

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE

PRÉSENTÉ À

L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI

COMME EXIGENCE PARTIELLE

DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR

HUGUES BLANCHETTE

B.ING.

DÉVELOPPEMENT D'UN SYSTÈME DE CONTRÔLE DE QUALITÉ

POUR LES LOPINS D'ALUMINIUM SEMI-SOLIDE

OBTENUS AVEC LE PROCÉDÉ SEED

JUIN 2006



Mise en garde/Advice

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

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

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

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

RÉSUMÉ

Les alliages d'aluminium sont de plus en plus utilisés dans le monde du transport. Pour répondre à cette demande, les pièces moulées doivent respecter de hauts critères de performances. Ainsi, de nouvelles méthodes de moulage sont développées parce que les procédés traditionnels de moulage ne peuvent satisfaire ces nouvelles exigences. Une technique privilégiée de ces nouvelles technologies est le moulage des alliages semi-solides. Ce type de procédé implique l'utilisation de métal en cours de solidification impliquant la présence de particules de phase solide incluses dans la phase liquide.

Le procédé SEED est l'un de ces procédés qui a comme avantage de procurer une grande intégrité aux pièces moulées augmentant ainsi les propriétés mécaniques des pièces. Le lopin semi-solide produit par le procédé SEED se doit de satisfaire des critères de qualité afin de mouler une pièce qui rencontre les spécifications désirées. Ce projet a donc pour mission de déterminer la faisabilité d'une méthodologie pour évaluer la conformité d'un lopin d'alliage d'aluminium semi-solide avant son injection dans le moule et d'établir des corrélations entre les mesures, la morphologie des grains et le pourcentage de la fraction solide du lopin semi-solide.

Suite aux travaux réalisés par le CTA et Alcan avant le début de ce projet, les paramètres du procédé produisant des lopins d'aluminium A356 conformes ont été identifiés. En se basant sur ces paramètres, quatre signatures ont été déterminées pour caractériser les lopins considérés conformes. Ces mesures sont la base du système de contrôle de la qualité. Elles se divisent en deux volets. L'un est le volet de mesures non-destructives qui comporte l'évolution temporelle de la température à deux endroits sur la surface du creuset et l'évolution temporelle de la masse d'aluminium drainée pendant l'étape de drainage du procédé SEED. L'autre est le volet de mesures destructives qui est

l'évolution de la force appliquée pour la coupe longitudinale du lopin en fonction de la position de l'accessoire de coupe. Ces signatures ont été bornées par un intervalle de confiance à 95% déterminé à l'aide du test de Student. Suite à la caractérisation des lopins conformes, les paramètres du procédé SEED ont été perturbés intentionnellement. Le but de provoquer ces variations était de déterminer si les signatures sortaient ou demeuraient dans l'intervalle de confiance des lopins conformes. Également, une analyse métallographique était effectuée pour déterminer si les perturbations engendrées au procédé produisaient une microstructure différente des lopins conformes.

Selon les résultats obtenus, il est possible de développer un système de contrôle de qualité pour la production de lopins d'alliage d'aluminium A356 avec le procédé SEED.

REMERCIEMENTS

Ce projet a été réalisé en collaboration entre le Centre des technologies de l'aluminium (CTA) du Conseil national de recherche du Canada (CNRC), le Centre universitaire de recherche sur l'aluminium (CURAL) situé à l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC) et le Centre de recherche et développement Arvida (CRDA) de Alcan International Limited. Ce projet n'aurait pu être porté à terme sans l'aide et la confiance de mes superviseurs de recherche : Docteur Dominique Bouchard (CTA), Professeur André Charette (CURAL) et Docteur Zhan Zhang (CURAL). J'estime profondément ces personnes qui m'ont toujours témoigné un grand respect. Je tiens à remercier plus spécialement Dominique Bouchard pour son implication exceptionnelle dans le projet et André Charette qui a eu confiance en moi dès le début de ma maîtrise.

Je veux remercier Martin Bouchard pour son implication dans le montage et son aide lors des essais expérimentaux. Je remercie également Hélène Grégoire, Gilles Lemire et Chang-Qing Zheng pour leur support technique et leurs conseils, et la compagnie STAS-Unigec pour la construction du coupe-lopin.

Je voudrais remercier Alain Lemieux et Joseph Langlais du CRDA pour leur support dans le projet, Martin Forté, Josée Colbert, Omid Lashkari et Shahrooz Nafisi pour les fructueuses discussions que nous avons eues, le CURAL et la chaire CISMA pour leur support financier et mes parents pour leur support inconditionnel. Finalement, j'aimerais remercier toutes les personnes du Centre des technologies de l'aluminium et de l'Université du Québec à Chicoutimi pour leur amabilité et leurs encouragements.

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|--|------|
| RÉSUMÉ | ii |
| REMERCIEMENTS..... | iv |
| TABLE DES MATIÈRES | v |
| LISTE DES FIGURES | vii |
| LISTE DES TABLEAUX | xii |
| NOMENCLATURE | xiii |
| INTRODUCTION | 1 |
| 1.1 Problématique | 1 |
| 1.2 Objectifs..... | 3 |
| 1.3 Méthodologie | 3 |
| REVUE DE LA LITTÉRATURE | 7 |
| 2.1 Procédés de mise en forme de l'aluminium semi-solide | 7 |
| 2.1.1 Thixomoulage | 9 |
| 2.1.2 Rhéomoulage | 12 |
| 2.1.2.1 Procédé SEED..... | 13 |
| 2.1.2.2 Procédé « New Rheocasting Process » | 15 |
| 2.1.2.3 Procédé « New MIT Process » | 16 |
| 2.2 Contrôle de la qualité des lopins semi-solides..... | 18 |
| THÉORIE | 23 |
| 3.1 Solidification..... | 23 |
| 3.1.1 Germination | 23 |
| 3.1.1.1 Germination homogène..... | 24 |
| 3.1.1.2 Germination hétérogène..... | 26 |
| 3.1.2 Croissance des grains..... | 28 |
| 3.1.3 Évolution de la structure semi-solide..... | 30 |
| 3.2 Rhéologie | 34 |
| 3.2.1 Fluides newtoniens | 35 |
| 3.2.2 Fluides non-newtoniens | 37 |
| 3.2.2.1 Fluides rhéofluidifiants | 38 |
| 3.2.2.2 Fluides thixotropiques..... | 40 |
| 3.2.3 Comportement rhéologique d'un lopin pendant la tranche | 43 |
| 3.3 Application de l'analyse statistique dans le contrôle de la qualité | 45 |

| | | |
|-------|---|-----|
| 3.3.1 | Intervalle de confiance sur la moyenne d'une distribution normale de variance inconnue | 49 |
| 3.4 | Caractéristiques de l'alliage d'aluminium A356 | 51 |
| | PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE..... | 55 |
| 4.1 | Description du montage expérimental | 56 |
| 4.2 | Procédure expérimentale en fonderie | 59 |
| 4.3 | Procédure de métallographie | 63 |
| | RÉSULTATS ET DISCUSSION | 66 |
| 5.1 | Description des résultats obtenus..... | 85 |
| 5.2 | Effet du changement de la température de coulée | 88 |
| 5.3 | Effet du changement de la quantité d'alliage d'aluminium A356..... | 97 |
| 5.4 | Effet du changement de l'épaisseur du revêtement Micawash..... | 106 |
| 5.5 | Effet du changement de température initiale du creuset..... | 113 |
| 5.6 | Sommaire | 119 |
| | CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS | 123 |
| 6.1 | Conclusions..... | 123 |
| 6.2 | Recommandations..... | 125 |
| | RÉFÉRENCES | 127 |
| | ANNEXE I : COMPARAISON DES RÉSULTATS | 130 |
| | ANNEXE II : ARTICLE « NOVEL QUALITY CONTROL METHODOLOGIES TO ASSESS SEMI-SOLID ALUMINUM PRODUCED WITH THE SEED PROCESS » PRÉSENTÉ À LA CONFÉRENCE COM 2006 À MONTRÉAL | 139 |

LISTE DES FIGURES

| | |
|---|----|
| Figure 1: Schématisation du procédé SEED | 2 |
| Figure 2: Historique thermique du thixomoulage..... | 9 |
| Figure 3: Microstructure typique de l'alliage d'aluminium A356 produite par brassage magnéto-hydrodynamique..... | 11 |
| Figure 4: Historique thermique du rhéomoulage..... | 12 |
| Figure 5: Schématisation du procédé SEED suivi du procédé de moulage sous pression .. | 14 |
| Figure 6: Évolution de la température (ligne continue) et de la fraction solide (ligne pointillée) lors du procédé SEED..... | 15 |
| Figure 7: Schématisation du procédé « New Rheocasting Process » de UBE Industries.... | 16 |
| Figure 8: Schématisation du procédé « New MIT Process »..... | 17 |
| Figure 9: Principe d'une billette chauffée par induction..... | 19 |
| Figure 10: Goujons d'indentation a) sphérique b) conique c) avec épaulement | 22 |
| Figure 11: Évolution de l'énergie libre lors de la formation d'un germe | 26 |
| Figure 12: Faciès de solidification..... | 29 |
| Figure 13: Morphologie de l'interface solide/liquide, distribution de la température et courbes de solidification..... | 30 |
| Figure 14: Dépendance de la morphologie de grains primaire avec le taux de solidification et de cisaillement..... | 31 |
| Figure 15: Processus de fracture des dendrites a) force de cisaillement durant le brassage b) flexion des bras dendritiques c) réorganisation des dislocations pour former les joints de grains d) fracture des bras dendritiques | 32 |
| Figure 16: Processus de formation des « rosettes » et des globules | 34 |
| Figure 17: Courbe d'écoulement d'un fluide newtonien | 35 |
| Figure 18: Schéma de la théorie de Newton sur le taux de cisaillement | 36 |
| Figure 19: Courbe de viscosité d'un fluide newtonien..... | 37 |
| Figure 20: Courbes d'un comportement rhéofluidifiant a) courbe d'écoulement b) courbe de viscosité | 38 |
| Figure 21: Courbes d'écoulement de floculants de dimensions constantes en suspension | 39 |
| Figure 22: Processus d'agglomération et de désagglomération des globules | 40 |
| Figure 23: Schématisation du comportement thixotropique..... | 41 |
| Figure 24: Thixotropie de l'alliage Sn-15%Pb..... | 42 |
| Figure 25: Coupe transversale d'une lame en mouvement dans un fluide newtonien | 43 |
| Figure 26: Distribution de t..... | 49 |
| Figure 27: Diagramme d'équilibre Al-Si | 52 |
| Figure 28: Relation de Scheil pour l'alliage d'aluminium A356..... | 53 |
| Figure 29: Évolution de la viscosité apparente de l'alliage A356..... | 54 |
| Figure 30: Schématisation du processus expérimental | 56 |

| | |
|---|----|
| Figure 31: Montage SEED instrumenté a) sans et b) avec thermocouple pour le gradient thermique du lopin | 57 |
| Figure 32: Appareil coupe-lopin a) 1 ^{ere} génération b) 2 ^e génération | 58 |
| Figure 33: Système d'acquisition de données | 59 |
| Figure 34: Schématisation de l'emplacement des thermocouples de surface et de gradient thermique..... | 62 |
| Figure 35: Emplacements des échantillons sur un lopin..... | 64 |
| Figure 36: Patron des mesures prises par analyse d'images sur chaque échantillon..... | 64 |
| Figure 37: Signature typique de la température à la surface du creuset pendant le procédé SEED | 67 |
| Figure 38: Signature typique de la masse de métal drainée..... | 68 |
| Figure 39: Signature typique de la force appliquée lors de la coupe longitudinale d'un lopin..... | 69 |
| Figure 40: Historique de la température du lopin pendant la procédure expérimentale | 70 |
| Figure 41: Influence du changement de vitesse de l'accessoire de coupe (fil) lors de son contact avec le lopin. Vitesse de l'accessoire de coupe à 70 mm/s..... | 74 |
| Figure 42: Influence du changement de vitesse de l'accessoire de coupe (fil) lors de son contact avec le lopin. Vitesse de l'accessoire de coupe à 10 mm/s..... | 75 |
| Figure 43: Comparaison de la signature en fonction de l'accessoire de coupe lors des essais avec de l'alliage semi-solide | 76 |
| Figure 44: Influence de la température de l'accessoire de coupe lors du contact avec le lopin..... | 77 |
| Figure 45: Différentes morphologies de grains de l'alliage A356 semi-solide à 50X a) globulaire b) type « rosette » c) dendritique | 78 |
| Figure 46: Microstructure de l'alliage A356 semi-solide a) globulaire à 80X b) dendritique à 60X..... | 79 |
| Figure 47: Microstructure de l'alliage A356 semi-solide a) globulaire à 185X b) dendritique à 180X..... | 79 |
| Figure 48: Influence de la microstructure sur la force appliquée | 80 |
| Figure 49: Comparaison de la fraction solide du lopin avant et après drainage | 82 |
| Figure 50: Reconstruction de la répartition des fractions solides obtenue à partir d'analyses métallographiques | 82 |
| Figure 51: Signatures mesurées lors des essais avec la pâte de tomates | 84 |
| Figure 52: Microstructures typiques d'un lopin fabriqué selon les conditions conformes situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin | 86 |
| Figure 53: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une température de coulée de 665°C..... | 89 |
| Figure 54: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une température de coulée de 665°C..... | 89 |
| Figure 55: Signature de la masse de métal drainée pour une température de coulée de 665°C..... | 90 |
| Figure 56: Signature de la force appliquée pour une température de coulée de 665°C..... | 90 |
| Figure 57: Microstructures typiques d'un lopin pour une température de coulée de 665°C situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin | 91 |

| | |
|---|-----|
| Figure 58: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une température de coulée de 630°C | 92 |
| Figure 59: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une température de coulée de 630°C | 92 |
| Figure 60: Signature de la masse de métal drainée pour une température de coulée de 630°C | 93 |
| Figure 61: Signature de la force appliquée pour une température de coulée de 630°C (coupe-lopin de 1 ^{ère} génération) | 93 |
| Figure 62: Signature de la force appliquée pour une température de coulée de 630°C (coupe-lopin de 2 ^e génération) | 94 |
| Figure 63: Microstructures typiques d'un lopin pour une température de coulée de 630°C situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin | 94 |
| Figure 64: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une température de coulée de 655°C | 95 |
| Figure 65: Signature de la masse de métal drainée pour une température de coulée de 655°C | 96 |
| Figure 66: Signature de la force appliquée pour une température de coulée de 655°C (coupe-lopin de 2e génération) | 96 |
| Figure 67: Microstructures typiques d'un lopin pour une température de coulée de 655°C situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin | 97 |
| Figure 68: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une masse de métal coulée de 2,4 kg | 98 |
| Figure 69: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une masse de métal coulée de 2,4 kg | 98 |
| Figure 70: Signature de la masse de métal drainée pour une masse de métal coulée de 2,4 kg | 99 |
| Figure 71: Signature de la force appliquée pour une masse de métal coulée de 2,4 kg (coupe-lopin de 1 ^{ère} génération) | 99 |
| Figure 72: Signature de la force appliquée pour une masse de métal coulée de 2,4 kg (coupe-lopin de 2 ^e génération) | 100 |
| Figure 73: Microstructures typiques d'un lopin pour une masse de métal coulée de 2,4 kg situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin | 100 |
| Figure 74: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une masse de métal coulée de 2,0 kg | 101 |
| Figure 75: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une masse de métal coulée de 2,0 kg | 102 |
| Figure 76: Signature de la masse de métal drainée pour une masse de métal coulée de 2,0 kg | 102 |
| Figure 77: Signature de la force appliquée pour une masse de métal coulée de 2,0 kg | 103 |
| Figure 78: Microstructures typiques d'un lopin pour une masse de métal coulée de 2,0 kg situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin | 103 |
| Figure 79: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une masse de métal coulée de 2,1 kg | 105 |

| | |
|--|-----|
| Figure 80: Signature de la masse de métal drainée pour une masse de métal coulée de 2,1 kg | 105 |
| Figure 81: Signature de la force appliquée pour une masse de métal coulée de 2,1 kg (coupe-lopin de 2 ^e génération) | 106 |
| Figure 82: Microstructures typiques d'un lopin pour une masse de métal coulée de 2,1 kg situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin | 106 |
| Figure 83: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une épaisseur de revêtement interne de 90µm | 108 |
| Figure 84: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une épaisseur de revêtement interne de 90µm | 108 |
| Figure 85: Signature de la masse de métal drainée pour une épaisseur de revêtement interne de 90µm..... | 109 |
| Figure 86: Signature de la force appliquée pour une épaisseur de revêtement interne de 90µm..... | 109 |
| Figure 87: Microstructures typiques d'un lopin pour une épaisseur de revêtement interne de 90 µm situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin . | 110 |
| Figure 88: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une épaisseur de revêtement interne de 30µm | 111 |
| Figure 89: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une épaisseur de revêtement interne de 30µm | 111 |
| Figure 90: Signature de la masse de métal drainée pour une épaisseur de revêtement interne de 30µm..... | 112 |
| Figure 91: Signature de la force appliquée pour une épaisseur de revêtement interne de 30µm..... | 112 |
| Figure 92: Microstructures typiques d'un lopin pour une épaisseur de revêtement interne de 30 µm situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin . | 113 |
| Figure 93: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour un creuset de température initiale de 45°C | 114 |
| Figure 94: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour un creuset de température initiale de 45°C | 114 |
| Figure 95: Signature de la masse de métal drainée pour un creuset de température initiale de 45°C | 115 |
| Figure 96: Signature de la force appliquée pour un creuset de température initiale de 45°C | 115 |
| Figure 97: Microstructures typiques d'un lopin pour un creuset de température initiale de 45°C situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin | 116 |
| Figure 98: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour un creuset de température initiale de 35°C..... | 117 |
| Figure 99: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour un creuset de température initiale de 35°C | 117 |
| Figure 100: Signature de la masse de métal drainée pour un creuset de température initiale de 35°C | 118 |
| Figure 101: Signature de la force appliquée pour un creuset de température initiale de 35°C | 118 |

