	$\mu = 3.458$ $\sigma = 0.5990$	$\mu = 5.403$ $\sigma = 6.8844$	$\mu = 3.978$ $\sigma = 3.3964$	$\mu = 2.188$ $\sigma = 0.98834$	7386.98
1.2%Fe5%MM, T1	$\mu = 3.212$ $\sigma = 0.4909$	$\mu = 3.668$ $\sigma = 3.9914$	$\mu = 3.042$ $\sigma = 2.2814$	$\mu = 1.991$ $\sigma = 0.88344$	8983.38
1.2%Fe0%MM, T2	$\mu = 4.254$ $\sigma = 0.7285$	$\mu = 5.168$ $\sigma = 6.447$	$\mu = 3.818$ $\sigma = 3.342$	$\mu = 2.231$ $\sigma = 1.079$	8809.23
1.2%Fe5%MM, T2	$\mu = 2.860$ $\sigma = 0.56739$	$\mu = 3.136$ $\sigma = 3.4749$	$\mu = 2.775$ $\sigma = 2.0909$	$\mu = 2.023$ $\sigma = 0.81319$	9694.51

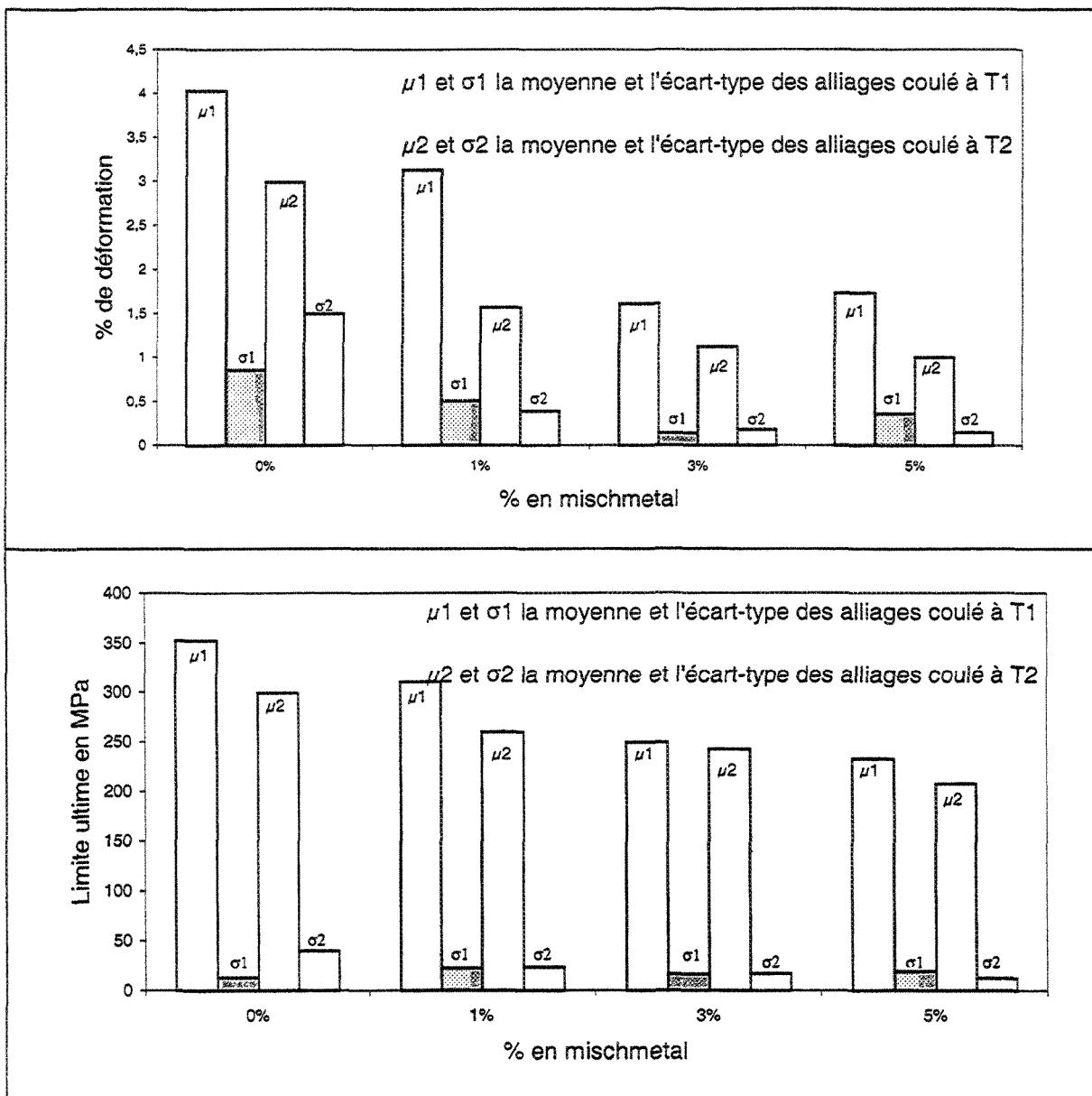


Figure 84. Les propriétés mécaniques des alliages 0.4%-Fe.

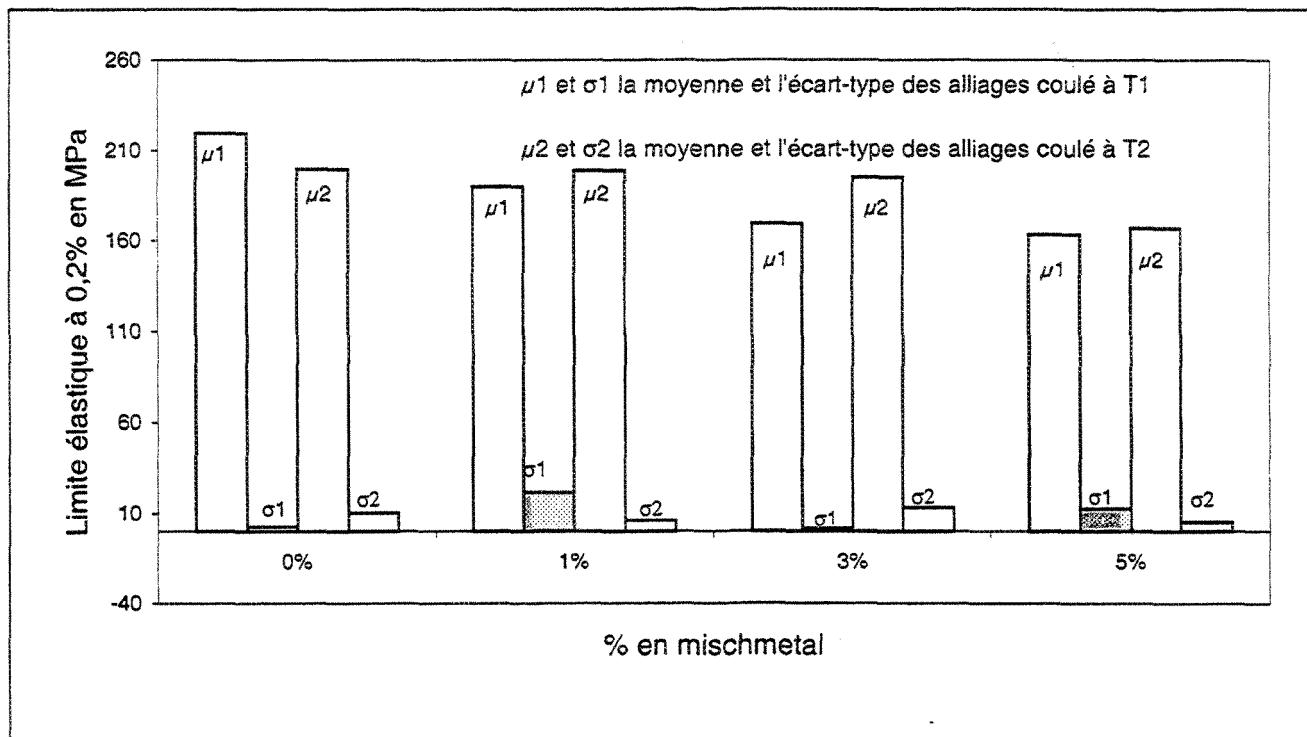


Figure 85. Les propriétés mécaniques des alliages 0.4%-Fe (suite).