Figure 102: Microstructures typiques d'un lopin pour un creuset de température initiale de 35°C situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin 119

LISTE DES TABLEAUX

| | |
|---|-----|
| Tableau 1: Valeur de $t_{0,025,n-1}$ de la méthode de Student | 50 |
| Tableau 2: Limites de composition chimique de l'alliage d'aluminium A356 | 51 |
| Tableau 3: Description détaillée du montage « unité SEED » | 57 |
| Tableau 4: Description détaillée du montage « coupe-lopin » | 58 |
| Tableau 5: Description détaillée du système d'acquisition de données | 59 |
| Tableau 6: Paramètres expérimentaux | 61 |
| Tableau 7: Fraction solide à différents endroits du lopin selon diverses conditions expérimentales | 87 |
| Tableau 8: Rapport de forme à différents endroits du lopin selon diverses conditions expérimentales | 87 |
| Tableau 9: Sommaire des résultats expérimentaux..... | 122 |

NOMENCLATURE

| | |
|----------------|--|
| ΔG_1 | Diminution de l'énergie libre |
| ΔG_V | Variation d'énergie libre par unité de volume |
| r | Rayon d'un germe |
| L | Chaleur latente de solidification |
| T_f | Température de fusion |
| T | Température |
| ΔG_2 | Augmentation de l'énergie libre |
| ΔG | Variation globale de l'énergie libre |
| γ_{S-L} | Énergie surfacique de l'interface solide-liquide |
| r^* | Rayon critique d'un germe |
| ΔT | Surfusion ($T_f - T$) |
| ΔT^* | Surfusion nécessaire pour obtenir un germe |
| q | Flux de chaleur |
| t | Temps <i>ou</i> distribution statistique |
| z | Position selon l'axe des z |
| l | Phase liquide |
| s | Phase solide |
| $s + l$ | Mélange de phase solide et liquide |
| T_e | Température eutectique |
| c_0 | Composition globale d'un alliage |
| θ | Angle |
| τ | Contrainte de cisaillement |
| $\dot{\gamma}$ | Taux de cisaillement |
| η | viscosité |
| η_0 | Viscosité originale |
| η_∞ | Viscosité sous une force de cisaillement à l'état stationnaire |

| | |
|----------------------|--|
| η_{app} | Viscosité apparente |
| F | Force |
| A | Aire |
| K | Constante reliée à la consistance de la pâte semi-solide |
| n | Nombre d'observations dans un échantillon <i>ou</i> index de la loi de puissance |
| V_1, V_2 | Vélocité |
| dv | Différence de vitesse |
| dv_y | Différence de vitesse dans la direction de l'axe des ordonnées |
| dx | Différence de distance |
| α_1, α_2 | Angles |
| f_s | Fraction solide |
| t_r | Temps de repos |
| t_u | Temps sous une force de cisaillement |
| μ | Moyenne de la population |
| \bar{x} | Moyenne de l'échantillon |
| σ | Écart-type de la population |
| s | Écart-type de l'échantillon |
| N | Ensemble des unités statistiques d'une population |
| x_i, x_n | Observations d'un échantillon en analyse statistique |
| α | Portion à l'extérieur de l'intervalle de confiance |

1

INTRODUCTION

Les alliages d'aluminium sont de plus en plus utilisés dans le monde du transport. Pour rendre économique leur utilisation, les méthodes traditionnelles de moulage se sont développées et sont devenues performantes. Malgré tout, les pièces produites par ces méthodes de moulage comportent des défauts qui peuvent être des sources d'initiation de fissures, comme par exemple les porosités, les déchirures à chaud et la ségrégation. Ainsi, pour augmenter la performance des pièces moulées en minimisant ces inconvénients, l'industrie doit mettre des efforts dans le développement de nouvelles méthodes de moulage. Une technique privilégiée de ces nouvelles technologies est le moulage des alliages semi-solides. Ce type de procédé implique l'utilisation de métal en cours de solidification, soit entre le liquidus et le solidus. À ce stade, le métal est composé de particules de phase solide incorporées dans la phase liquide.

1.1 Problématique

Plusieurs méthodes de fabrication de pâte d'aluminium semi-solide sont disponibles, dont le procédé SEED. Ce procédé est une méthode inventée par ALCAN International Limited [1]. Il consiste à verser un alliage en surfusion dans un creuset

métallique de la forme d'un cylindre qui entrera en rotation dans la première étape du procédé [1-3]. Un quasi-équilibre calorifique est établi entre l'alliage en fusion et le creuset. Le brassage se poursuit jusqu'à une fraction solide prédéterminée. Après un court repos, une portion de liquide est retirée par un orifice-filtre au fond du creuset. Les principales étapes du procédé sont illustrées dans le schéma de la Figure 1. Le lopin ainsi produit est constitué de particules solides de forme globulaire dans une matrice eutectique. Ces particules sont réparties de façon homogène dans l'ensemble de la pâte. Finalement, cette pâte est transférée dans une presse de moulage sous pression afin de produire une pièce.

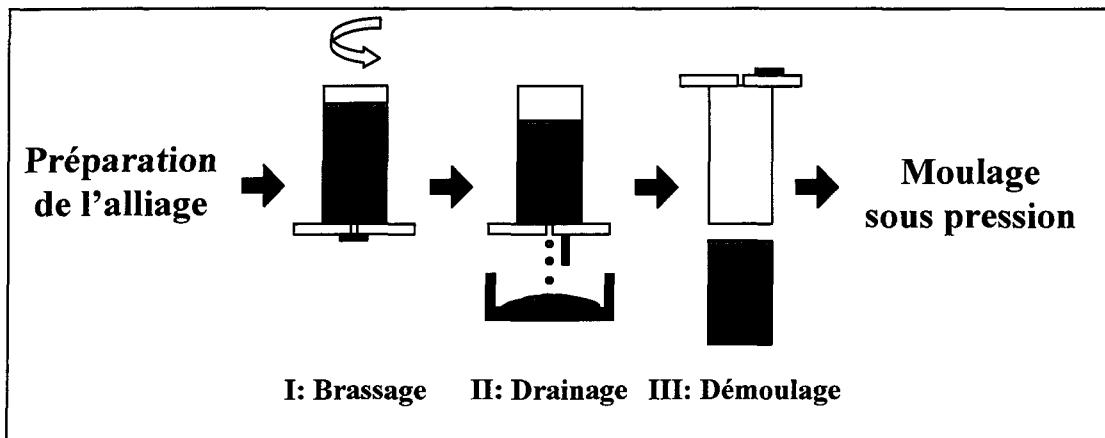


Figure 1: Schématisation du procédé SEED

La qualité d'un lopin d'aluminium semi-solide est dépendante du pourcentage de la fraction solide, de la taille des particules solides, de l'uniformité de leur répartition ainsi que de leur morphologie. Pour le moulage sous pression de l'alliage A356, les exigences requises sont en règle générale une fraction solide voisine de 50%, une taille de particule

d'environ 100 µm et une morphologie globulaire. Malgré la connaissance des caractéristiques recherchées d'un lopin avant son injection dans la presse de moulage sous pression, aucun moyen de contrôle qualitatif n'existe encore pour assurer le respect de ces exigences pour le procédé SEED et même pour d'autres procédés de fabrication de pâte semi-solide.

1.2 Objectifs

Compte tenu de la problématique décrite, le présent projet de recherche a comme objectifs de :

- A. Déterminer la faisabilité d'une méthodologie pour évaluer la conformité d'un lopin d'alliage d'aluminium semi-solide avant son injection dans le moule. Des mesures de force, de températures et de masse de métal drainée seront utilisées à cet effet;
- B. Établir des corrélations entre ces mesures, la morphologie des grains et le pourcentage de la fraction solide du lopin semi-solide.

1.3 Méthodologie

Par les travaux que le CTA et Alcan ont produits depuis les mois précédent le début de ce projet de recherche, les paramètres du procédé produisant des lopins d'aluminium A356 conformes aux qualités requises pour le moulage sous pression sont relativement bien identifiés. Ces paramètres considérés conformes pour les besoins du moulage utilisé

par Alcan et le CTA sont une masse de 2,2 kg de l'alliage A356 coulée à une température de 645°C dans un creuset à 25°C avec un revêtement interne de Micawash de 60 µm. En respectant ces paramètres, un lopin de qualité devrait avoir des grains solides de morphologie globulaire d'environ 100 µm et une fraction solide de 50%. Le cycle de « brassage – Repos – Drainage » du procédé totalisant 100 secondes joue également un rôle sur la microstructure, mais demeurera constant pour cette étude. Ainsi, pour l'élaboration du système de contrôle de la qualité des lopins, des variations de ces paramètres du procédé ont été provoquées afin de vérifier l'effet sur la conformité de la pâte semi-solide. Les paramètres du procédé qui ont été variés intentionnellement sont :

- la température initiale du creuset ($T_{creuset}$);
- la température de coulée de l'aluminium ($T_{coulée}$);
- l'épaisseur du revêtement interne du creuset ($E_{Micawash}$);
- la quantité d'aluminium utilisé ($M_{coulée}$).

Afin de pouvoir comparer les variations de paramètres, une série de tests a été réalisée selon les conditions conformes afin d'établir un intervalle de confiance caractéristique pour trois types de mesures. Ces mesures sont divisées en deux volets.

L'un est le volet d'essais non-destructifs qui comporte :

- l'évolution de la température par rapport au temps à deux endroits sur la surface du creuset;

- l'évolution de la masse d'aluminium drainée par rapport au temps pendant l'étape de drainage du procédé SEED.

L'autre est le volet d'essai destructif qui est :

- l'évolution de la force appliquée pour la coupe longitudinale du lopin en fonction de la position de l'accessoire de coupe;

Les intervalles de confiance étant déterminés à partir du test statistique de Student, les paramètres du procédé sont variés individuellement afin de voir leur impact sur les signatures. Dans ce cas-ci, une signature est la forme particulière de l'ensemble des données d'un test ou d'une série de tests permettant l'identification des paramètres expérimentaux utilisés. Ainsi, une signature d'un test avec un paramètre modifié qui sort de l'intervalle de confiance sera considéré comme une perturbation détectée par le système de contrôle de la qualité.

Les plans d'expériences tel que factoriels fractionnaires, Taguchi, Box-Behnken, ne sont pas utilisés. Ces derniers sont fort utiles pour identifier les paramètres opérationnels optimaux d'un procédé mais ceci n'est pas l'objectif du présent travail. Les paramètres du procédé pour produire la pâte avec l'alliage A356 ont déjà été identifiés.

Également, une étude métallographique par analyse d'images sera menée afin d'établir des corrélations entre la force pour trancher les lopins, la morphologie des grains primaires et le pourcentage de la fraction solide.

2

REVUE DE LA LITTÉRATURE

La revue de la littérature est l'analyse découlant de l'examen de l'ensemble de la documentation touchant le sujet du projet de recherche. Ainsi, une recherche d'articles scientifiques a été réalisée pour dresser le bilan des connaissances reliées à ce projet de recherche. Les thèmes abordés pour cette recherche d'information sont les procédés de mise en forme de l'aluminium semi-solide et le contrôle de la qualité des lopins semi-solides.

2.1 Procédés de mise en forme de l'aluminium semi-solide

Il y a quelques décennies, des travaux ont été menés sur les métaux en cours de solidification dans le but de comprendre l'origine de certains défauts. Lors de ces travaux, des essais de cisaillements réalisés sur des métaux en début de solidification ont révélé un comportement très différent comparativement aux alliages solidifiés naturellement. Cette découverte a suscité un vif intérêt et de nombreux travaux ont été menés tant au niveau fondamental qu'industriel. Au début des années 1970, les études de Flemings au MIT ont révélé qu'une structure globulaire est favorable pour la mise en forme parce qu'elle nécessite moins d'efforts par rapport à une structure dendritique [4]. À partir de ces observations, des procédés de fabrication de cette pâte composée de particules solides

globulaires et de liquide ont été développés. Ainsi, deux familles de technologies sont privilégiées; le thixomoulage utilise une pâte semi-solide obtenue suite à une refusion partielle d'une billette préfabriquée pour la mise en forme et le rhéomoulage utilise directement du métal liquide durant sa solidification pour mettre en forme l'alliage. [5, 6]

La mise en forme des alliages semi-solides comporte de nombreux avantages, dont en voici les principaux [4-6] :

1. La microstructure est fine et uniforme.
2. La pièce moulée contient moins de porosité que le moulage sous pression conventionnel.
3. Les propriétés mécaniques sont supérieures et uniformes dans l'ensemble de la pièce moulée.
4. Le retrait des pièces moulées est faible réduisant les étapes d'usinage.
5. La température de l'alliage à la mise en forme est moins élevée diminuant le choc thermique de l'outillage et augmentant du même coup sa durée de vie.
6. La solidification des pièces est plus rapide lors du moulage diminuant le temps de cycle pour une production accrue.