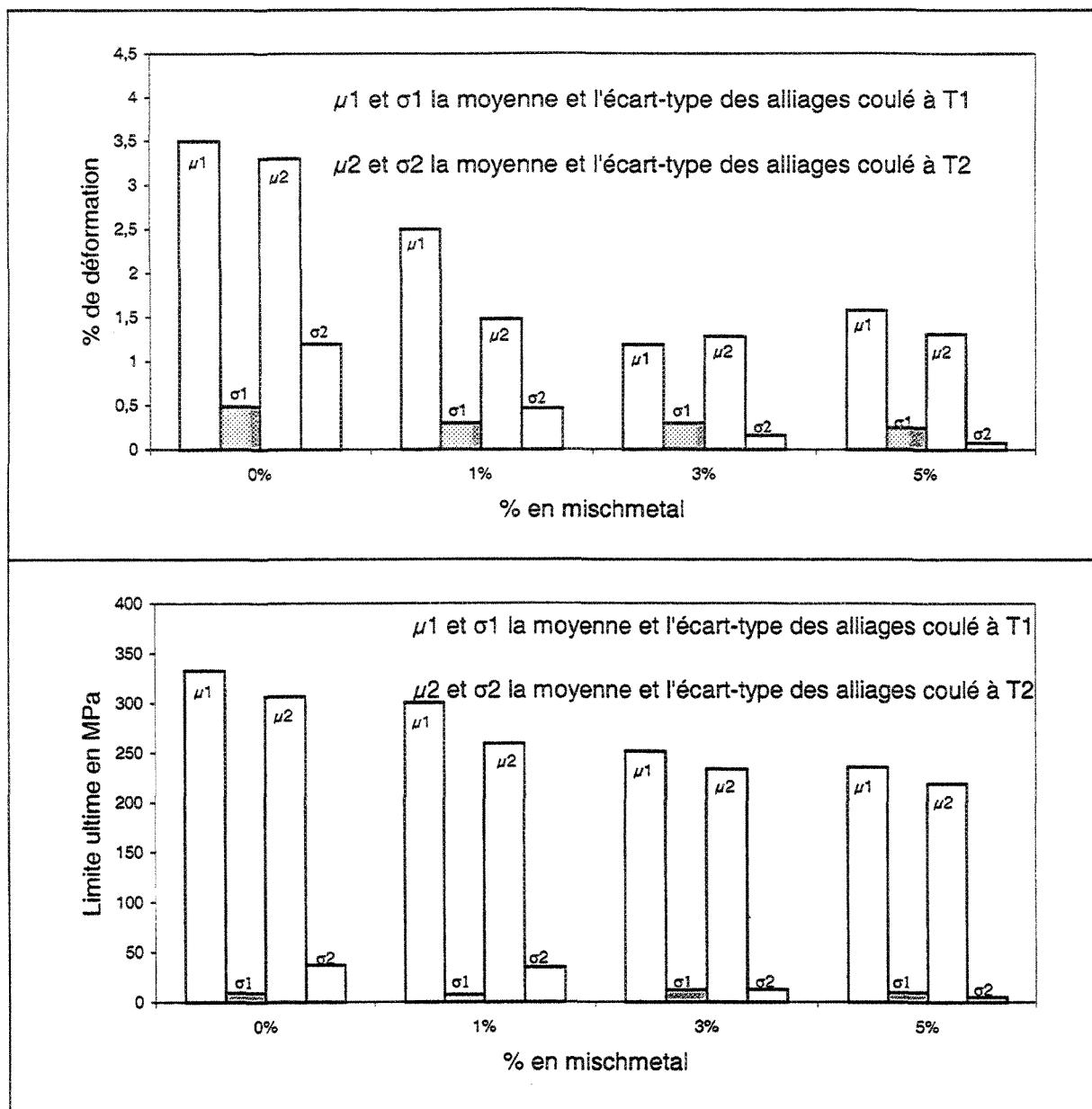


Figure 86. Propriétés mécaniques des alliages 0.8%-Fe.

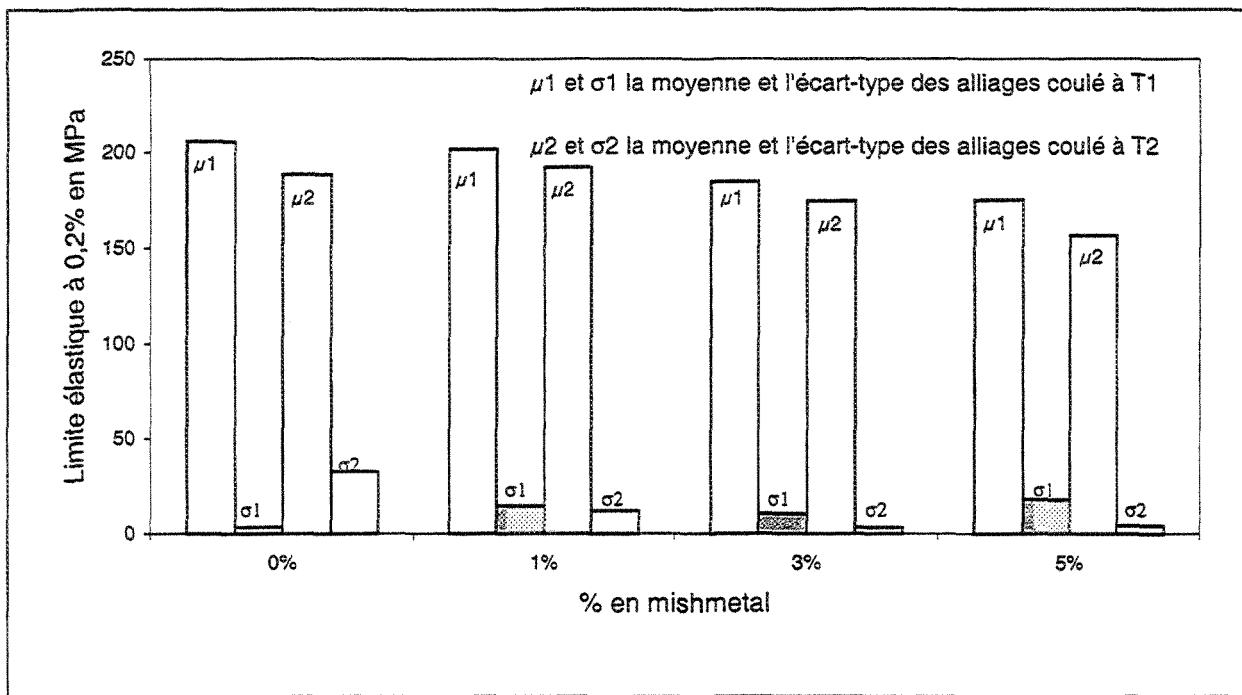


Figure 87. Propriétés mécaniques des alliages 0.8%-Fe (suite)

Dans les alliages à haute concentration en fer (1.2%-Fe), on a constaté que la longueur de la phase β et du mischmetal n'augmente pas mais diminue légèrement par rapport à l'alliage 0.4%-Fe et 0.8%-Fe lorsque la concentration en mischmetal passe à 5% et la température de surchauffe augmente à $T_2 = 950^\circ\text{C}$. Ceci explique l'amélioration du pourcentage de déformation pour l'alliage 1.2%-Fe 5%-mischmetal coulé à T_2 et T_1 . La limite ultime et la limite élastique se dégradent avec le mischmetal mais s'améliorent légèrement avec la surchauffe, seul l'alliage 1.2%-Fe 0%-mischmetal voit sa limite élastique diminuer une fois surchauffé à $T_2 = 950^\circ\text{C}$.

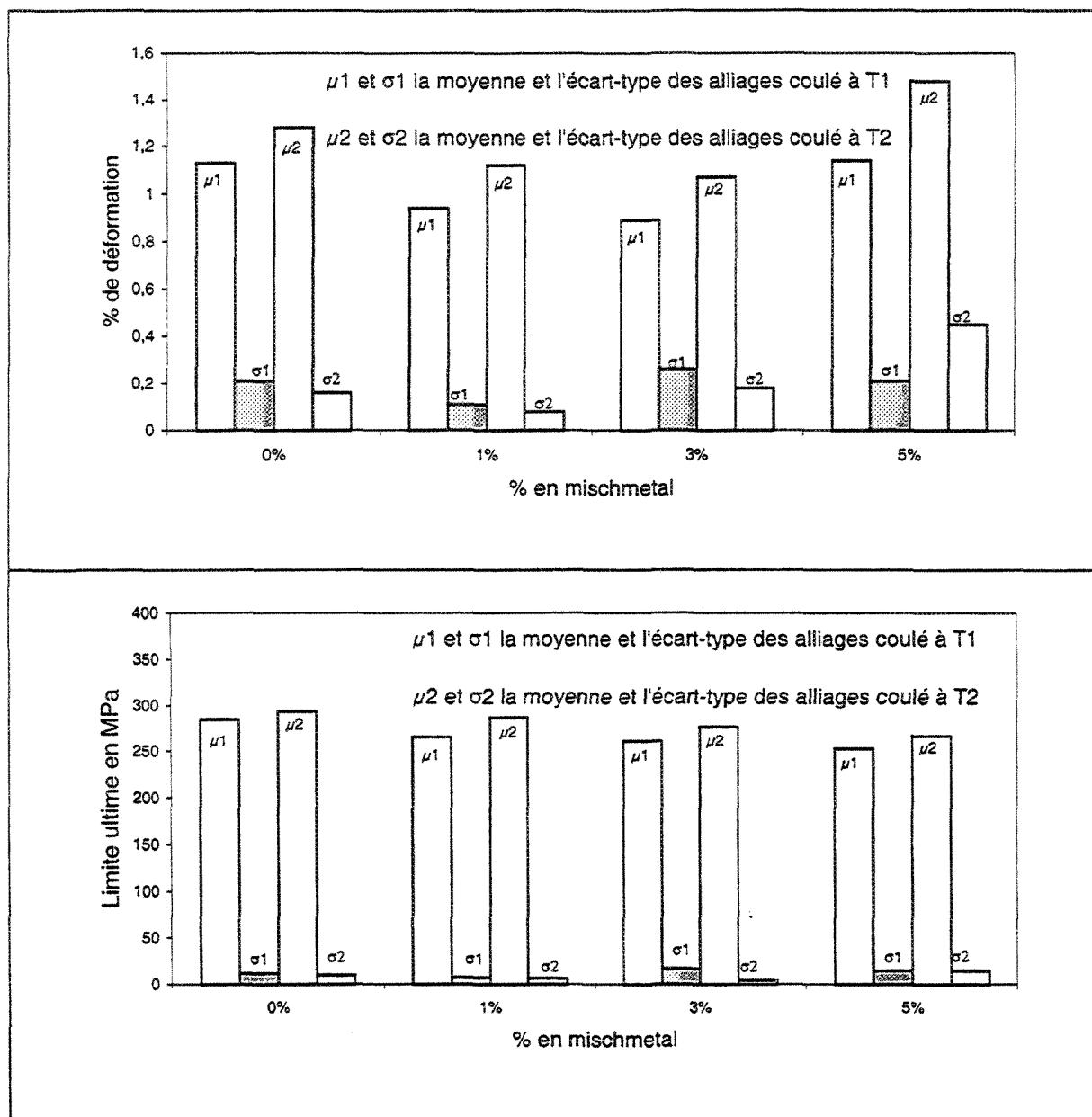


Figure 88. Propriétés mécaniques des alliages 1.2%-Fe.

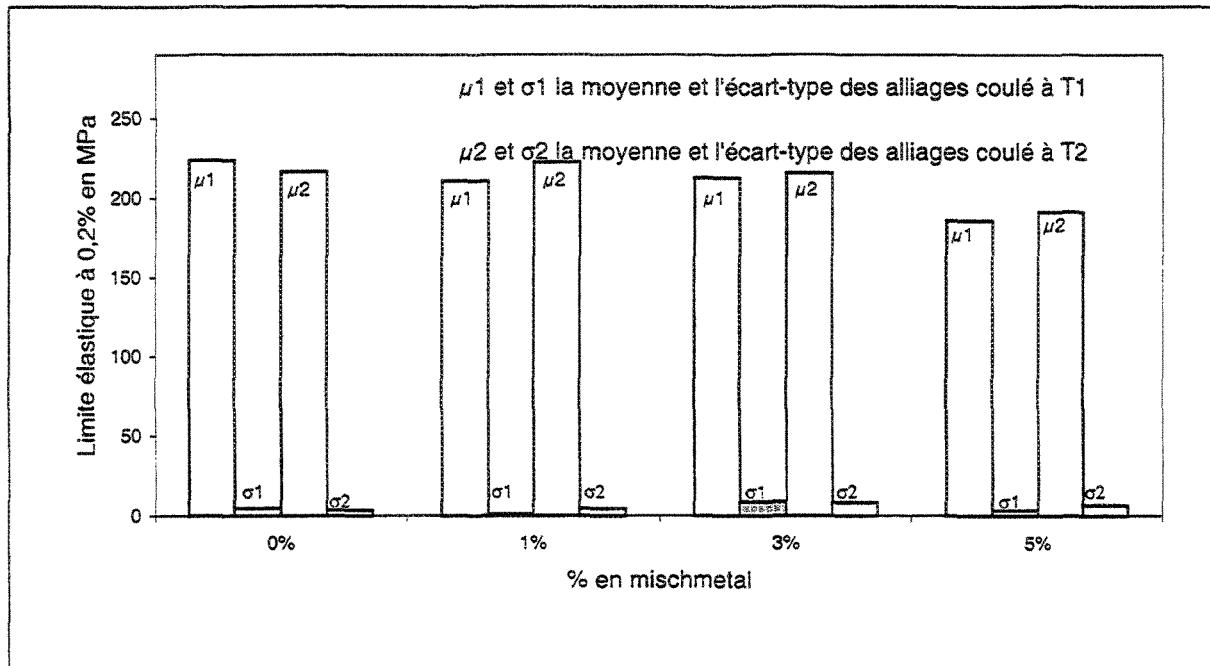


Figure 89. Propriétés mécaniques des alliages 1.2%-Fe (suite).

6.5 Analyse métallographique des éprouvettes de traction et mode de rupture

6.5.1 Analyse métallographique des éprouvettes de traction

Pour raffiner les grains, on augmente la concentration en titane dans la composition chimique des éprouvettes par rapport à celle des échantillons utilisés en analyse thermique et métallographique. Tel qu'illustré sur la figure 90-a, l'alliage de base 0.4%-Fe coulé à la température $T1 = 750^{\circ}\text{C}$, subit des modifications importantes au niveau de la phase silicium (voir aussi tableau 26), tel que la sphéroidisation et l'augmentation de la densité (particules/ mm^2).

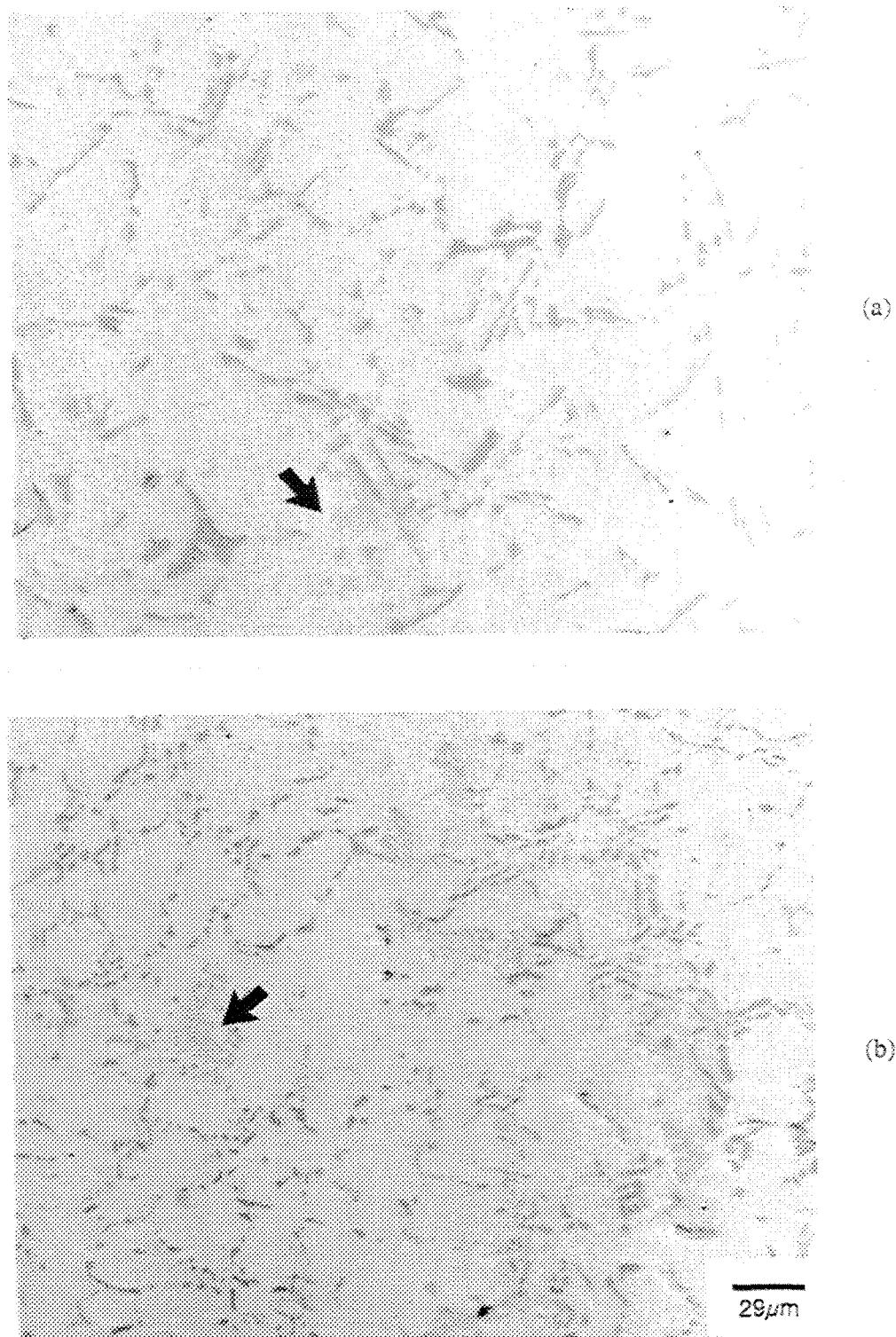


Figure 90. Micrographes optiques de l'alliage BM0T1 après traitement T6
(a) Persistance de la phase α -Fe, alliage BM0T1
(b) La phase α -Fe ne change pas de morphologie, alliage BM0T1

La même figure 90 montre l'insolubilité de la phase α -Fe après le traitement T6 pour le même alliage surchauffé aux deux températures $T1 = 750^{\circ}\text{C}$ et $T2 = 950^{\circ}\text{C}$. À travers les figures 91-a et 91-b on observe aussi la fragmentation de la phase Al_2Cu . La persistance des plaquettes ségrégées ainsi que celles liées au mischmetal (aiguilles) après le traitement T6 est illustrée dans les figures 91-b et 92-a (alliage 0.4%-Fe-5%-Mischmetal coulé à $T1 = 750^{\circ}\text{C}$). Cependant, la phase β -Fe (figure 93-a, alliage de base 0.8%-Fe-0%mischmetal) subit une modification significative. Dans les alliages à haute teneur en fer (1.2%-Fe-0%mischmetal) on assiste à un début de fragmentation dû à la grande taille de la phase β -Fe pré-eutectique (figures 93-b et 94-a). La figure 94-b illustre la persistance des phases intermétalliques liées au mischmetal et la dissolution difficile de la phase β -Fe (1.2%-Fe-5%-Mischmetal).