2.1.1 Thixomoulage

Le thixomoulage emploie une pâte semi-solide provenant d'une billette chauffée par induction jusqu'à la fraction solide désirée. La matière de base, avant le chauffage, provient d'un procédé de solidification permettant la création d'une structure globulaire. L'historique de température que subit le métal pendant le thixomoulage est illustré à la Figure 2. Ainsi, une entreprise peut se spécialiser dans le moulage et se procurer la matière de base auprès d'un fournisseur. Elle aura seulement besoin de chauffer par induction la billette entre la température du solidus et du liquidus afin de l'utiliser pour le moulage. Plusieurs procédés ont été développés pour produire la matière de base dont le brassage mécanique, le brassage magnéto-hydrodynamique, par affinage de grains et le procédé SIMA. [5, 6]

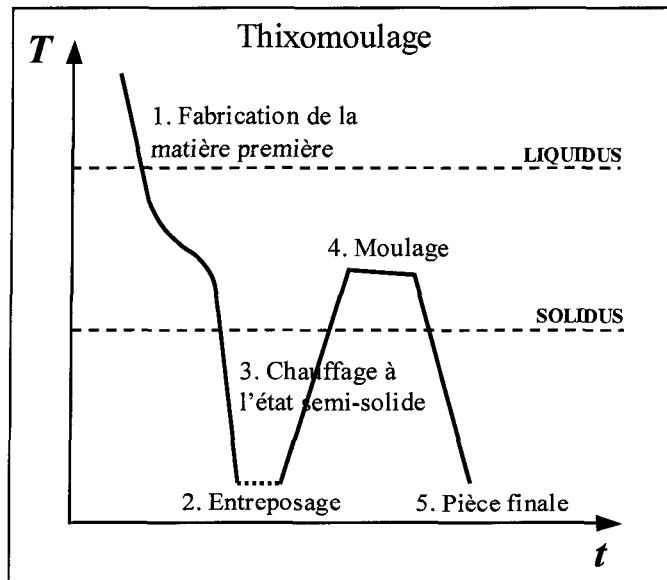


Figure 2: Historique thermique du thixomoulage

Les premiers développements de procédés pour la mise en forme d'alliages semi-solides ont été effectués avec un brassage mécanique de l'alliage en fusion. Le brassage était généré par un agitateur rotatif plongé directement dans l'alliage. Durant la solidification, cette force de cisaillement amènera la structure dendritique à se dégénérer pour en arriver à une structure globulaire. Cette méthode comporte certains désavantages comme l'érosion de l'agitateur, la contamination et l'emprisonnement de gaz dans l'alliage. [6, 4]

Le procédé de brassage magnéto-hydrodynamique (MHD) est un procédé semi-continu de grande capacité de production. Cette technique emploie une force de cisaillement générée par des champs électromagnétiques dynamiques. Le brassage peut être rotatif (horizontal p/r à l'axe longitudinal de la billette), linéaire (vertical) ou hélicoïdal c'est-à-dire la combinaison des deux. La contamination de l'alliage est ainsi diminuée ou inexistante. La microstructure résultante peut donner des grains de 30 à 100 μm pour le MHD comparativement de 100 à 400 μm pour les méthodes mécaniques. La Figure 3 illustre la microstructure typique d'une billette produite avec le procédé MHD. La présence d'eutectique dans les grains primaires est caractéristique de ce procédé. Donc, la méthode combine la coulée semi-continue et le brassage magnéto-hydrodynamique dans la portion en cours de solidification. [6, 7]

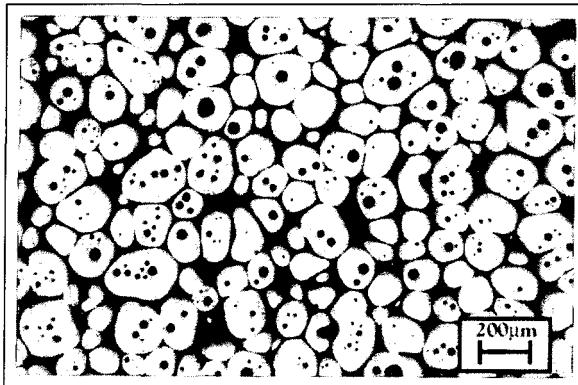


Figure 3: Microstructure typique de l'alliage d'aluminium A356 produite par brassage magnéto-hydrodynamique [6]

Le procédé SIMA (Strain-Induced Melt Activation) réalise la matière première à partir de l'état solide de l'alliage. En effet, l'alliage déformé de façon plastique recristallise en une structure fine. Ensuite, lors du chauffage par induction, la phase liquide pénétrera dans les joints de grains. La pâte semi-solide aura des particules solides fines et globulaires. [6]

D'autres alternatives sont employées pour la fabrication de la matière première du thixomoulage. L'ajout d'inoculants dans l'alliage en fusion est une méthode créant de nombreux sites de germination résultant une structure globulaire. Les traitements par ultrasons ou par pulses électriques permettent également d'induire une force de cisaillement au métal en cours de solidification. Le procédé Osprey atomise le métal sur un substrat refroidi permettant d'obtenir de grandes vitesses de refroidissement. [5, 6]

En somme, le thixomoulage a été beaucoup développé, mais l'émergence de procédés plus avantageux énergétiquement et les importants coûts nécessitant ces technologies font du thixomoulage une avenue commerciale moins intéressante que le rhéomoulage.

2.1.2 Rhéomoulage

Le rhéomoulage est l'utilisation immédiate de la pâte semi-solide de consistance désirée. Ainsi, la pâte semi-solide est moulée durant la solidification du métal comme illustré à la Figure 4. Trois procédés de fabrication de pâte semi-solide pour le rhéomoulage se démarquent parce qu'ils sont brevetés. Ils sont le « New Rheocasting Process » de UBE Industries [8] déjà commercialisé avec quelques unités de production, le « New MIT Process » de l'institut de technologie du Massachusetts [9] et le procédé SEED d'Alcan International [1] qui est en validation industrielle.

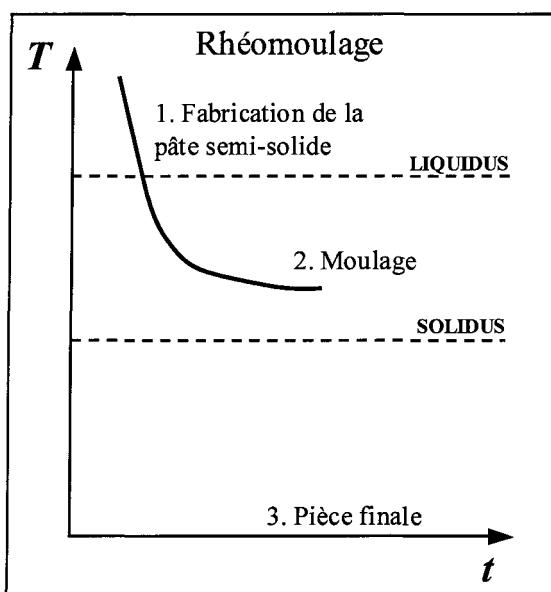


Figure 4: Historique thermique du rhéomoulage

2.1.2.1 Procédé SEED

Le procédé SEED est une méthode de fabrication d'une pâte semi-solide destinée, entre autres, au moulage sous pression. Cette technologie brevetée par Alcan International Limited s'applique pour plusieurs alliages d'aluminium, dont le A356, 206, AA6061 et AA6082. Cette méthode simple est en mesure de produire des lopins de diamètres variables (80-127 mm) ainsi que de masses variables (2-10 kg). Comme illustré à la Figure 5, le procédé SEED se décrit de la manière suivante : [1, 2]

1. L'alliage d'aluminium à une température au-dessus du liquidus est versé dans le godet à température ambiante pour que la température du métal dans le godet soit située entre le liquidus et le solidus de l'alliage.
2. Afin de créer un équilibre thermique entre le métal et le godet, le système est brassé par un mouvement excentrique pendant un temps déterminé. Simultanément, il y a globularisation des grains primaires jusqu'à une fraction solide de 20 à 35 % poids.
3. Le brassage terminé, l'excédant de liquide est drainé par gravité concentrant la fraction solide de 35 à 55 % poids.
4. La pâte semi-solide est ensuite démoulée et transférée dans une presse de moulage sous pression pour sa mise en forme.

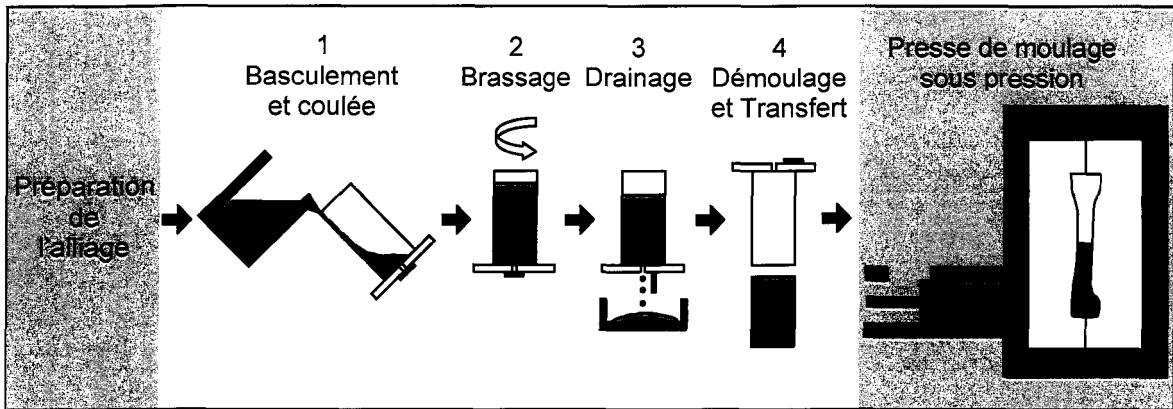


Figure 5: Schématisation du procédé SEED suivi du procédé de moulage sous pression [2]

Durant le procédé SEED, la température et la fraction solide du métal suivent une évolution qui est schématisée à la Figure 6. Lors des premières secondes, la température chute considérablement due à l'échange thermique entre le métal et le godet. Au même moment, la fraction volumique des grains primaires augmente rapidement jusqu'à l'équilibre thermique du système. À ce stade, le brassage assure cet équilibre et la répartition uniforme des particules solides. À l'arrêt du brassage, le drainage d'une partie de la phase liquide s'effectue, augmentant du même coup la fraction solide sans changement appréciable de la température. [3]

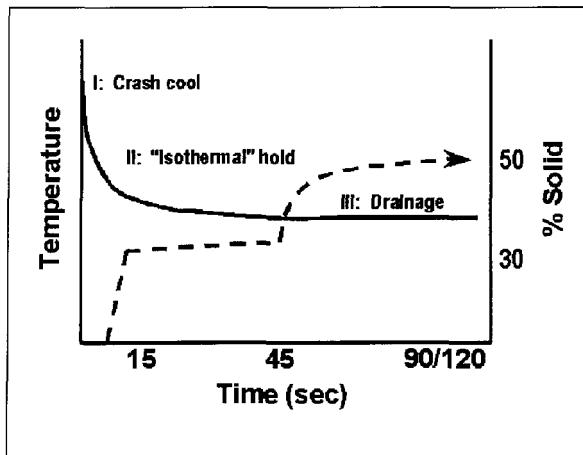


Figure 6: Évolution de la température (ligne continue) et de la fraction solide (ligne pointillée) lors du procédé SEED [3]

2.1.2.2 Procédé « New Rheocasting Process »

La compagnie japonaise UBE Industries a développé un procédé de rhéomoulage se schématisant comme à la Figure 7. Les différentes étapes menant à la production de la pâte semi-solide sont : [6, 8]

1. Un alliage en surfusion de quelques degrés entre en contact avec une plaque à la température de la pièce.
2. Au contact, de nombreux sites de germination de particules primaires sont produits dans l'alliage liquide.
3. L'alliage contenant les nombreux germes s'écoule de la plaque froide jusqu'à dans un creuset pour un refroidissement contrôlé conduisant à la production d'une pâte semi-solide aux grains globulaires jusqu'à la consistance désirée.

4. La pâte semi-solide est démoulée dans une presse de moulage sous pression verticale. La face exposée à l'air pendant la troisième étape est déposée du côté du piston afin d'éviter la présence d'oxydes dans la pièce moulée.

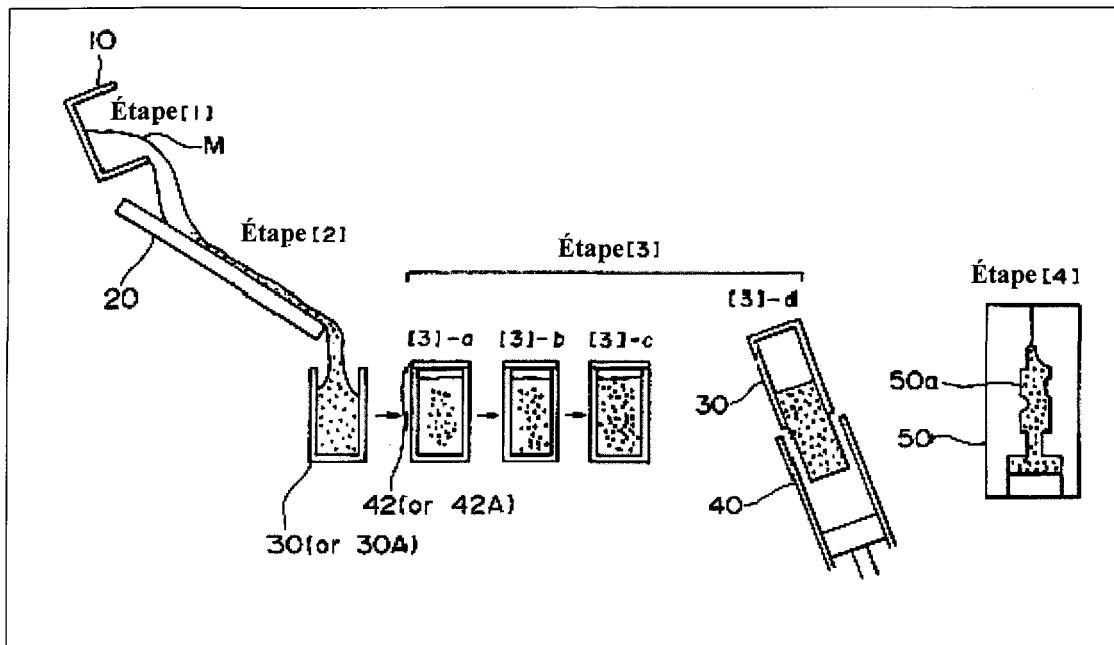


Figure 7: Schématisation du procédé « New Rheocasting Process » de UBE Industries [8]

2.1.2.3 Procédé « New MIT Process »

Le procédé développé à MIT par Flemings et son groupe est illustré à la Figure 8. Il se nomme « New MIT Process » et vise à produire une pâte semi-solide à grains fins globulaires et sans la présence de gaz et d'eutectique emprisonnés à l'intérieur de ceux-ci.

Les principales étapes du procédé se résument comme suit : [6, 9]

1. L'alliage en fusion dans un creuset en graphite de haute densité est refroidi doucement jusqu'à quelques degrés au dessus de la température du liquidus. Cette température est maintenue pendant plusieurs minutes.
2. Une tige de cuivre en rotation à la température de la pièce est immergée dans le métal en fusion combinant un refroidissement rapide et une agitation vigoureuse produisant de nombreux sites de germination.
3. Après quelques secondes de refroidissement et de brassage, la tige est extraite du métal en fusion afin que la solidification se poursuive. La pâte semi-solide peut être immédiatement utilisée à la consistance désirée pour le moulage ou la solidification peut se faire complètement pour une utilisation ultérieure après un chauffage approprié.

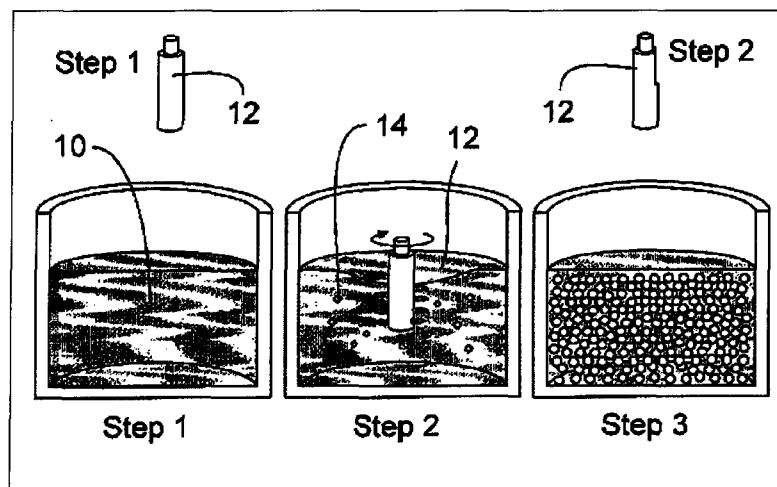


Figure 8: Schématisation du procédé « New MIT Process » [9]

2.2 Contrôle de la qualité des lopins semi-solides

Obtenir un produit de qualité est le but de tout procédé. Pour y parvenir, il est préférable d'intégrer un système pour valider la qualité. Il est bien important de différencier deux concepts. Le « contrôle de la qualité » qui est l'ensemble des étapes destinées à vérifier si la qualité d'un produit en cours d'élaboration est conforme à ses spécifications. L'« assurance de la qualité » signifie l'ensemble des activités visant à s'assurer que le contrôle de la qualité a été bien effectué. [10] Dans le présent projet, c'est bien un système de contrôle de la qualité qui est développé parce que c'est en relation directe avec le procédé. D'autres travaux ont déjà été effectués dans le but de fabriquer une pâte semi-solide de qualité. Quelques articles en traitent et seront mentionnés ci-dessous.