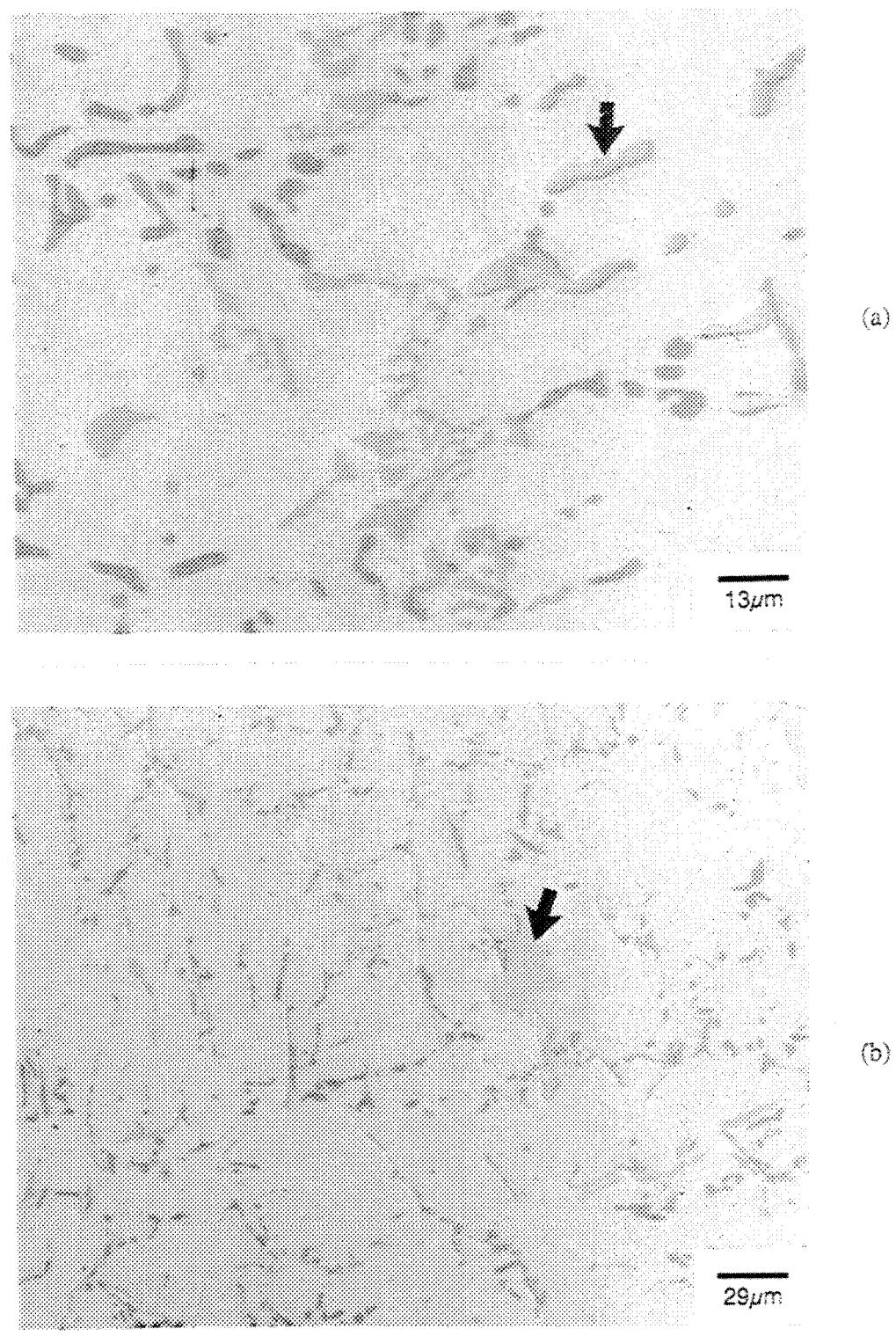


Figure 91. Micrographes optiques des alliages BM0T2 et BM5T1 après traitement T6
(a) Persistance de la phase Al_2Cu , alliage BM0T2
(b) Persistance des plaquettes ségrégées, alliage BM5T1

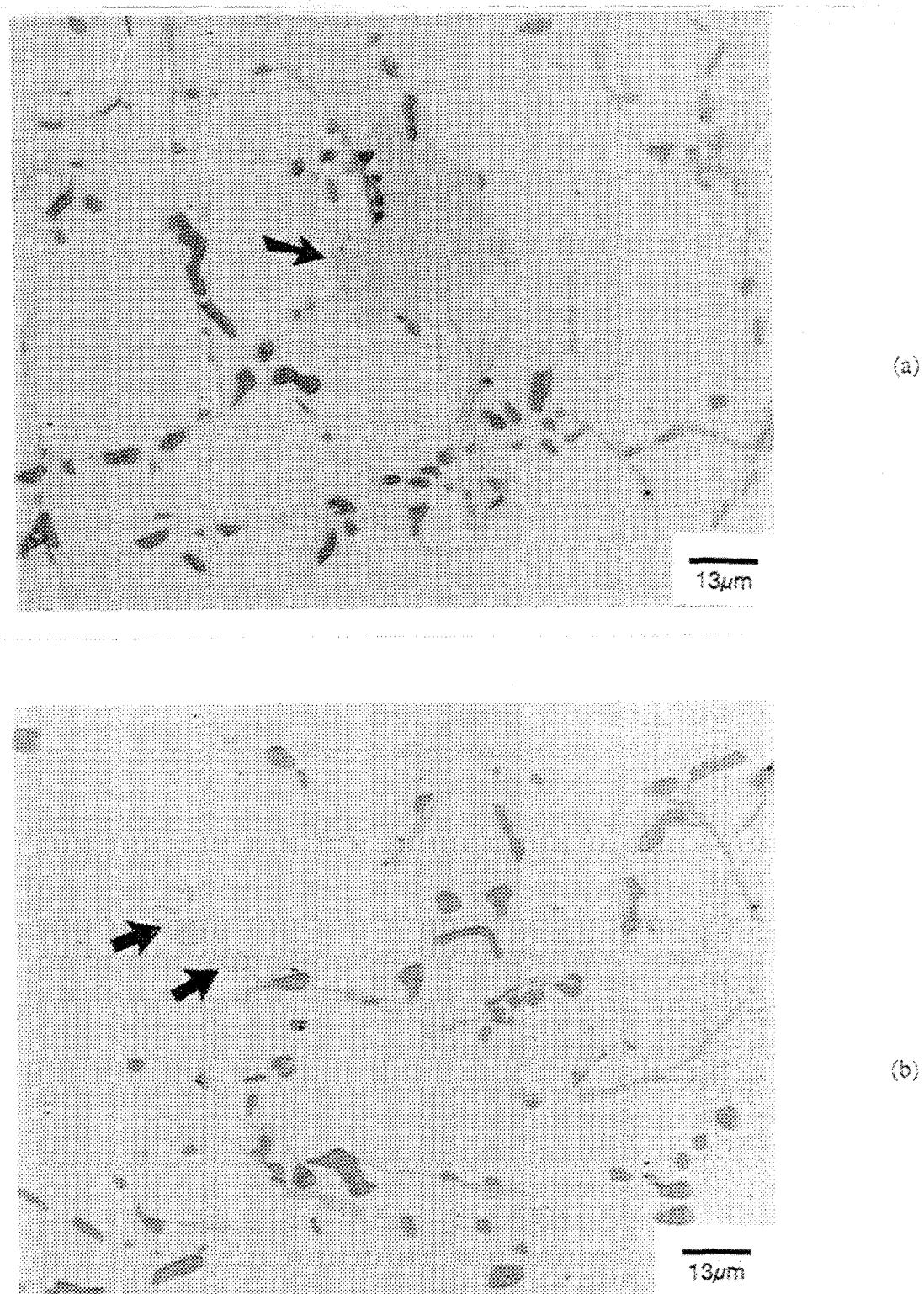


Figure 92. Micrographes optiques des alliages BM5T1 et BM5T2 après traitement T6
(a) Persistance des plaquettes ségrégées, alliage BM5T1
(b) Fragmentation de la phase Al₂Cu, alliage BM5T2

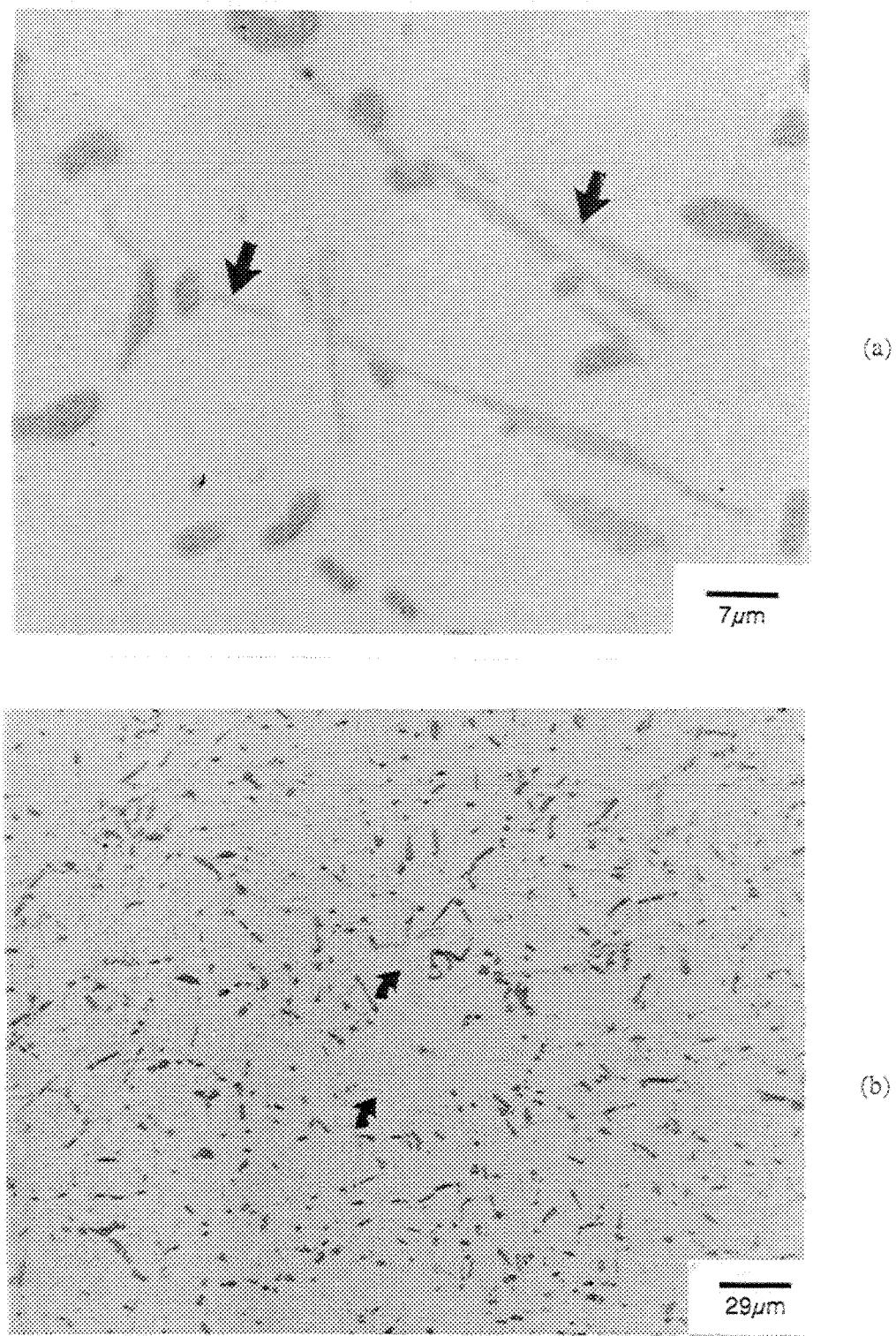


Figure 93. Micrographes optiques de l'alliage BM2F0T1 après traitement T6
(a) Dissolution de la phase β -Fe BM2F0T1
(b) La densité élevée de la phase β -Fe, alliage BM2F0T1

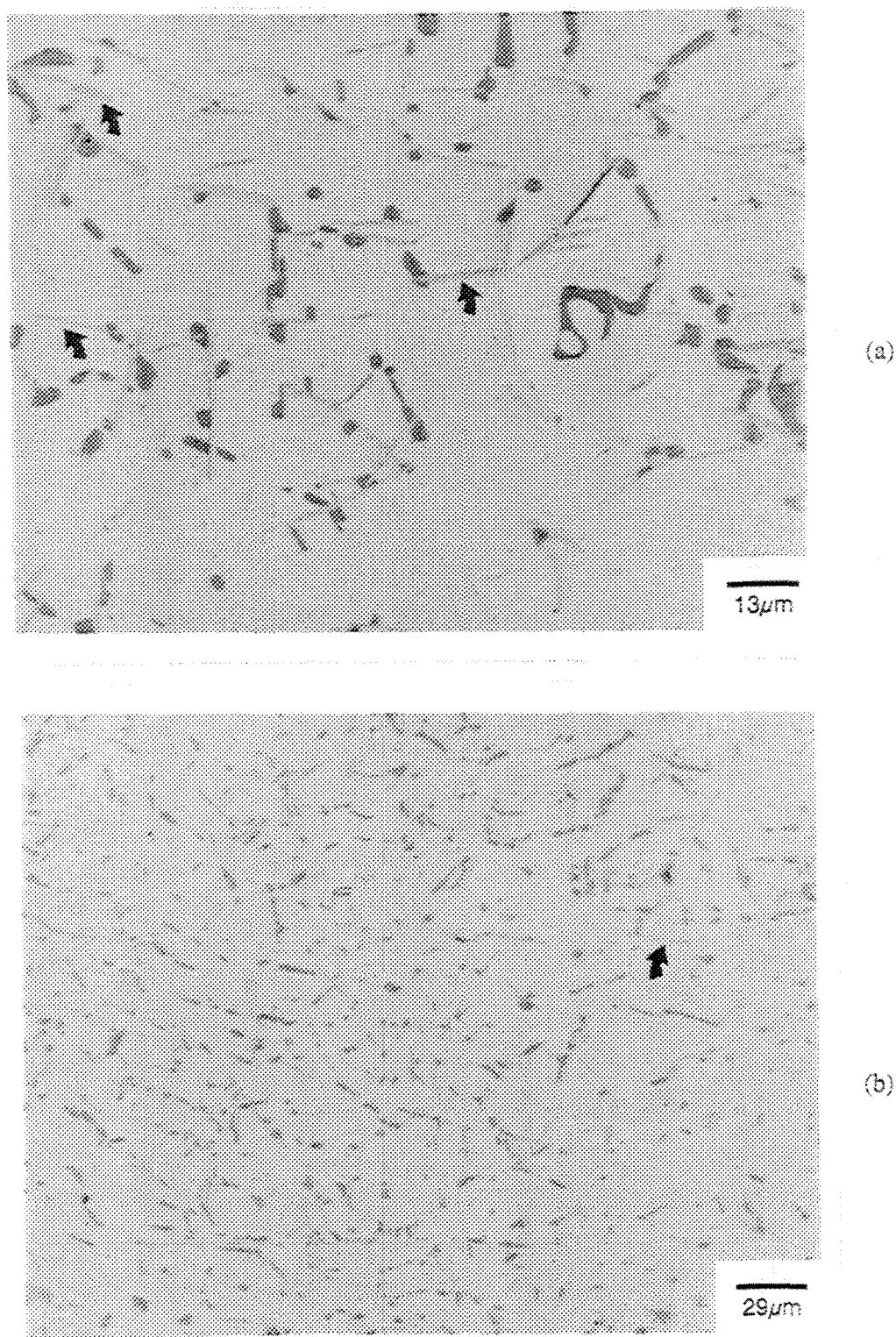


Figure 94. Micrographes optiques des alliages BM2F0T1 et BM2F5T2 après traitement T6
(a) La densité élevée de la phase β -Fe BM2F0T1
(b) La persistance de la phase liée au mischmetal (aiguilles), alliage BM2F5T1

6.5.2 Mode de rupture pour les alliages coulés à T1

Le mode de rupture pour la surface des éprouvettes de traction a été étudié au moyen d'un microscope électronique. Chaque mode de rupture et les différentes phases mises en jeu sont mis en évidence par deux techniques : faisceaux secondaires pour le mode de rupture, et la méthode électrons rétro-diffusés pour identifier les phases.

Les alliages de base à faible teneur en fer (0.4%-Fe-0%-mischmetal) ont une bonne ductilité d'où la présence de fossette (coupole) de grande taille (figure 95-a). Tel qu'illustré par la figure 95-b, la bonne ductilité de ces alliages est due à la présence de certaines phases tel que la phase α -Fe. L'augmentation de la concentration en mischmetal dans les alliages 0.4%-Fe, diminue la ductilité, se manifestant par des ruptures selon un plan. Ce mode de rupture est connu sous le nom de clivage tel qu'illustré à la figure 96-a. La surface du plan de clivage dans la phase liée au mischmetal est plus petite que celle de la phase β -Fe.

Lorsque la teneur en fer augmente (0.8%-Fe-3%-mischmetal) la surface de clivage augmente traduisant une dégradation de la ductilité (figures 97-a et 97-b), alors que l'amélioration relative de la ductilité dans les alliages 1.2%Fe-5%-mischmetal est traduite par la présence de coupole et la réduction de la surface de clivage (figures 98-a et 98-b). Cette dernière est essentiellement due à l'augmentation de la densité des phases du mischmetal, des plaquettes ségrégées et la diminution de la phase β -Fe.

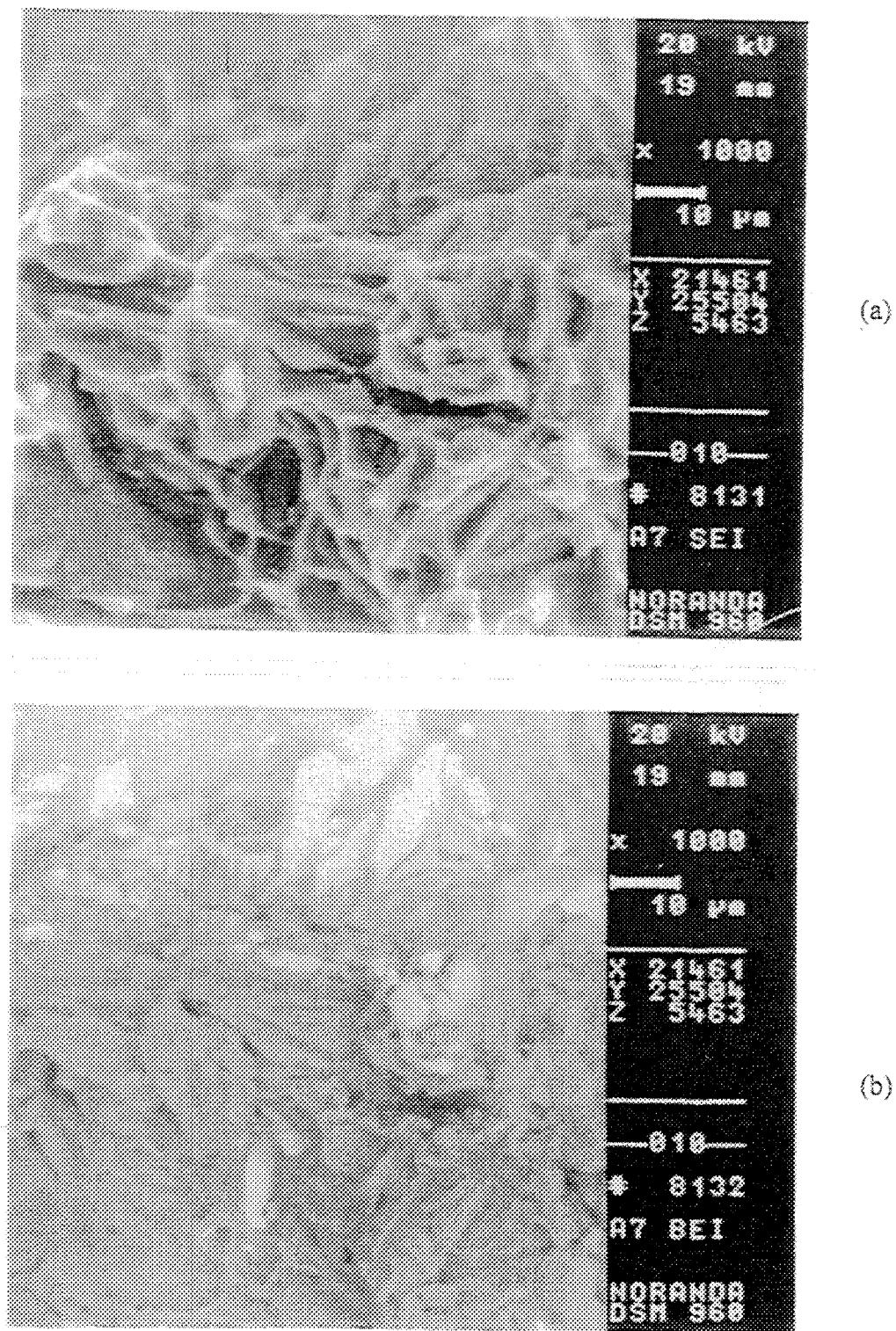


Figure 95. Surface de rupture de l'alliage BM0T1

- (a) Image obtenue par la méthode des faisceaux secondaires ("secondary electron image")
- (b) Image obtenue par la méthode électrons rétro-diffusé ("backscattered electron image")