Dans le domaine du thixomoulage, le métal devient semi-solide suite à un chauffage par induction d'une billette solide, voir la Figure 9, caractérisée par une microstructure adéquate. Sans méthode de contrôle, ce type de chauffage est non-uniforme. Cette anomalie est générée par un effet de peau et par un chauffage qui est concentré à la surface de la billette. La méthode de contrôle la plus simple est d'installer des thermocouples sur la surface et à l'intérieur de la billette à chauffer. Les désavantages reliés à leur utilisation sont que le contact est rarement parfait donnant une mauvaise lecture de la température, qu'ils contribuent à une certaine extraction de la chaleur et qu'ils affectent localement le champ électromagnétique. Afin de remédier à ces problèmes, l'imagerie infrarouge peut être employée pour contrôler l'évolution de la température de la billette. Cette technique permet une grande résolution de la mesure sur toute la surface la

billette. Par contre, la mesure est limitée à la surface et la billette doit être peinte de noir pour éviter le changement d'émissivité lors du chauffage. Bien sûr, cette peinture noire doit être résistante à de hautes températures, soit 650°C dans ce cas-ci. [11]

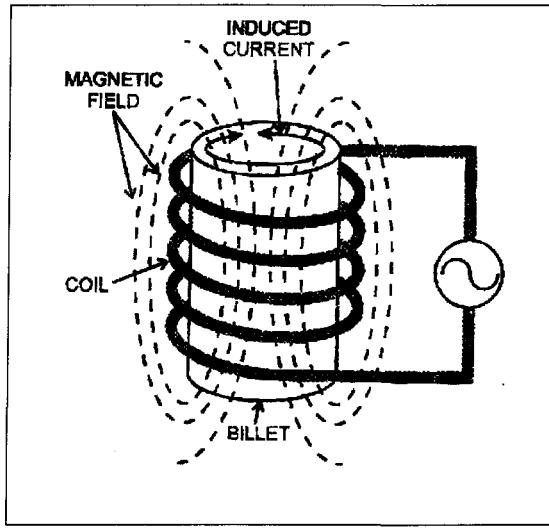


Figure 9: Principe d'une billette chauffée par induction [12]

Demeurant dans le domaine du thixomoulage, une stratégie pour le contrôle du chauffage par induction est d'utiliser la bobine de chauffage. Cette méthode consiste à mesurer les variations de l'impédance électrique de la bobine. [12] Dans le présent projet de recherche, cette méthode ne peut être envisagée parce que la pâte semi-solide n'est pas fabriquée par chauffage par induction.

En considérant la nature réactive de l'aluminium, peu ou pas de capteurs avec un contact direct servent au contrôle des procédés de fabrication de pâte semi-solide. Une méthode envisageable est l'utilisation de capteurs ultrasoniques. Selon les techniques

utilisées, dont une méthode laser ultrasonique sans contact, une structure semi-solide globulaire et une autre dendritique ont pu être discriminées. [13] L'utilisation des ultrasons pour caractériser l'évolution de la microstructure dans les lopins SEED pourrait être une avenue de recherche envisageable. Une autre investigation affirme qu'il est possible de détecter une différence de vitesse des ultrasons en fonction de la température de l'alliage en cours de fusion, donc de sa fraction solide [14]. La combinaison de pulses ultrasoniques générés par laser et un transducteur acoustique électromagnétique comme détecteur est l'idéal par rapport aux autres combinaisons possibles avec un générateur d'ultrasons par électromagnétisme et un détecteur interférométrique pour ultrasons. Il est aussi mentionné que tout système à ultrasons mesure le temps de propagation et que la vitesse est calculée en fonction de la longueur de la trajectoire des ultrasons qui doit être connue. Donc, dans un procédé industriel, il serait préférable d'avoir un paramètre de mesure indépendant des dimensions de l'échantillon.

Le procédé de rhéomoulage utilisé pour cette étude est une machine prototype fonctionnant sous le même principe qu'une machine de moulage par injection traditionnelle. La stratégie employée pour fabriquer une pâte semi-solide adéquate est de contrôler la température tout au long du procédé. Le développement du procédé s'est fait pour bien connaître le comportement de l'alliage Sn-15%Pb. En ayant optimisé la séquence de solidification et de chauffage du métal, il est donc aisément de bien contrôler le procédé afin d'obtenir la bonne consistance de pâte semi-solide. Ainsi, le contrôle de la température à travers les cinq zones de chauffage du procédé est le facteur clé. [15]

Le test d'indentation permet de caractériser la rhéologie de la pâte semi-solide. Si une pâte semi-solide de consistance désirée comporte des caractéristiques rhéologiques bien précises, tout changement rhéologique peut conduire à un changement de consistance de la pâte semi-solide. Ainsi, le test d'indentation pourrait servir à déterminer la qualité de la pâte semi-solide. Un groupe de recherche [16] a expérimenté trois types de goujons d'indentation illustrés à la Figure 10. Il s'est avéré que le goujon d'indentation avec épaulement, Figure 10c, minimise l'influence de la friction dans les mesures de la force appliquée pour pénétrer dans la pâte semi-solide. Différentes microstructures de pâte semi-solide ont été testées, soit une microstructure dendritique et une autre globulaire. La structure dendritique nécessite une plus grande force d'indentation comparativement à une microstructure globulaire. Des tests ont également été réalisés à différentes températures de goujons. Contrairement aux goujons chauffés à 187°C, les goujons à 25°C affichent la présence d'un pic de la force d'indentation au début de la pénétration dans la pâte semi-solide. Ce phénomène peut s'expliquer par la formation d'une peau solide à l'interface goujon et métal semi-solide. En se réchauffant durant le test, la valeur de la force appliquée diminue pour ensuite se stabiliser. De plus, le pic est plus important pour une microstructure dendritique que pour une microstructure globulaire. L'explication est que l'interconnexion des particules solides pour former un squelette rigide est plus facile pour une structure dendritique que pour une structure globulaire pour une même fraction solide. En effet, les bras dendritiques sont responsables du liquide emprisonné qui ne participe pas

à la déformation du matériau conduisant ainsi à une plus grande contrainte. Il est à préciser que la compréhension de ce phénomène n'est pas encore très claire. [16]

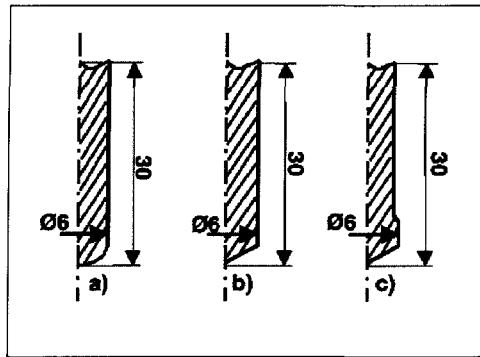


Figure 10: Goujons d'indentation a) sphérique b) conique c) avec épaulement [16]

3

THÉORIE

Cette partie théorique traite des concepts importants du projet de recherche. Les concepts reliés au présent projet sont la solidification des alliages, la rhéologie et l'application de l'analyse statistique dans le contrôle de la qualité.

3.1 Solidification

La solidification des alliages métalliques comporte une part non-négligeable du présent projet de recherche. La compréhension de certains mécanismes de solidification doivent être maîtrisés afin d'interpréter de façon adéquate les résultats de cette étude. La germination, la croissance des grains des alliages et l'évolution de la structure semi-solide seront les thèmes de cette première partie théorique.

3.1.1 Germination

Pour que débute la solidification d'un alliage (passage de la phase liquide à la phase solide), il se doit d'exister des sites où il y aura croissance des grains. Ces sites se nomment « germes » et ont une influence capitale sur la structure solide résultante. Deux

mécanismes viennent en jeu pour la formation des ces germes : germination homogène et hétérogène.

3.1.1.1 Germination homogène [17]

La germination homogène est considérée comme théorique car elle suppose qu'il n'y a aucune impureté dans l'alliage. Ce mécanisme part du fait que dans un métal en fusion, il y a un ordre à courte distance. C'est-à-dire qu'à l'état liquide, quelques atomes s'amalgament momentanément pour former une structure solide. À une température supérieure à la température de fusion de l'alliage, ces amas sont instables et se désagrègent instantanément parce que leur présence provoque une augmentation de l'énergie libre du système. Par contre, en dessous du point de fusion, ces grappes d'atomes deviennent stables et constituent des sites de croissance des grains.

Il y a par contre des conditions à la stabilité d'un germe. La première est que la présence d'un germe de rayon r dans un liquide en surfusion entraînera une diminution de l'énergie libre du système. De plus, cette diminution d'énergie ΔG_1 est proportionnelle au volume du germe.

$$\Delta G_1 = \Delta G_V \frac{4}{3} \pi r^3$$

$$\Delta G_V = -\frac{L(T_f - T)}{T_f}$$

Un autre facteur influençant l'énergie libre du système est l'interface entre le germe solide et le liquide environnant. La présence d'un germe augmente l'énergie libre proportionnellement à sa surface.

$$\Delta G_2 = \gamma_{S-L} (4\pi r^2)$$

La variation globale d'énergie ΔG est donc la somme des facteurs énumérés précédemment.

$$\Delta G = \Delta G_1 + \Delta G_2$$

À partir de cette équation et en observant la Figure 11, un germe n'est stable que lorsqu'il atteint un rayon critique r^* où $d\Delta G / dr = 0$.

$$r^* = -\frac{2\gamma_{S-L}}{\Delta G_V} = \frac{2\gamma_{S-L}T_f}{L\Delta T}$$

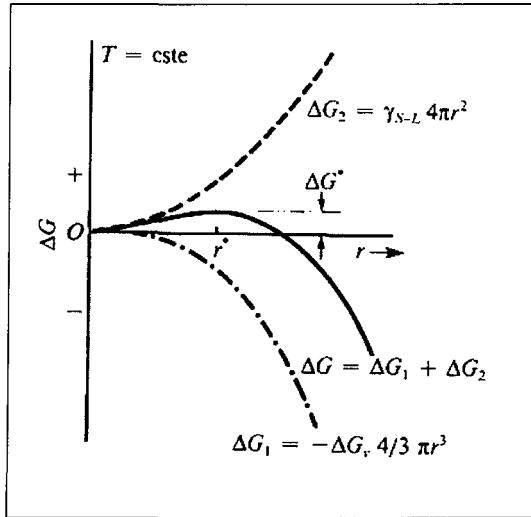


Figure 11: Évolution de l'énergie libre lors de la formation d'un germe [17]

Il faut maintenant voir qu'un amas de rayon inférieur au rayon critique ($r < r^*$) sera instable et se dissoudra dû à l'augmentation de l'énergie libre du système. Par contre, si $r > r^*$, le germe aura atteint un cap où globalement il diminue l'énergie libre du système engendrant un site de germination et sa croissance.

Au rayon critique est associé une surfusion critique ΔT^* qui est la température où les germes atteignent le rayon critique. Chez les métaux, cette valeur est de l'ordre de 0,2 T_f .

3.1.1.2 Germination hétérogène [17]

Comme mentionné précédemment, la germination homogène est considérée comme théorique. En réalité, la surfusion dépasse rarement quelques degrés avant la solidification.

La germination débute généralement à partir de particules d'impuretés circulant dans le liquide ou à la surface du moule. Cette germination est dite « hétérogène ».

La forme du germe n'est plus une sphère, mais une calotte sphérique de rayon critique r^* formé sur un substrat. Il est ainsi plus facile de former des germes stables car la probabilité de formation d'un germe de la forme d'une calotte de rayon r^* est beaucoup plus grande qu'un germe sphérique de rayon r^* parce que le nombre d'atomes nécessaire est beaucoup plus petit.

Dès que la germination commence, il y a croissance des germes et le rayon augmente produisant ainsi une augmentation de la température d'équilibre à l'interface réduisant d'autant la surfusion.

La germination hétérogène constitue un paramètre important lors de la solidification des alliages. Plus le nombre de sites par unité de volume est important, plus il y aura de germes et plus il y aura de grains. Il en résulte une structure à grains fins améliorant de façon significative les propriétés mécaniques.

3.1.2 Croissance des grains [18, 19]

La croissance des grains des alliages se produit de six manières différentes. Ces modes de croissance sont illustrés à la Figure 12 : équiaxe dendritique (a), colonnaire dendritique (b), front plan avec liquide monophasé (c), équiaxe non-dendritique (d), cellulaire (e) et front plan avec liquide diphasé (f). Les patrons de solidification qui s'appliquent plus particulièrement à ce projet sont les trois premiers. Une structure colonnaire dendritique croît dans un environnement avec un fort gradient de température, de faible convection et dans le sens opposé du flux de chaleur. Pour leur part, la croissance des grains équiaxes dendritiques est privilégiée lorsque la température du liquide est inférieure à la température du liquidus et que le gradient de température est faible. Ces grains sont de cette forme parce que leur chaleur latente est extraite de façon radiale dans le liquide en surfusion. La partie supérieure de la Figure 13 illustre les directions du flux de chaleur lors de la solidification de la structure colonnaire dendritique et équiaxe dendritique. Également, la partie inférieure de la Figure 13 illustre les courbes de solidification de ces deux régimes de solidification des alliages. Au début de la solidification des grains équiaxes, une baisse de température s'observe qui est la surfusion. Les germes se forment dans le creux de cette portion de la courbe de température. Ensuite, les germes croissent pendant la montée de température. Cette hausse est causée par le caractère exothermique du processus de germination. La suite est la croissance des grains équiaxes primaires. À la fin de la solidification, la phase eutectique se formera à température constante, soit à la température eutectique. Pendant le processus, les mouvements de convection peuvent fragmenter les dendrites constituant ainsi de nouveaux

germes. De plus, un brassage plus vigoureux du liquide et la présence de nombreux germes permettent d'affiner la structure pour obtenir des cristaux équiaxes non-dendritiques. Dans le procédé SEED, de nombreux germes sont formés lorsque le métal est versé contre la paroi interne du creuset. L'agitation causée par la coulée permet aux germes de se répartir dans l'ensemble du mélange.