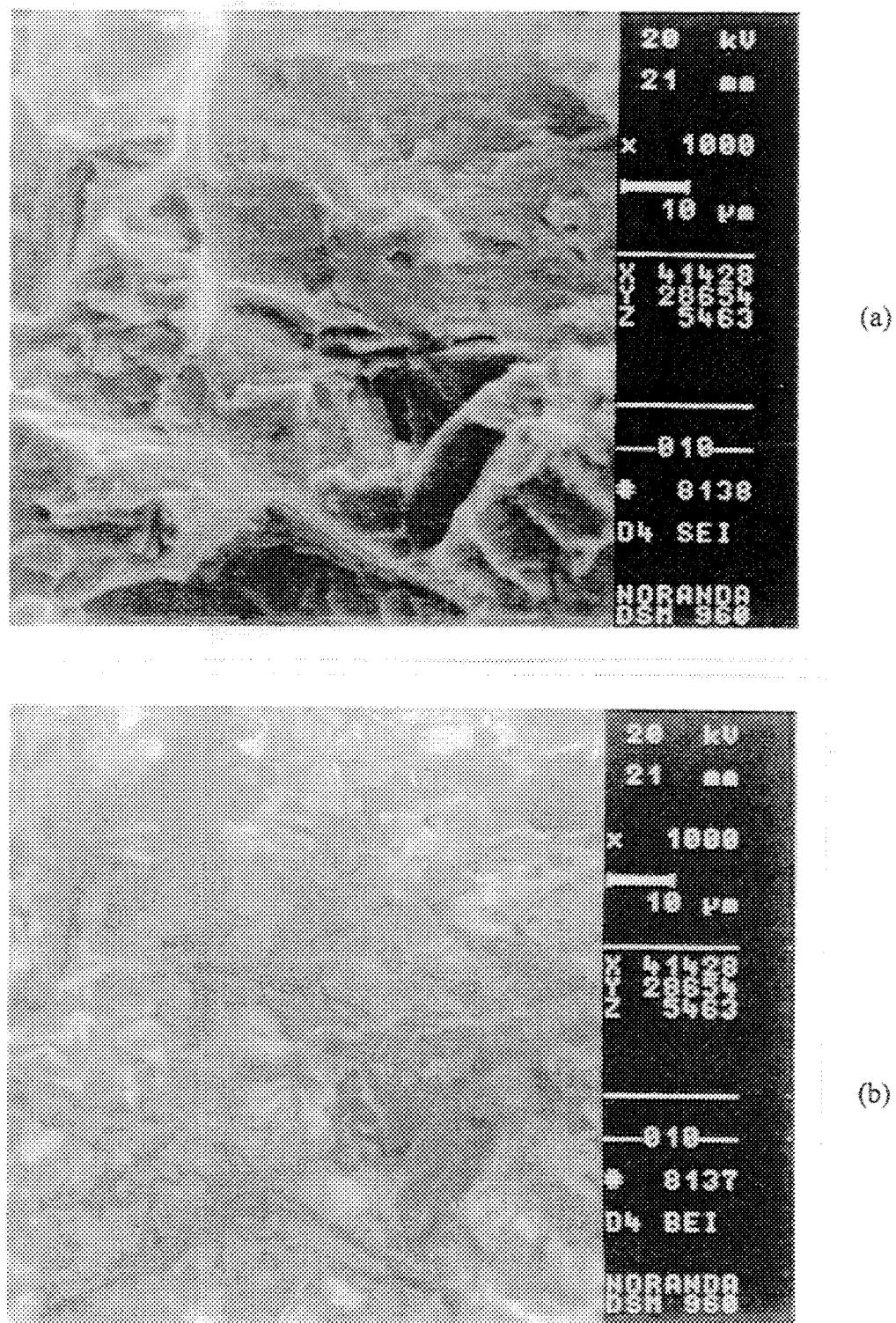


Figure 96. Surface de rupture de l'alliage BM5T1

- (a) Image obtenue par la méthode des faisceaux secondaires ("secondary electron image")
- (b) Image obtenue par la méthode électrons rétro-diffusé ("backscattered electron image")

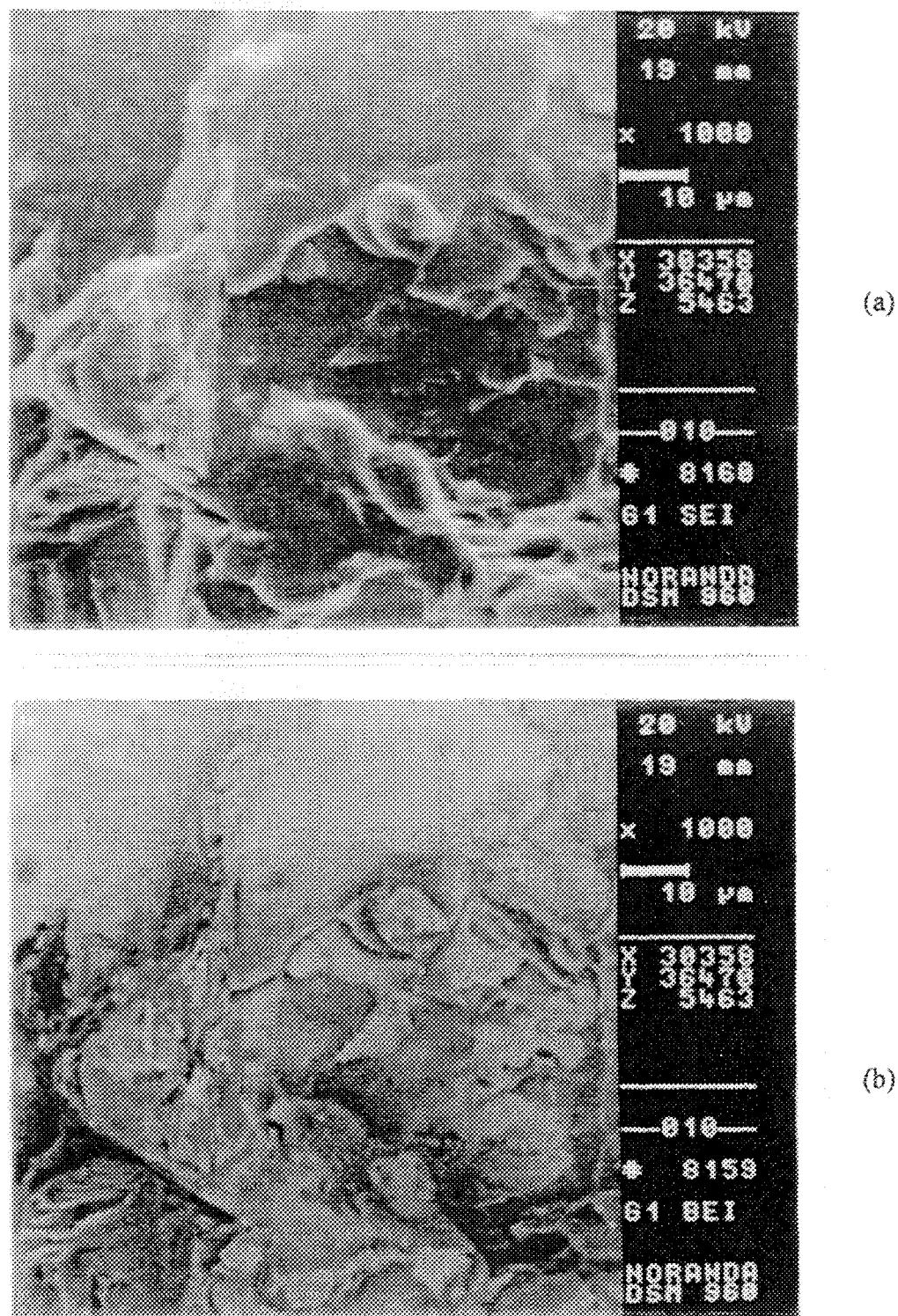


Figure 97. Surface de rupture de l'alliage BM1F3T1

- (a) Image obtenue par la méthode des faisceaux secondaires ("secondary electron image")
- (b) Image obtenue par la méthode électrons rétro-diffusé ("backscattered electron image")