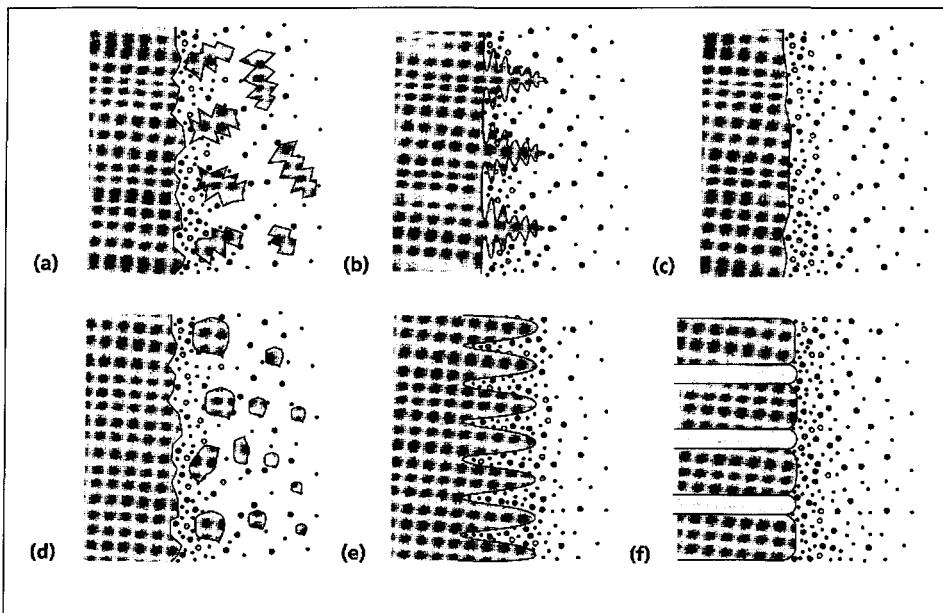


Figure 12: Faciès de solidification [18]

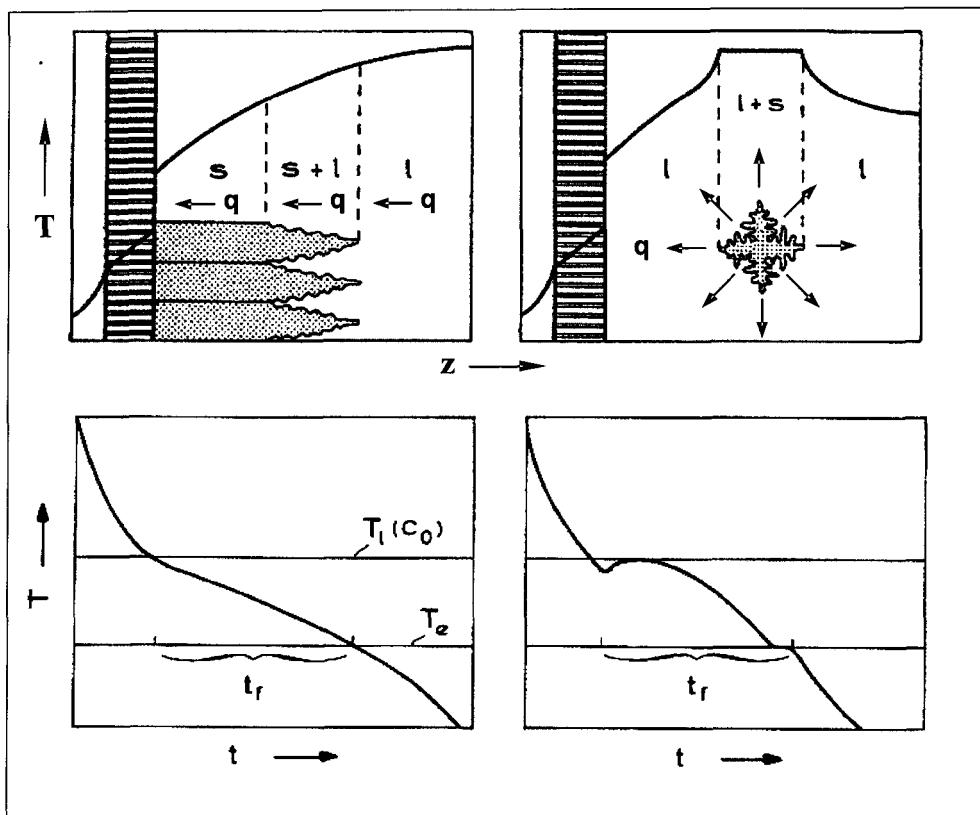


Figure 13: Morphologie de l'interface solide/liquide, distribution de la température et courbes de solidification [19]

3.1.3 Évolution de la structure semi-solide [4, 20-26]

Au cours du processus de solidification, entre le liquidus et le solidus, il y a croissance de grains suite à une germination. Dans les premiers instants de la solidification, le mélange est composé de particules solides en suspension dans le liquide. Ensuite, à une certaine température, il commence à y avoir interconnexion des grains, c'est le point de cohérence. À cette température, il se forme un réseau solide avec du liquide entre les grains. À partir de ce moment, le mélange est nommé pâte semi-solide. Ensuite, lorsque la température atteint un point où le réseau constitue un squelette rigide, c'est le point de

rigidité. Sous cette température, la pâte semi-solide a les caractéristiques de la phase totalement solide. [20]

La morphologie et la taille des grains primaires sont fortement dépendantes du taux de solidification et de la force de cisaillement induits aux dendrites en formation. La Figure 14 montre la relation entre le taux de cisaillement, le taux de solidification et la morphologie des grains primaires. Ces grains peuvent être de forme dendritique, de type « rosette » (équiaxe dendritique) ou globulaire (équiaxe non-dendritique). [21]

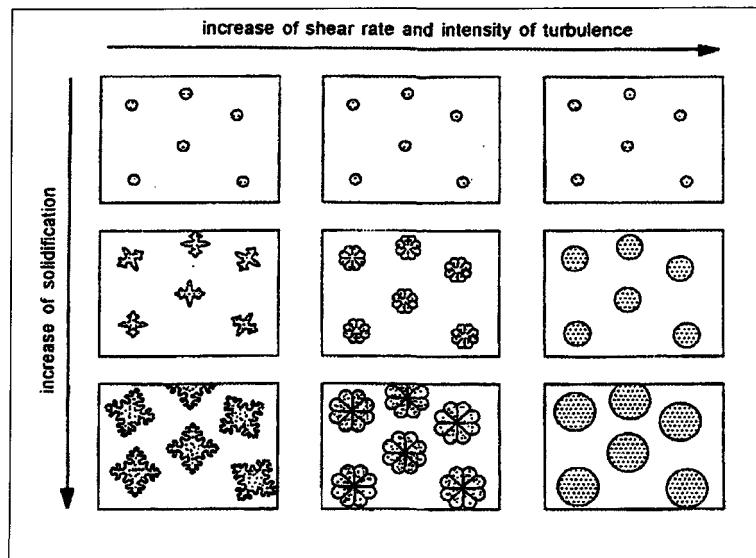


Figure 14: Dépendance de la morphologie de grains primaire avec le taux de solidification et de cisaillement [21]

La formation des « rosettes » et des globules peut être causée par la dégénérescence des dendrites. Ce phénomène survient durant l'imposition d'une force de cisaillement au métal en cours de solidification. Cette force appliquée sur les dendrites avec l'aide de

l'abrasion des particules solides les unes sur les autres causent la fracture des bras dendritiques à la racine. [4] En considérant que la force de cisaillement fait subir une flexion aux bras dendritiques suffisante pour produire une déformation plastique et la création de dislocations, des joints de grains peuvent être formés par le mouvement des dislocations, comme montré à la Figure 15. De ce fait, si une autre flexion est supérieure à 20°, l'énergie aux joints de grains excède du double l'énergie de l'interface solide-liquide. Le métal liquide commence donc à mouiller le joint de grains et à y pénétrer jusqu'à la fracture de la dendrite. [22] Ce phénomène fonctionne bien lorsque le cisaillement démarre 5°C au-dessus du liquidus, mais si le liquide est 10°C sous le liquidus la refonte sera impossible. [23]

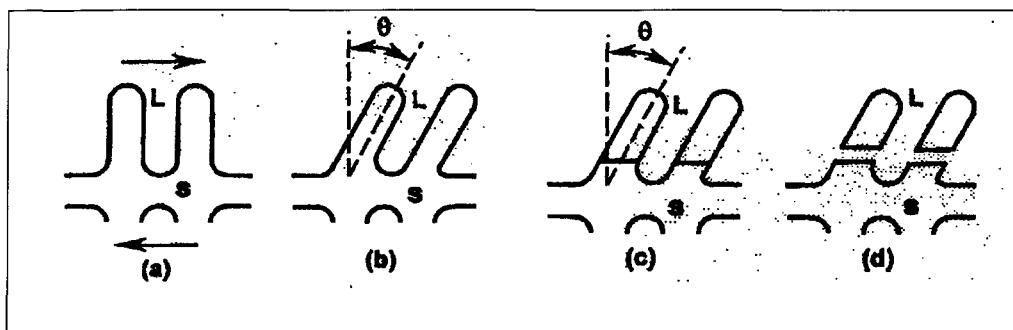


Figure 15: Processus de fracture des dendrites a) force de cisaillement durant le brassage b) flexion des bras dendritiques c) réorganisation des dislocations pour former les joints de grains d) fracture des bras dendritiques [24]

La fracture des bras dendritiques peut être difficile parce qu'il faut considérer qu'à cette taille, la dendrite est presque un cristal parfait sans dislocation ni site d'initiation de fracture. [24] Ainsi, d'autres études ont été menées dans le but d'expliquer la morphologie des grains d'une pâte semi-solide. Les écoulements laminaire et turbulent ont leur

influence. Sous des conditions laminaires, la pointe d'une dendrite est en mesure de croître plus rapidement que ses côtés parce que l'environnement de la structure en croissance n'est pas perturbé. Sous des conditions turbulentes, l'environnement du grain ayant une plus forte concentration en soluté est forcé de pénétrer entre les bras dendritiques. Ceci a comme conséquence de changer la surfusion et de réduire la différence de vitesse de croissance entre la pointe et les côtés. Donc, la croissance est plus uniforme. Tout dépendant du degré de turbulence, la forme des grains sera de type « rosette » ou globulaire. [25]

En somme, la structure évolue à partir du germe initial jusqu'à la structure globulaire. Si le nombre de germes est en quantité suffisante, il y aura sphéroidisation rapide à partir de ceux-ci comme de tracé (a-a₂) à la Figure 16. Sinon, les germes croîtront en structure dendritique pour être fragmentés créant un plus grand nombre de germes. Ensuite, dans un liquide en complète surfusion, il y aura croissance de grains équiaxes dendritiques (b). Avec la turbulence dû à un brassage, il y aura un équilibre dans la croissance des grains créant des grains équiaxes non-dendritiques (c et d). Pour terminer au terme de l'évolution par des globules (e). Dans le cas où la structure dendritique initiale serait trop volumineuse, la structure se déformerait grâce à la turbulence et emprisonnerait de l'eutectique au sein du grain (b₂).

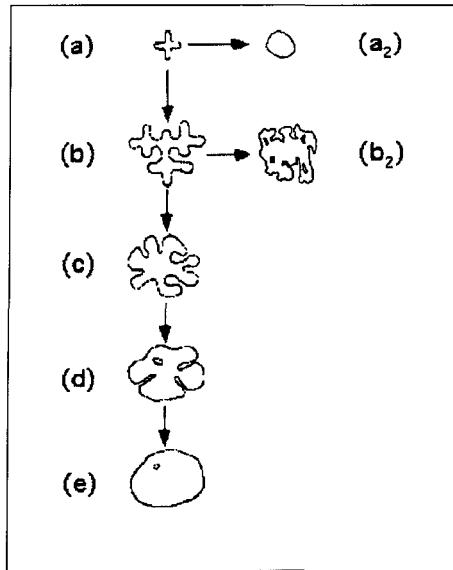


Figure 16: Processus de formation des « rosettes » et des globules [26]

3.2 Rhéologie

La science qui étudie le comportement des fluides et, plus précisément, de la pâte semi-solide se nomme la « rhéologie ». C'est la science de la déformation et de l'écoulement sous l'influence de contraintes. [27]

Les fluides se divisent en deux grandes familles, les fluides newtoniens et les fluides non-newtoniens. Pour leur part, les alliages d'aluminium semi-solide sont considérés comme un fluide non-newtonien contrairement à l'aluminium liquide qui est un fluide newtonien.

Deux types de graphiques sont souvent utilisés en rhéologie. Le premier est la courbe d'écoulement illustrant la contrainte de cisaillement en ordonnée et le taux de

cisaillement en abscisse. L'autre est la courbe de viscosité qui est représentée par rapport au taux de cisaillement.

3.2.1 Fluides newtoniens [28, 29]

Un fluide newtonien est caractérisé par une contrainte de cisaillement proportionnelle au taux de cisaillement. Cette constante de proportionnalité qui est la pente de la droite de la courbe d'écoulement à la Figure 17 est la viscosité.

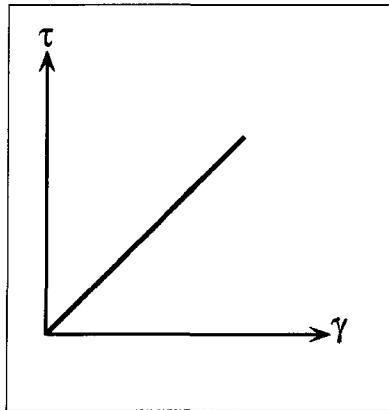


Figure 17: Courbe d'écoulement d'un fluide newtonien [28]

La viscosité est la mesure de la friction interne d'un fluide. Afin de l'illustrer, il faut considérer une mince couche de fluide ayant un mouvement parallèle par rapport à une autre mince couche stationnaire. De la sorte, plus la friction ou la viscosité sera grande, plus il faudra d'énergie pour entraîner ce mouvement de cisaillement.

Isaac Newton a défini la viscosité par le modèle de la Figure 18. Deux aires planes et parallèles de même dimension sont séparées d'une distance dx . Ces aires sont en mouvement dans la même direction mais à des vitesses différentes V_1 et V_2 . Newton postule que la force requise pour maintenir cette différence de vitesse est proportionnelle au gradient de vitesse, dv/dx . Ce gradient de vitesse est également appelé taux de cisaillement. La constante de proportionnalité est la viscosité. Ce concept est exprimé par la relation suivante. La présence du signe négatif dans l'équation indique que la contrainte de cisaillement est une mesure de résistance au mouvement. [29]

$$\tau = \frac{F}{A} = -\eta \frac{dv_y}{dx} = -\eta \dot{\gamma}$$

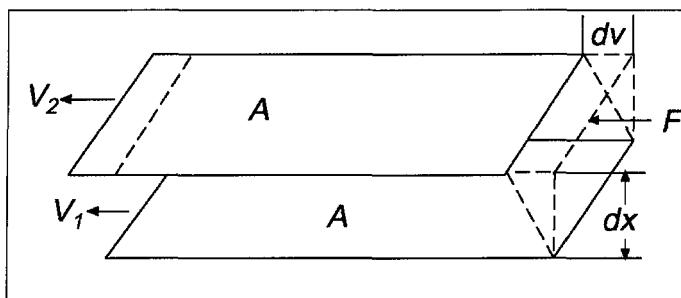


Figure 18: Schéma de la théorie de Newton sur le taux de cisaillement [28]

Les fluides newtoniens ont une autre caractéristique particulière. Leur viscosité demeure constante peu importe les variations du taux de cisaillement et du temps de sollicitation. Cette particularité est illustrée par la Figure 19.

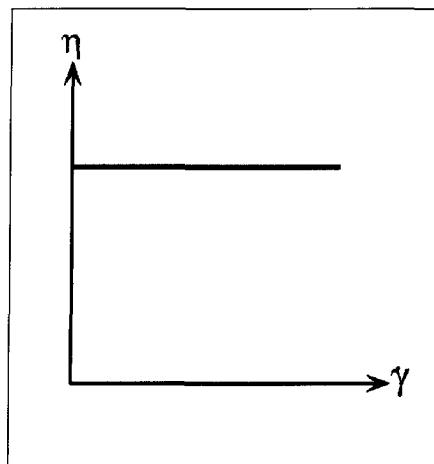


Figure 19: Courbe de viscosité d'un fluide newtonien [28]

3.2.2 Fluides non-newtoniens

Par contre, le comportement de la pâte semi-solide ne correspond pas aux fluides newtoniens. Il s'agit plutôt d'un fluide non-newtonien. La contrainte de cisaillement n'est donc pas proportionnelle au taux de cisaillement. En d'autres mots, c'est un « fluide dont la viscosité varie avec le gradient de vitesse ou avec les contraintes [27] ». De ce fait, la viscosité est considérée comme une viscosité apparente qui n'est pas constante à une température. Elle est dépendante des conditions d'écoulement comme le taux de cisaillement, et quelques fois de l'historique du fluide.