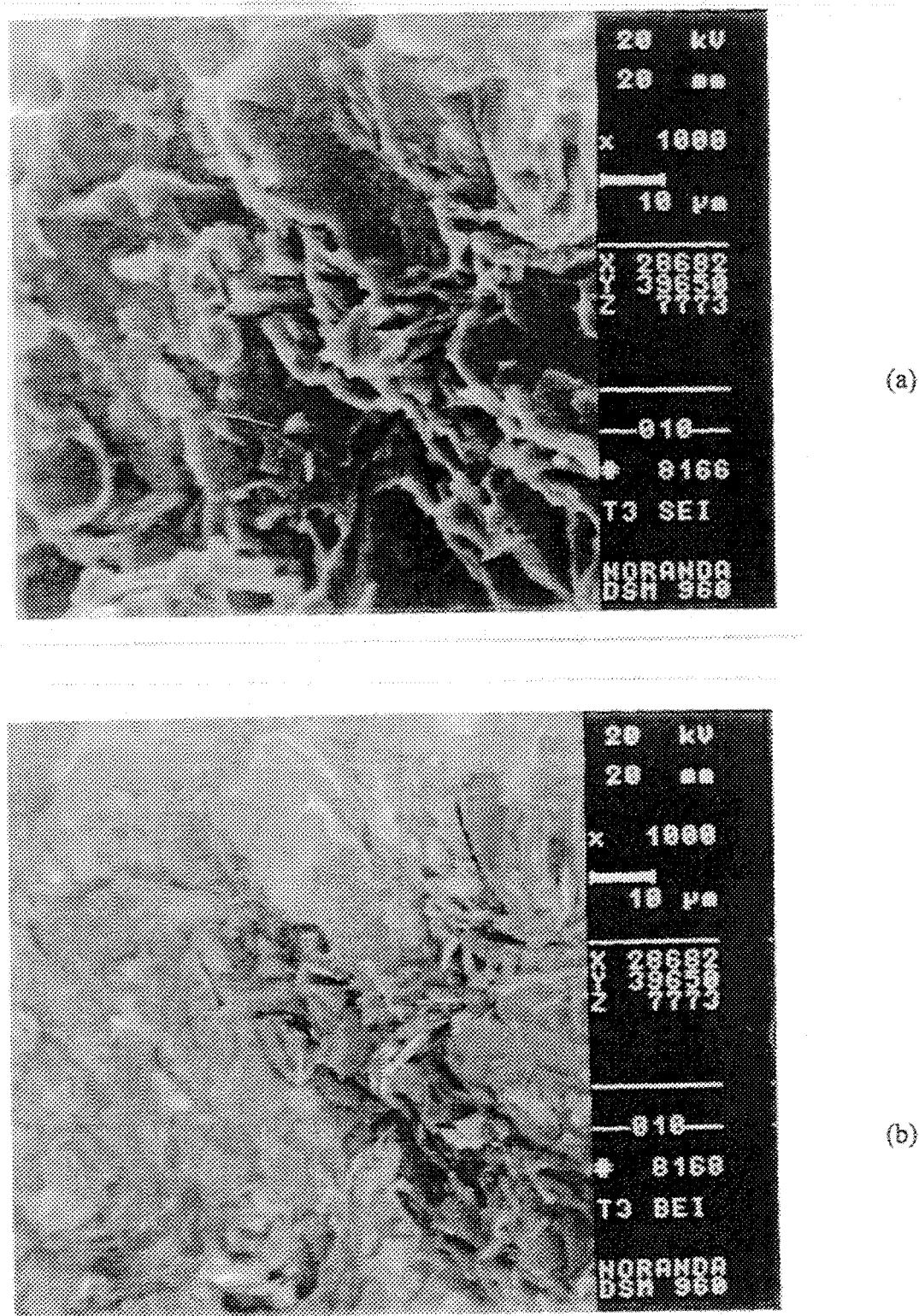


Figure 98. Surface de rupture de l'alliage BM2F5T1

- (a) Image obtenue par la méthode des faisceaux secondaires ("secondary electron image")
- (b) Image obtenue par la méthode électrons rétro-diffusé ("backscattered electron image")

CHAPITRE 7

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

7.1 Conclusions

L'amélioration relative du pourcentage de déformation dans le cas des alliages à haute teneur en fer a ouvert une nouvelle voie devant l'industrie du recyclage. Ceci n'est possible qu'avec des alliages contenant 5% de mischmetal et coulés à partir de la température $T_2 = 950^{\circ}\text{C}$. Cependant le dernier procédé nécessitera une grande consommation d'énergie.

Dans le présent travail de recherche nous sommes arrivés aux conclusions suivantes :

- 1) Le raffinement des grains et la modification de la phase du silicium dépendent du taux de refroidissement, de la présence d'agents de germination (surfusion), de la durée de la croissance, de l'instant de germination et de la température de précipitation de la phase.

L'espace interdendritique dans le présent travail, n'a pas subit de changement substantiel lorsque la concentration en mischmetal et la température de surchauffe augmentent. Contrairement aux alliages eutectiques et des alliages dont la teneur en silicium est inférieure à 0.13% en poids, on a observé des surfusions nulles à des hauts taux de refroidissement. Dans le cas de l'alliage 1%-Mischmetal-0.4%-Fe coulé en moule métallique, la surchauffe augmente la température de formation de la phase α -Al avec une chute de la surfusion sans augmenter l'espace interdendritique. En outre, aucun paramètre contrôlé dans ce travail de recherche ne peut expliquer le comportement de l'espace interdendritique dans les alliages coulés à l'équilibre à partir de la température de surchauffe T2. Ceci est vrai aussi dans le cas de l'alliage 3%-Mischmetal coulé en moule métallique à T2.

2) Dans tous les alliages 319 on n'a pas observé de surfusion lors de la réaction eutectique Al-Si contrairement à Ravi et al.³⁷ qui ont utilisé l'alliage 356. Hors équilibre la température de première réaction eutectique Al-Si T_E de l'alliage de base 0.4%-Fe diminue une fois surchauffé à $T_2 = 950^\circ\text{C}$, alors que la densité du silicium diminue au lieu d'augmenter. Probablement le temps de l'instant de la réaction l'a emporté sur la diminution de la température de l'eutectique, étant donné que dans ce cas, cette réaction se produit une seconde plus tard.

- 3) La densité de la phase du silicium augmente d'une manière significative lorsque la concentration en fer et le taux de refroidissement augmentent. La modification de la phase silicium eutectique est plus nette avec un taux de refroidissement élevé qu'avec l'addition du mischmetal.
- 4) Sans addition de mischmetal, la densité et la longueur de la phase β -Fe diminue lorsqu'on surchauffe les alliages à la température $T_2 = 950^\circ\text{C}$. Comme a été prévu par d'autres chercheurs, cette diminution s'accompagne par une augmentation de la phase α -Fe. La densité de la phase β -Fe augmente lorsque la concentration en fer augmente. Le phénomène inverse est observé concernant la densité de la phase α -Fe et les plaquettes ségrégées.
- 5) Des nouvelles phases liées à l'addition du mischmetal (5% en poids) apparaissent pour les deux valeurs de la concentration en fer 0.8% et 1.2% (analyse des courbes de refroidissement). L'une d'elles a la forme des aiguilles (comme la phase β -Fe). Elle peut ainsi nuire aux propriétés mécaniques des alliages. La densité de cette phase augmente avec la concentration en fer se caractérisant par une valeur minimale chez l'alliage à 0.8%-Fe coulé à la température T_2 . L'autre phase ressemble aux plaquettes ségrégées et se forme lorsque le métal est à l'état liquide.
- 6) La concentration des plaquettes ségrégées augmente avec la concentration en fer dans les alliages 5%-mischmetal coulés à la température T_2 . Le phénomène inverse est

observé chez ceux coulés à la température T1 (0% et 5% en mischmetal). La phase α -Fe voit sa densité diminuer dans les alliages de base (0%-mischmetal) coulé à T1 et les alliages 5%-mischmetal coulé à T2, lorsque la densité en fer augmente, alors qu'elle augmente légèrement dans le cas des alliages 5%-mischmetal coulé à T1.

7) On constate aussi une légère diminution de la longueur des particules β -Fe et aussi des particules de la phase du mischmetal MM, lorsque la concentration en fer et la température de surchauffe augmentent. Cette diminution peut être expliquée par le fait que le rayon atomique des lanthanides qui est supérieur à celui des éléments présents dans l'alliage de base, rend difficile la diffusion des particules β -Fe et par la saturation du fer car ce dernier est l'un des constituants des autres phases intermétalliques.

8) Les propriétés mécaniques des alliages 319 et particulièrement le pourcentage de déformation se détériorent dans le cas des alliages avec 0.8%-fer et 5%-mischmetal, alors qu'elles s'améliorent avec une teneur en fer plus élevée (1.2%-Fe). En effet la diminution de la longueur des aiguilles, la surchauffe et l'augmentation de la densité des plaquettes ségrégées en constituent les principaux causes.

7.2 Recommandations

Pour étudier en profondeur l'effet des terres rares (les constituants du mischmetal), il est préférable d'étudier l'effet de chaque élément individuellement (cérium, lanthane

etc.). En outre l'analyse calorimétrique est préconisée pour identifier les pics liés aux terres rares sur les courbes d'analyse thermique. Cette technique est reconnue par sa précision par rapport aux courbes de refroidissement usuelles.