Plus particulièrement, la pâte semi-solide est définie par un comportement rhéofluidifiant et thixotropique.

3.2.2.1 Fluides rhéofluidifiants [4, 30, 31]

Également connu sous le nom de fluide pseudoplastique, ce type de fluide démontre une chute draconienne de viscosité sous certaines conditions de taux de cisaillement. La Figure 20 illustre un cas typique d'un comportement rhéofluidifiant. La première section de la courbe d'écoulement est un comportement newtonien, mais dépassé un certain taux de cisaillement, la pente de la courbe décroît graduellement tendant vers un autre comportement newtonien de pente différente de la première section. Sur la courbe de viscosité, la décroissance de viscosité est facilement perceptible dans la deuxième section du graphique.

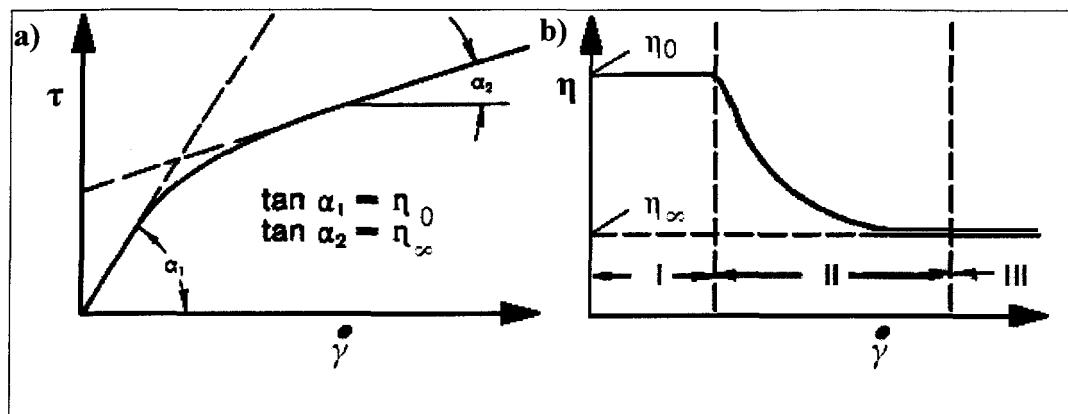


Figure 20: Courbes d'un comportement rhéofluidifiant a) courbe d'écoulement b) courbe de viscosité [30]

Ce comportement rhéofluidifiant de l'aluminium semi-solide s'apparente beaucoup avec une suspension de floculants. Comme illustré à la Figure 21 et à la Figure 22, à un bas taux de cisaillement, les particules se joignent les unes aux autres pour former des grappes. Par contre, à un taux de cisaillement élevé, les grappes se brisent laissant les particules

libres de mouvement. L'agglomération des particules a pour but d'atteindre un équilibre pour un taux de cisaillement donné. Cet équilibre est influencé par l'énergie de surface des particules. Selon certaines conditions, l'action de s'agglomérer contribuera à abaisser l'énergie totale de la surface de la grappe par rapport à la somme des énergies de surface des particules de la grappe lorsqu'elles sont libres. Ainsi, les particules libres offre un fluide d'une viscosité moindre qu'un fluide avec des grappes de particules agglomérées. Donc, en augmentant le taux de cisaillement, les particules vont se détacher et la viscosité va diminuer au fur et à mesure du processus et vice versa. De plus, dans le cas d'une pâte semi-solide métallique, une fois aggloméré, les particules vont subir un frittage et la zone de contact augmentera avec le temps. [31]

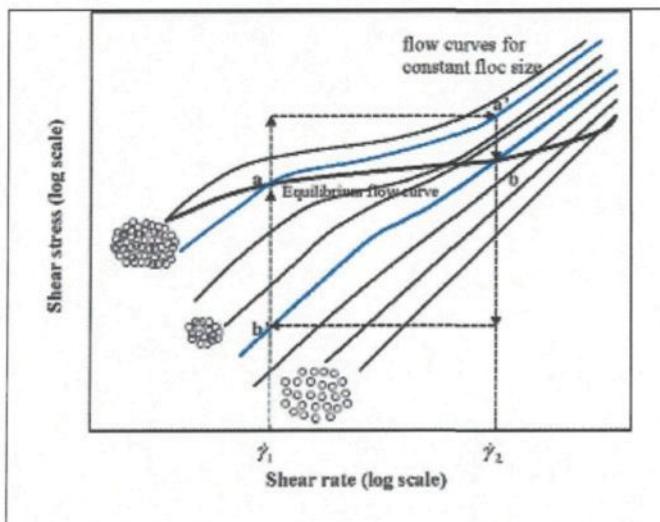


Figure 21: Courbes d'écoulement de floculants de dimensions constantes en suspension [31]

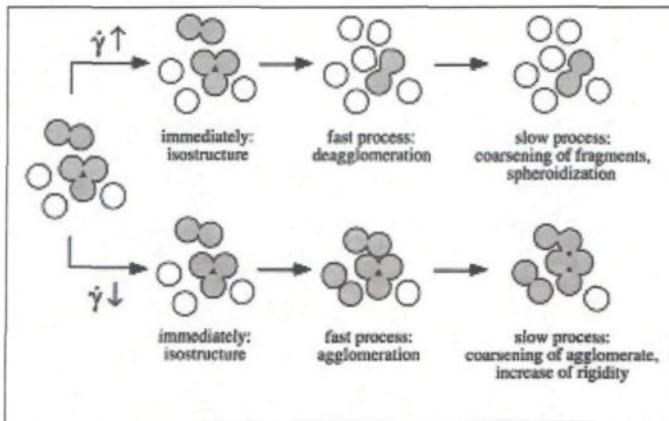


Figure 22: Processus d'agglomération et de désagglomération des globules [31]

Plusieurs équations empiriques ont été développées pour décrire la viscosité des fluides rhéofluidifiants. Ces équations requièrent malheureusement au moins quatre paramètres ce qui complique leur utilisation. Une relation simple pour une grande étendue de taux de cisaillement est connue sous le nom de « loi de puissance » [4].

$$\eta_{app} = K \dot{\gamma}^{n-1}$$

$$\tau = -K \dot{\gamma}^{n-1} \dot{\gamma}$$

3.2.2.2 Fluides thixotropiques [4, 30, 31]

Sous l'effet d'un taux de cisaillement constant, un fluide thixotropique subit une baisse de viscosité avec le temps comme illustrée dans la première portion de la Figure 23 identifié par un taux de cisaillement constant. Dans cette condition, la viscosité diminue asymptotiquement jusqu'à une limite caractéristique du matériau. Si le taux de cisaillement

est interrompu, seconde partie de la Figure 23, il y a possibilité de recouvrement de la viscosité initiale. Sur la figure, le « sol » est une solution composée de particules ayant une charge électrique attirant les molécules d'eau et qui s'entourent ainsi d'une enveloppe hydratée. Lorsqu'elles perdent de l'eau, la solution s'épaissit et devient gélatineuse d'où le terme « gel ». Le recouvrement de la viscosité initiale ne s'applique pas pour tous les fluides comme c'est le cas pour la pâte semi-solide. En effet, la structure de la pâte semi-solide est en constante évolution parce que le métal est en cours de solidification.

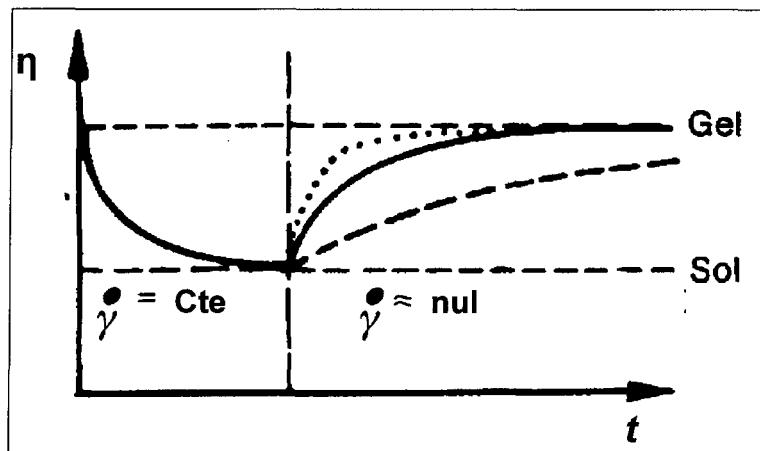


Figure 23: Schématisation du comportement thixotropique [30]

Dans le cas d'un alliage d'aluminium semi-solide, la viscosité diminue avec le temps à un taux de cisaillement constant parce que la structure est en constante évolution vers des globules parfaitement sphériques. Ainsi, des particules sphériques offrent moins de résistance à un brassage régulier que des particules de forme dendritique. Même les grappes de particules fortement agglomérées tendront à s'arrondir et ainsi à diminuer la viscosité du fluide.

Également, la pâte de métal semi-solide possède une boucle d'hystérésis qui est caractéristique de la thixotropie. En se référant à la Figure 24, quatre boucles peuvent être observées. Flemings [4] a réalisé les essais à l'aide d'un viscosimètre à température constante de la façon suivante. Après un cisaillement à l'état stationnaire, le brassage était arrêté pendant un temps t_r . Ensuite, le taux de cisaillement augmentait jusqu'à un maximum et était maintenu pendant un temps t_u , pour enfin décroître continuellement jusqu'à zéro. Sous ces conditions, la contrainte de cisaillement variait comme illustré à la Figure 24. Ces résultats ont révélé qu'un court temps de brassage réussit à briser les agglomérations de particules. Par contre, il est de plus en plus difficile de briser ces amas lorsque le temps de repos augmente. [4]

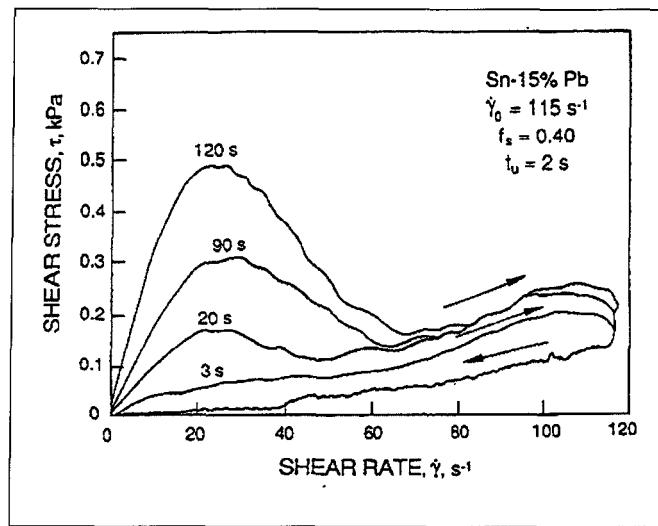


Figure 24: Thixotropie de l'alliage Sn-15%Pb [4]

3.2.3 Comportement rhéologique d'un lopin pendant la tranche

Lors de la deuxième étape de la procédure expérimentale, le lopin semi-solide est tranché longitudinalement par une lame ou un fil. Le comportement rhéologique du lopin pendant cette action est schématisé par la Figure 25 en posant l'hypothèse que la pâte semi-solide est considérée comme un fluide newtonien. La Figure 25 est une coupe transversale d'une lame animée d'une vitesse quelconque et du profil de vitesse du fluide avoisinant. Ainsi, la portion de fluide en contact avec la lame aura la même vitesse. Due à la viscosité du fluide, la seconde portion aura une vitesse moindre et ainsi de suite jusqu'à une certaine distance de la lame où le fluide sera immobile. Dans le cas d'un fluide newtonien, le décroissement de la vitesse sera linéaire. Comme mentionné précédemment, ce gradient de vitesse est le taux de cisaillement.

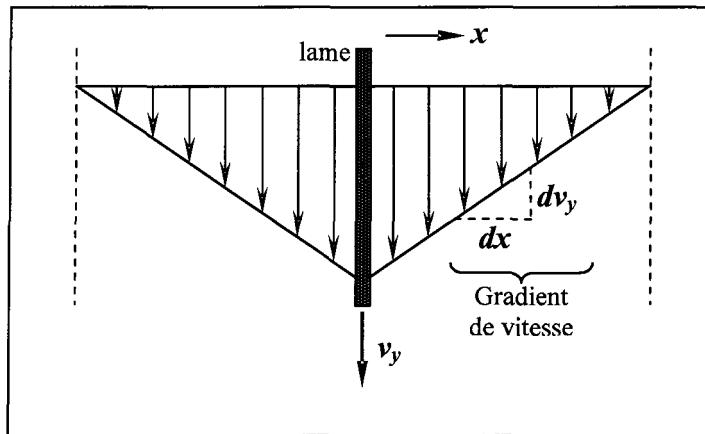


Figure 25: Coupe transversale d'une lame en mouvement dans un fluide newtonien

En réalité, un fluide semi-solide est non-newtonien de nature rhéofluidifiant et thixotropique. Le profil de vitesse ne sera donc pas linéaire. En effet, il y aura un gradient

de viscosité apparente influencé par le gradient de vitesse non-linéaire. La viscosité du fluide augmentera au fur et à mesure que la vitesse du fluide diminuera.

Si la vitesse de l'accessoire de coupe augmente pendant la coupe, la nature rhéofluidifiante de la pâte semi-solide fera que la viscosité apparente aura diminué. Ce phénomène est plus évident lors de l'utilisation d'un viscosimètre qui induit une force de cisaillement sur l'ensemble de la pâte semi-solide. La variation du taux de cisaillement a un effet sur la viscosité parce qu'il y a agglomération ou désagglomération des particules solides. Également, l'augmentation de vitesse a comme conséquence d'augmenter la force de l'impact entre l'accessoire de coupe et les particules solides.

Par contre, la thixotropie de la pâte semi-solide a peu d'influence lors de la coupe parce qu'un état stationnaire ne peut être atteint. L'accessoire fait toujours face à une nouvelle portion de pâte semi-solide. Le seul effet que la thixotropie peut avoir, c'est par rapport au temps d'attente entre la fin du procédé SEED et le début de la coupe. Un temps plus long favorisera l'agglomération des particules solides augmentant du même coup la force appliquée pour couper le lopin et vice versa.

Malgré tout, la force appliquée durant la coupe est quand même indirectement reliée à la viscosité apparente comme le démontre l'équation suivante.

$$\tau = \frac{F}{A} = -\eta_{app} \frac{dv_y}{dx} = -\eta_{app} \dot{\gamma}$$

3.3 Application de l'analyse statistique dans le contrôle de la qualité [32, 33]

L'utilisation de concepts statistiques pour ce projet de recherche est nécessaire pour établir un système de contrôle de la qualité. En effet, il faut être en mesure de déterminer s'il est statistiquement possible de distinguer la conformité et la non-conformité des lopins. Diverses méthodes pour déterminer un intervalle de confiance seront discutées, mais tout d'abord voici quelques notions statistiques de base.

La *moyenne d'un échantillon* est la valeur centrale d'un groupe de données constituant l'échantillon. Ainsi, si les observations d'un échantillon de dimension n sont x_1, x_2, \dots, x_n , la *moyenne de l'échantillon* sera

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

Une nuance peut être faite avec la *moyenne d'une population* ou vraie. Une population est un ensemble d'unités statistiques de même nature constituant la collectivité à laquelle l'étude s'intéresse. Donc, la moyenne d'une population N est

$$\mu = \frac{\sum_{i=1}^N x_i}{N}$$

La moyenne doit avoir un indicateur pour illustrer la dispersion des données de l'échantillon. Cette mesure est la *variance*. Si x_1, x_2, \dots, x_n est un échantillon de n observations, alors la variance de l'échantillon est

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\frac{1}{n}\right) \left(\sum_{i=1}^n x_i\right)^2}{n-1} = \frac{n \sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n x_i\right)^2}{n(n-1)}$$

Un autre outil utilisé est l'*écart-type* qui découle de la variance et se définit comme

$$s = \sqrt{s^2}$$

De la même façon que pour la moyenne, la variance peut mesurer la variabilité dans une population. Cette mesure est appelée variance d'une population ou vraie et sa racine carrée donne l'écart-type de la population qui est une valeur plus facile à interpréter parce qu'elle a les mêmes unités que la moyenne.

$$\sigma = \sqrt{\sigma^2} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2}{N}}$$

L'*écart-type de la moyenne* est la confiance qui peut être accordée à la valeur de la moyenne d'un échantillon et non une valeur relative à la dispersion des données de l'échantillon.

$$\sigma_{\bar{x}} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

Dans le cas du présent travail, si la moyenne vraie et l'écart-type vraie voulaient être utilisés, il faudrait une quantité infinie d'expérimentations parce que la population n'a pas une quantité finie d'observations. Il va de soi d'utiliser la moyenne et l'écart-type de l'échantillon qui sont des estimés des vraies valeurs. Le choix d'un test statistique adéquat est primordial afin de bien faire cette estimation.

Plusieurs méthodes ont été développées pour établir un intervalle de confiance autour d'une moyenne d'une population. Cet intervalle a pour but de contenir selon un certain degré de confiance des valeurs de même nature. Donc, tout élément se situant hors de l'intervalle de confiance est considéré comme un élément n'appartenant pas à la même population. Par exemple, dans un système de contrôle de la qualité, cet élément serait non-conforme. Quant aux méthodes aptes à être utilisées, il est nécessaire de poser certaines

hypothèses et de déterminer les caractéristiques de l'échantillon. En posant l'hypothèse que les mesures du phénomène physique du présent travail possèdent une distribution normale, la méthode la plus commune est l'« intervalle de confiance pour μ lorsque σ est connue ». Cette méthode est d'une grande précision parce que la variance vraie est connue, mais elle nécessite un grand nombre d'observation dans l'échantillon, soit plus de 30. Avec un petit échantillon, une alternative est d'utiliser la méthode de Student t ou « intervalle de confiance pour μ lorsque σ est inconnue ». Par contre, la variance doit être une estimation, ayant pour conséquence d'élargir l'intervalle. Dans l'éventualité que la population ne soit pas de distribution normale, des méthodes non paramétriques peuvent être utilisées. Une première technique est le « test de signe ». La distribution de l'échantillon doit être symétrique pour que la valeur médiane soit connue et que la méthode soit valide. Sous les mêmes conditions, une méthode plus complexe mais plus efficace, pondère l'écart avec la valeur médiane et se nomme « test de Wilcoxon pour observations appariées ». [32]

Pour le présent projet de recherche, la méthode la plus adaptée est celle de l'« intervalle de confiance pour μ lorsque σ est inconnue » communément appelé « Student t » car le nombre de test pour produire l'intervalle de confiance sera inférieur à 30. Cette méthode est décrite dans la section 3.3.1. [32]

3.3.1 Intervalle de confiance sur la moyenne d'une distribution normale de variance inconnue

La construction d'un intervalle de confiance sans connaître l'écart-type vrai se fait en utilisant une estimation qui est l'écart-type d'un échantillon. Donc, il faut remplacer σ par s . Ainsi, la distribution statistique de l'échantillonnage de la Figure 26 s'exprime par l'équation suivante

$$t = \frac{|\bar{x} - \mu|}{s / \sqrt{n}}$$

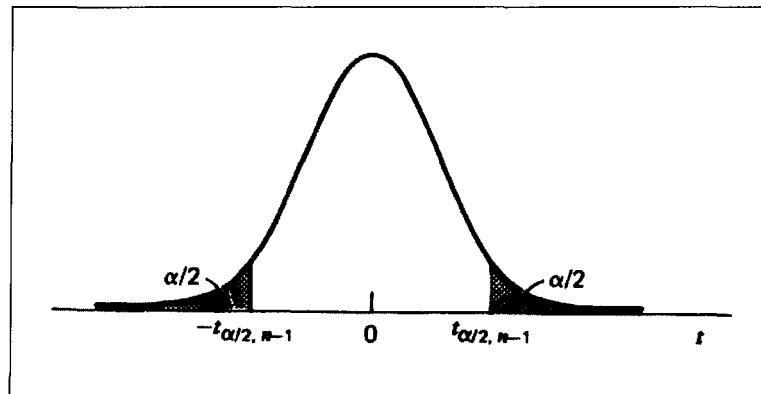


Figure 26: Distribution de t [32]

Pour l'utilisation de la méthode de Student, il faut d'abord établir le degré de confiance désiré ($1-\alpha$) qui se traduit par la probabilité d'obtenir t dans un certain intervalle. Cette probabilité s'exprime comme suit

$$P\left\{-t_{\alpha/2,n-1} \leq t \leq t_{\alpha/2,n-1}\right\} = 1 - \alpha$$

En remplaçant t et en réarrangeant l'équation, l'intervalle de confiance bilatéral de la méthode de *Student t* autour de μ , utilise les valeurs limites suivantes

$$\bar{x} - t_{\alpha/2,n-1} \frac{s}{\sqrt{n}} \leq \mu \leq \bar{x} + t_{\alpha/2,n-1} \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Pour un intervalle de confiance à 95%, la valeur de $t_{0,025,n-1}$ est sélectionnée dans le Tableau 1 selon le nombre d'observations. Le nombre d'observations peut être restreint, mais l'intervalle de confiance sera plus étendu. Par contre, l'intervalle de confiance se raffinera avec un nombre croissant de mesures dans l'échantillon. Règle générale, le nombre, n , de tests effectués pour établir l'intervalle de confiance était de 5.

Tableau 1: Valeur de $t_{0,025,n-1}$ de la méthode de Student [32]

| n | $\alpha=0.025$ | n | $\alpha=0.025$ |
|-----|----------------|-----|----------------|-----|----------------|-----|----------------|-----|----------------|-----|----------------|----------|----------------|
| | | 5 | 2,571 | 10 | 2,228 | 15 | 2,131 | 20 | 2,086 | 25 | 2,060 | 30 | 2,042 |
| 1 | 12,706 | 6 | 2,447 | 11 | 2,201 | 16 | 2,120 | 21 | 2,080 | 26 | 2,056 | 40 | 2,021 |
| 2 | 4,303 | 7 | 2,365 | 12 | 2,179 | 17 | 2,110 | 22 | 2,074 | 27 | 2,052 | 60 | 2,000 |
| 3 | 3,182 | 8 | 2,306 | 13 | 2,160 | 18 | 2,101 | 23 | 2,069 | 28 | 2,048 | 120 | 1,980 |
| 4 | 2,776 | 9 | 2,262 | 14 | 2,145 | 19 | 2,093 | 24 | 2,064 | 29 | 2,045 | ∞ | 1,960 |

3.4 Caractéristiques de l'alliage d'aluminium A356 [17, 34]

L'alliage d'aluminium A356 fait partie de la grande famille des alliages de fonderie. Ces alliages sont caractérisés par leur grande fluidité qui contribue à bien remplir l'empreinte d'un moule. Ils ont également une grande stabilité chimique, une basse température de fusion comparativement à la majorité des métaux et un beau fini de surface après démoulage. Le moulage peut s'effectuer par gravité ou sous pression dans des moules métalliques réutilisables, en sable ou en matériaux réfractaires. Plus spécifiquement, cet alliage d'aluminium fait partie du système d'alliages Al-Si. Le diagramme d'équilibre est à la Figure 27. Les alliages de ce système ont une très bonne coulabilité et une bonne résistance à la corrosion. L'alliage A356 est un alliage hypoeutectique avec une teneur de Si de 7%, identifié en rouge à la Figure 27, soit une teneur de silicium inférieure à l'eutectique qui est de 12,7%. Le Tableau 2 énumère les tolérances requises pour la composition chimique de cet alliage. [17, 34] Les applications qui nécessitent des pièces moulées en moules permanents ou à la cire perdue et de grande résistance sont privilégiées par le A356. [34]

Tableau 2: Limites de composition chimique de l'alliage d'aluminium A356 [34]

| Cu | Mg | Mn | Si | Fe | Zn | Ti | Autres (chacun) | Autres (total) | Al |
|-------------|-------------------|-------------|-----------------|-------------|-------------|-------------|-----------------|----------------|---------|
| 0,20 max | 0,25 à 0,45 | 0,10 max | 6,5 à 7,5 | 0,20 max | 0,10 max | 0,20 max | 0,05 max | 0,15 max | balance |

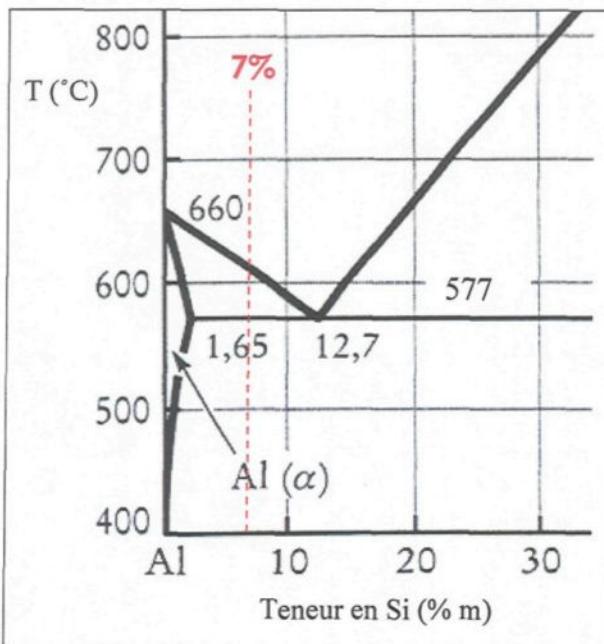


Figure 27: Diagramme d'équilibre Al-Si [17]

Cet alliage est devenu un alliage de choix dans les procédés de moulage semi-solide parce que la fraction volumique d'eutectique est de l'ordre de 45%. Pour les procédés de thixomoulage, le contrôle du chauffage peut se faire relativement aisément. Donc, en chauffant juste au-dessus de la température eutectique, la fraction solide se trouve grossièrement à 50%. Ce même alliage a été réutilisé en rhéomoulage parce qu'il était connu et à des fins comparatives avec le thixomoulage. De plus, la fraction d'eutectique de 45% et la chaleur latente de fusion de cette phase procurent une bonne fenêtre d'opération minimisant les défauts liés aux lignes d'écoulement et lignes de soudure. [6]

La Figure 28 illustre la relation de Scheil tirée du logiciel ProCAST^{MD} qui consiste à faire le lien entre la fraction solide en cours de solidification et la température s'y

rattachant. Cette relation suppose que la diffusion thermique dans le solide est nulle. Ainsi, pour les alliages d'aluminium Al-Si cette hypothèse est valable. Les atomes de silicium étant substitués aux atomes d'aluminium dans le réseau cristallographique et de dimension équivalente, leur diffusion est pratiquement nulle.

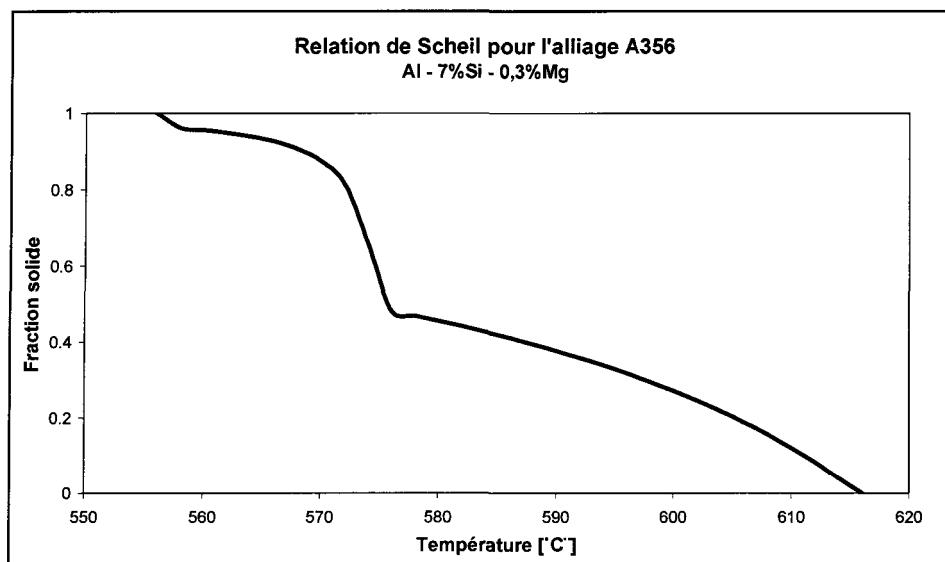


Figure 28: Relation de Scheil pour l'alliage d'aluminium A356

La fraction solide a un impact énorme sur la viscosité apparente comme en témoigne la Figure 29. Ces valeurs ont été obtenues en induisant un taux de cisaillement constant de $3,1 \text{ s}^{-1}$ à l'alliage A356 en cours de solidification.

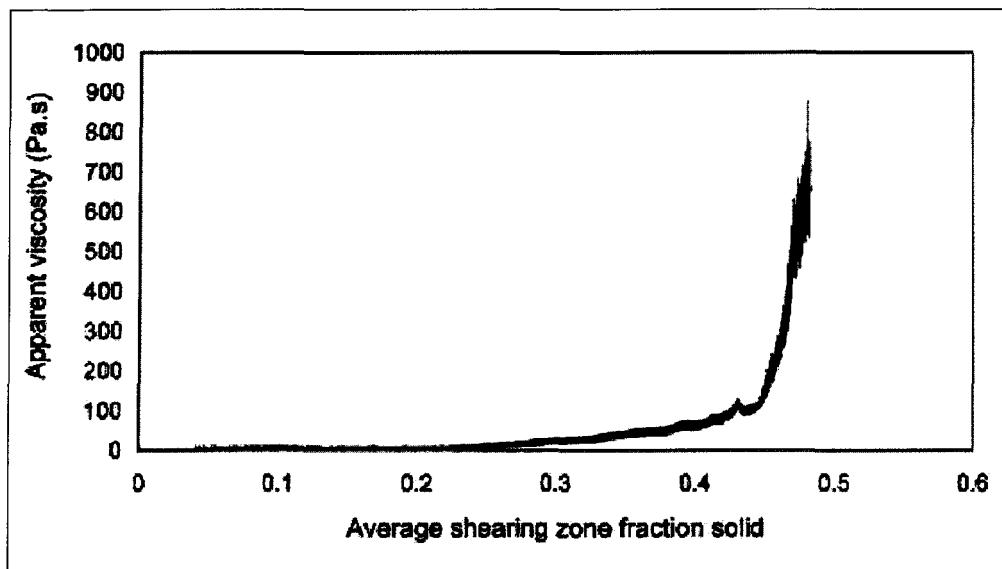


Figure 29: Évolution de la viscosité apparente de l'alliage A356 [21]

Pour l'alliage A356 ayant une structure globulaire, la fraction solide au point de cohérence est environ 23%. En effet, sur la Figure 29 la première hausse appréciable de la viscosité s'observe à 23 %. Pour sa part, le point de rigidité est estimé à une fraction solide de 45% qui se note par une forte hausse de la viscosité sur la Figure 29. Pour le point de rigidité, si les globules étaient parfaitement sphériques, la fraction solide serait de 52%, mais les particules d'un alliage semi-solide ne le sont jamais. [21]

PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

Le volet expérimental de ce projet de recherche se résume par la Figure 30. Les expérimentations commencent par la refonte de l'alliage d'aluminium A356 et par la préparation et la mise en place du montage. Ensuite, le lopin semi-solide est fabriqué avec le procédé SEED. Différentes mesures sont prises lors de cette étape. Deux thermocouples de surface sont fixés à différentes hauteurs du creuset SEED pour prendre sa température en continu pendant le procédé. De plus, une balance est placée en dessous du creuset SEED pour prendre en continu la masse de métal drainé lors de la phase de drainage. Ces mesures sont utilisées pour évaluer le volet non-destructif du système de contrôle de la qualité. La fabrication de la pâte semi-solide terminée, le lopin est immédiatement transféré et démoulé sur l'appareil qui coupera le lopin longitudinalement. Une cellule de charge et un détecteur de positionnement sont raccordés à l'appareil pour mesurer en continu la position et la force requise pour trancher le lopin. Cette étape constitue le volet destructif du système de contrôle de la qualité. Tous les instruments de prise de mesures énumérés ci-dessus sont raccordés et leurs données sont enregistrées par un système d'acquisition de données. Immédiatement après la coupe du lopin, il est trempé dans l'eau glacée afin de freiner le plus rapidement possible l'évolution de la microstructure du lopin.