BIBLIOGRAPHIE

- 1) A. Couture, "Iron in aluminium casting alloys- a literature survey", AFS International Cast Metals Journal, 1981, pp 9-17.
- 2) L. Backerud, G. Chai, et J. Tamminen, "Solidification Characteristics of aluminium alloys", Vol. 2: Foundry alloys, AFS/Skan aluminium, Des Plaines, IL, USA, 1990.
- 3) A.M. Samuel, P. Ouellet H.W Doty et F.H Samuel, "Microstructural interpretation of thermal analysis of commercial 319 Al alloy with Mg and Sr additions", AFS Transactions, 1997, pp 951-962.
- 4) Carl Villeneuve, "Neutralisation et dissolution des intermétalliques de fer dans les alliages Al-Si", mémoire présenté à l'université du Québec à Chicoutimi comme exigence partielle de la maîtrise en ingénierie, août 1998.
- 5) M. Hansen "Constitution of Binary Alloys", 2nd edition, McGraw-Hill Book Company Inc, New York, 1958.
- 6) P. Barrand, R. Gadeau, "L'aluminium", Tome 1: Productions-propriétés-alliages, Editions Eyrolles, Boulevard St-Germain, France ,1964.
- 7) J.M. Dorlot, J.P. Bailon et J. Masounave "Des matériaux", Éditions de l'école polytechnique de Montréal, décembre 1991.

- 8) C.H. Caceras, C.J. Davidson, J.R. Griffiths, L.M. Hogan et Q.G. Wang "Hypoeutectique Al-Si-Mg foundry alloys", Materials Forum, Pergamon Press, New York, Vol 21, pp 27-43, 1997.
- 9) S.G. Shabestari et J.E. Gruzleski "The effect of solidification condition and chemistry on the formation and morphology of complex intermetallic compounds in aluminium silicon alloys", Cast Metals, Vol 6, Number 4, pp 217-224, 1994.
- 10) A.N. Lakshmanan, S.G. Shabestari et J.E Gruzelski "Microstructure control of iron intermetallics in Al-Si Casting Alloys", Z.Metallkunde. 86 (1995) 7, pp 457-464.
- 11) L.A. Narayanan, F.H. Samuel et J.E. Gruzeleski "Dissolution of iron intermetallics in Al-Si alloys through Nonequilibrium Heat Treatment", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol 26A, August 1995, pp 2161-2173.
- 12) L.A. Narayanan, F.H. Samuel et J.E. Gruzeleski "Crystallisation behavior of iron-containing intermetallic compounds in 319 aluminium alloy", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol 25A, August 1994, pp 1761-1773.
- 13) C. Villeneuve et F.H Samuel "Fragmentation and dissolution of β -Al₅FeSi phase during solution heat treatment of Al-13wt%Si-Fe alloys", Int. J. Cast Metals Res., Vol 12, 1999, pp 145-160.

- 14) B. Xiufang, C. Guohua et M. Jiaji "Master Alloy for the spheroidisation of needle-form iron compounds in aluminium alloys", Cast Metals, Vol 6, Number 3, 1993, pp 159-161.
- 15) C. Villeneuve, H.W. Doty , S. Valtierra et F.H. Samuel "Effect of trace elements on β -Al₅FeSi characteristics and properties of Al-Si-Cu (319) foundry alloys", International. Journal of Cast Metals Research 2000.
- 16) L.F. Mondolfo et J.G. Barlock "effect of superheating on structure of some Aluminium alloys", Metallurgical Transactions B, Vol 6B, December 1975, pp 565-572.
- 17) X. Liu, X. Bian, Y. Liu, G. Zhang, J. Ma "The heredity of iron compound morphologies in Al Alloys and spheroidizing mechanism", Acta Metallurgica Sinica, Vol 33, No. 10, October 1997, pp 1067-1069.
- 18) Y. Awano et Y. Shimizu "Non-equilibrium crystallization of AlFeSi compound in melt-superheated Al-Si Alloy Castings", AFS Transactions, 1990, pp 889-895.
- 19) P.N. Crepeau "Effect of iron in Al-Si casting alloys: a critical review", AFS Transactions, 1995, pp 361-366.
- 20) X. Bian, G. Zhang, S. Zhao et J. Ma "The spheroidisation of needle-form iron compounds in an AL-Si alloy", Cast Metals, Vol 5, Number 1, 1992, pp 39-41.

- 21) S. Lu et A. Hellawell "Modification and refinement of cast Al-Si alloys", Light Metals 1995, Las Vegas NV, USA, 12-16 Feb. 1995, Vol "nd", pp 989-993.
- 22) A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra "Effect of superheat, cooling rate and impurities on the formation of iron intermetallics in Al-Si die casting alloys", Prepared for AFS Casting Congress 2000.
- 23) D. Apelian, et J.A. Cheng "Al-Si processing variables effect on grain refinement and eutectic modification", AFS Transactions, 1986, pp 797-808.
- 24) N. Tenekedjiev et J.E. Gruzelski "Thermal Analysis of Strontium-Treated Hypoeutectic and Eutectic Aluminium-Silicon Casting Alloys", AFS Transactions 1991, pp 1-6.
- 25) W. Bonsack "Iron-The problematic factor in quality of aluminium alloy die castings", AFS Transactions, Vol 69, 1961, pp 712-720.
- 26) S.G. Shabestari et J.E. Gruzelski "Modification of iron intermetallics by strontium in 413 aluminium alloys", AFS Transactions 1995, pp 285-293.
- 27) F. Paray et J.E. Gruzelski "Modification-a parameter to consider in the heat treatment of Al-Si alloys", Cast Metals, Vol 5, Number 4, 1993, pp 187-195.
- 28) G. Chai et L. Bäckerud "Some factors affecting the modification of aluminium silicon alloys by addition of strontium containing master alloys", AFS transactions, Vol 100, 1992 pp 1-11.

- 29) S. Jacob "Modification de l'A-S7 G06 par le sodium, l'antimoine et le strontium", Fonderie 363 – Janvier 1977, pp 13-25.
- 30) C. Villeneuve, A.M. Samuel et F.H. Samuel "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, 2000.
- 31) S. Murati, K.S. Raman, et K.S.S Murthy "Morphological studies on β -FeSiAl₅ phase in Al-7Si-0.3Mg alloy with trace additions of Be, Mn, Cr, and Co", Materials Characterisation 33: 99-112 (1994), pp 99-106.
- 32) A.M. Samuel et F.H. Samuel "Modification of iron intermetallics by magnesium and strontium in Al-Si alloys", Int. J. Cast Metals Res., 1997, 10, pp 147-157.
- 33) C.A. Hampel "Rare Metals Handbook" 1961 by Reinhold Publishing Corporation, Chapman and Hall, Ltd; London.
- 34) I.N. Ross "Mischmetal", The Metallurgist and Materials Technologist, July 1974.
- 35) B. Grieb "The Al-Ce-Fe system" Bulletin of Alloy Phase Diagrams, Vol 10, No 6, 1989, pp 669-671.
- 36) F. Pan, D.V. Edmonds et X. Yang "Effects of rare earth additions on the as-cast microstructure and intermetallic compounds in commercial-purity aluminium", Proc. Intl. Symposium on "Advances in production and fabrication of light metals and metal matrix composites", M.M. Avedesian, L.J. Larouche and J.Masounave

- (Eds), The Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, Montreal, Qc, 1992, pp 361-369.
- 37) M. Ravi, U.T.S. Pillai, B.C. Pai, A.D. Damodaran, et E.S Dwarakadasa "A study of the influence of mischmetal additions to Al-7Si-0.3Mg (LM 25/356) alloy", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol 27A, May 1996, pp 1283-1292.
- 38) C. Zhanyi, S. Daren, D. Weixi, Z. Zunjie "The modification effect of pressure and rare earth element on the iron-rich phase in Al-Si-Cu-Mg alloy"
- 39) X.H. Zhao, "Refinement of Al-Si Hypereutectic alloys", Light Metals 1995, J. Evans, The Minerals, Metals and Materials Society 1995.
- 40) R. Sharan et T.R. Anantharaman "Modification of aluminium-silicon alloys by Misch Metal additions", Current Science No 21, November : 5, 1967, pp 568-570.
- 41) B.J. Ye , C.R. Loper, Jr., D.Y. Lu, C.S. Kang "An assessment of the role of rare earth in the eutectic modification of cast aluminium-silicon alloys", AFS Transactions, Vol 93, 1985, pp 533-544.
- 42) R. Sharan et N.P. Saksena "Rare earth modifiers of aluminium silicon alloys", International Cast Metals Journal, Vol 3, No 1, 1978, pp 29-33.
- 43) R. Sharan et N.P. Saksena "Rare earth additions to aluminium silicon alloys", Castings, January-February, 1978, pp 37-41.

- 44) R. Sharan "Influence of the rare earth additions on the machinability and mechanical properties of aluminium alloys", International Foundry Congress, Liege Belgique, 1974, pp 2-14.
- 45) Y. Chen, Q. Li et Z. Jiang "Influence of cerium and mischmetal on the hardness and brightness of Al-Mg-Si alloys", Journal of the Less-Common Metals, 110 (1985), pp 175-178.
- 46) J.M. Mahajan et R. Sharan "Effects of mischmetal additions on the machinability and mechanical properties of aluminium alloys", Transactions of the Indian Institute of Metals, September 1966, pp 135-140.
- 47) K.J. Oswalt et M.S. Misra "Dendrite arm spacing (DSA): a nondestructive test to evaluate tensile properties of premium quality aluminium alloy (Al-Si-Mg) castings" AFS Transactions, 1980, vol 51, pp 845-862.
- 48) K. Radhakrishna, S. Seshan et M. R. Seshadri "Denrite arm spacing in aluminium alloy" AFS Transactions 1980, vol 87, pp 695-702.
- 49) X. Cao et J. Campbell "Precipitation of primary intermetallic compounds in liquid Al-11.5%Si-0.4%Mg alloy" soumis au International Journal of Cast Metals Research 2001.
- 50) Xizhen Li et Xiufang Bian "Behaviour of hydrogen in superheated aluminium and its alloy melt" Materials Science Forum, Vols. 331-337 (2000) pp 209-214.