Cette microstructure subit ensuite une analyse métallographique servant à établir des corrélations entre elle et les mesures prises dans les étapes précédentes.

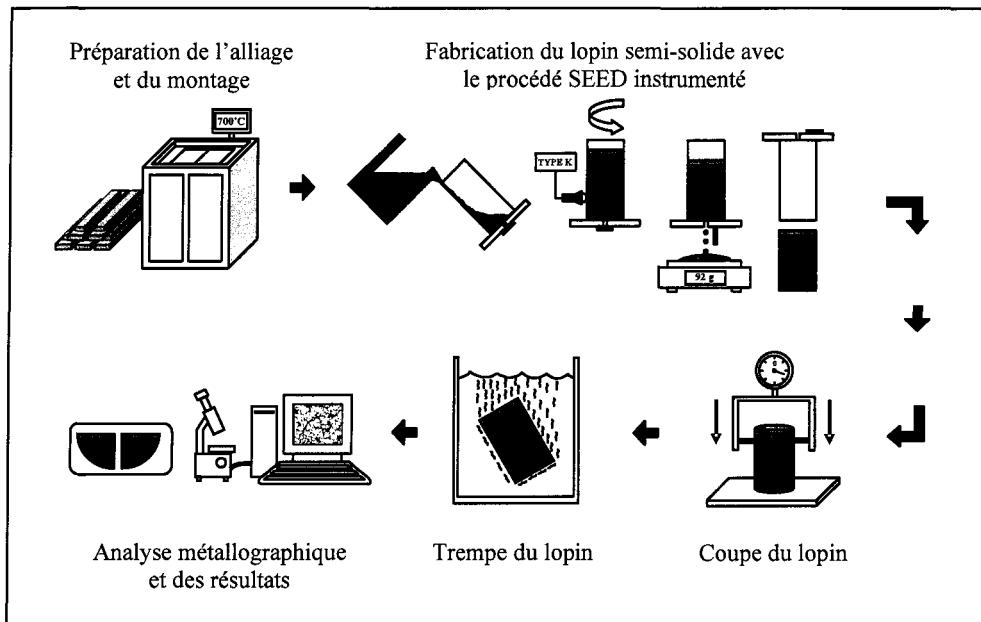


Figure 30: Schématisation du processus expérimental

Une description plus détaillée du montage expérimental, de la procédure expérimentale en fonderie et de la procédure de l'analyse métallographique est développée dans les prochaines sections.

4.1 Description du montage expérimental

Lors des expérimentations, le montage était situé à la fonderie du CURAL à l'université du Québec à Chicoutimi. La description de l'unité SEED est illustrée à la Figure 31 qui est reliée au Tableau 3. Également, la description du coupe-lopin est faite par la Figure 32 et par le Tableau 4. De la même façon, la Figure 33 et le Tableau 5 décrivent

le système d'acquisition de données. Les étiquettes sur les figures correspondent aux équipements décrits dans les tableaux.

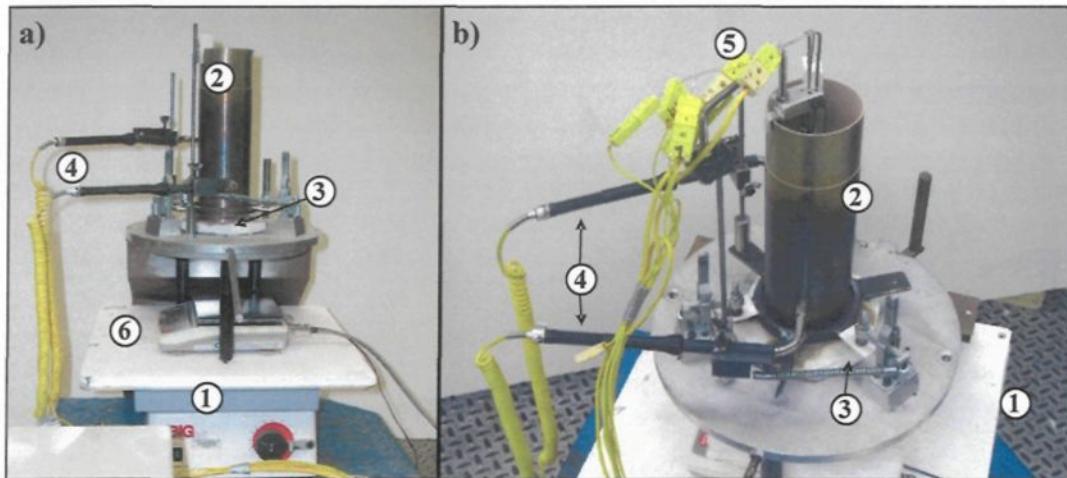


Figure 31: Montage SEED instrumenté a) sans et b) avec thermocouple pour le gradient thermique du lopin

Tableau 3: Description détaillée du montage « unité SEED »

| Équipement | Description |
|---|---|
| Four de refonte | Four à résistance électrique de marque Pyradia |
| Unité SEED | |
| Table de brassage rotative (1) | Table rotative de marque BIGBILL Thermolyne reliée à un minuteur de courant activant le cycle brassage et un autre minuteur ayant un rôle de compte à rebours déclenchant un signal sonore. |
| Creuset (2) | Cylindre d'acier inoxydable de 76,2 mm de diamètre (3 po) et 254 mm (10 po) de hauteur. |
| Fond de creuset (3) | Plaque de fibre réfractaire compactée de 13 mm d'épaisseur avec un trou de 13 mm de diamètre recouvert d'une grille |
| Thermocouple de surface (4) | Sonde de surface haute température pouvant résister à une température maximale de 760 °C. Thermocouple en forme de lame en chromel-alumel (type K) de marque Oméga n° 88106. |
| Thermocouple de gradient de température (5) | Thermocouple de type K (chromel-alumel) de 0,032" de diamètre et 12" de longueur. |
| Balance (6) | Balance de marque A&D modèle EK – 1200 <i>i</i> ayant une capacité de $1200 \pm 0,1$ g avec un taux de rafraîchissement de 10 Hz. |

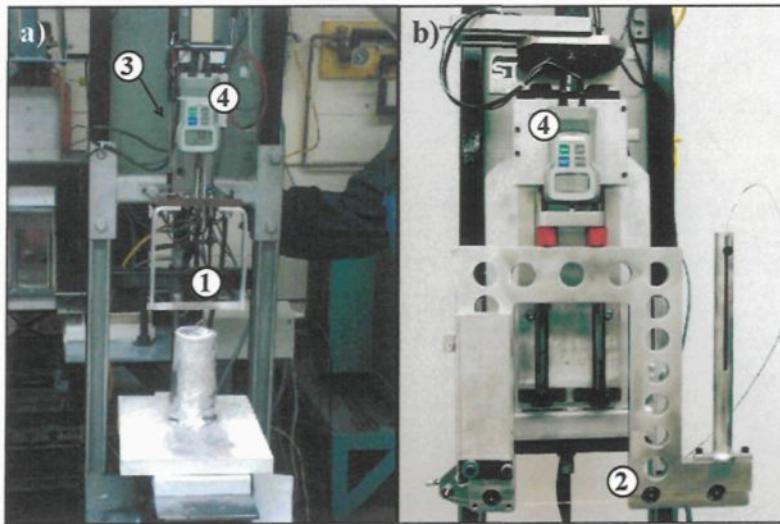


Figure 32: Appareil coupe-lopin a) 1^{re} génération b) 2^e génération

Tableau 4: Description détaillée du montage « coupe-lopin »

| Coupe-lopin | |
|--|--|
| Système d' entraînement (1 ^{re} génération) | L'actuateur linéaire a une course maximale de 230 mm et le moteur peut atteindre une vitesse de déplacement linéaire maximale de 95 mm/s selon le système d'engrenage de l'appareil. Le contrôle de la vitesse est effectué par un variateur de vitesse à courant continu. |
| Système d' entraînement (2 ^e génération) | L'actuateur linéaire de marque Parker modèle ETB32-A04PA20-CM300-A a une course de 300 mm avec filet acme sans frein. Il est relié à un servomoteur de marque Parker modèle BE231DJ-KPSN qui est contrôlé par un amplificateur/indexeur programmable Gemini GV6-L3. |
| Accessoire de coupe (1 ^{re} génération) (1) | Le couteau consiste en une lame d'acier de 12,7 mm de hauteur et de 0,87 mm d'épaisseur. |
| Accessoire de coupe (2 ^e génération) (2) | Fil d'acier recouvert de cuivre (fil à souder MIG) de 0,88 mm de diamètre |
| Transducteur de position (3) | Potentiomètre linéaire de marque Celesco modèle n° CLP250 fonctionnant dans une plage de 0-5 volts. L'appareil a une gamme utile de 0-250 mm d'une résolution essentiellement infinie. |
| Gauge de tension/compression (4) | Cellule de charge de marque Shimpo modèle n° FVG-20 pouvant lire une force en tension et en compression. L'appareil a une gamme utile de ± 20 lbs (10 kg ou 100 N) avec une précision de 0,2% et un taux d'échantillonnage de 35 Hz et fonctionnant dans une plage de ± 1 VDC. |
| Thermocouple | Fil de thermocouple (type K) torsadé de 0,23 mm de diamètre |

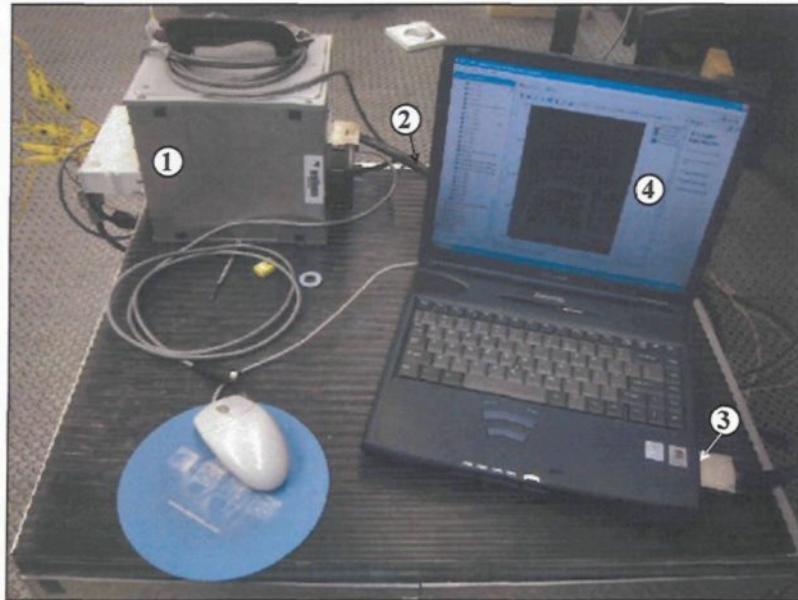


Figure 33: Système d'acquisition de données

Tableau 5: Description détaillée du système d'acquisition de données

| Système d'acquisition de données | |
|---|---|
| Boîtier du système (1) | SCXI – 1000 de National instrument |
| Module d'acquisition (1) | SCXI – 1303 Thermistor de National Instrument |
| Câble (2) | SHC68-68-EP de National instrument |
| Carte reliant le module d'acquisition au PC (3) | DAQCard – 6036E de National Instrument |
| Logiciel d'exploitation (4) | NI VI logger de National Instrument |

4.2 Procédure expérimentale en fonderie

La première phase expérimentale s'est déroulée à la fonderie du centre universitaire de recherche sur l'aluminium (CURAL). Deux types de pâte semi-solide ont été utilisés lors des expérimentations. La principale a été l'alliage d'aluminium semi-solide qui était le cœur de ce projet de recherche. Également, quelques essais ont été réalisés avec de la pâte

de tomates. Le choix de la pâte de tomates est qu'elle dénote les mêmes comportements rhéologiques que l'aluminium semi-solide. [35] C'est un fluide non-newtonien de nature rhéofluidifiante et thixotropique.

Essais avec aluminium semi-solide

Cette phase des expérimentations est la principale et servira à établir la faisabilité de contrôler la qualité des lopins produis par le procédé SEED. Une première série d'essais servira à caractériser les paramètres du procédé considérés conformes. Ensuite d'autres séries d'essais seront effectués en perturbant le procédé intentionnellement afin de vérifier si les mesures sont aptes à déceler cette perturbation. Les paramètres expérimentaux utilisés sont présentés au Tableau 6. Au moins sept essais ont été réalisés pour les conditions considérées conformes et au moins cinq pour les paramètres perturbés. Il est à mentionner qu'il y a eu deux générations de coupe-lopin. Les paramètres utilisés avec la 1^{ere} génération sont ceux identifiés en caractères italiques. À la suite des résultats obtenus, un coupe-lopin de 2^e génération a été fabriqué. Les paramètres employés sont ceux en caractère gras et ont servi à étudier la sensibilité du système.

Tableau 6: Paramètres expérimentaux

| Paramètres expérimentaux | Conditions conformes | Perturbations intentionnellement provoquées | | |
|--|----------------------|---|---------------|---------------|
| Température de coulée | 645 °C | <i>665 °C</i> | 655 °C | 630 °C |
| Température initiale du creuset | 25 °C | <i>35 °C</i> | 45 °C | |
| Quantité de métal coulée | 2,2 kg | <i>2,0 kg</i> | 2,1 kg | 2,4 kg |
| Épaisseur du revêtement interne du creuset | 60 µm | <i>30 µm</i> | 90 µm | |

Italique : coupe-lopin de 1^{ère} génération. **Gras** : coupe-lopin de 2^e génération.

Plus spécifiquement, le montage et les manipulations ont été faits de la façon suivante. Lorsque l'alliage A356 était à l'état liquide et à une température adéquate, une quantité suffisante d'alliage était prise à l'aide d'une louche qui était déposée sur un socle. Au moment où la température de coulée était atteinte, une quantité déterminée d'alliage était versée dans le creuset SEED. À tous les essais, deux thermocouples de surface étaient appuyés sur le creuset, soit à 63 et 127 mm à partir de la base du creuset ce qui correspond au quart inférieur du creuset et à sa mi-hauteur. De plus, pour deux essais par paramètre perturbé, une série de thermocouples servant à mesurer le gradient de température pendant le procédé SEED, était disposée au centre du creuset. Ils étaient placés de manière qu'après le drainage, le premier à partir du haut soit à 10 mm sous la surface supérieure du lopin. Les autres étaient situés à 20, 30, 40, 60, 80, 100 mm sous cette même surface. La Figure 34 montre la disposition des différents thermocouples en fonction du niveau du métal avant et après drainage. Après le temps de brassage et de repos, le clapet était retiré pour laisser s'écouler le surplus de d'alliage liquide. Immédiatement à la fin du drainage, les

thermocouples et le creuset étaient enlevés pour transférer le lopin sur le chariot du coupe-lopin. Sur ce chariot, un thermocouple y était placé pour prendre la température du lopin pendant sa coupe. Ensuite, après un temps déterminé, le lopin était coupé à une vitesse de 70 mm/s pour tous les essais destinés à l'étude du système de contrôle. Néanmoins, d'autres vitesses de coupe ont été testées pour expliquer différents phénomènes. Immédiatement après la coupe, le lopin était trempé dans un bac d'eau froide. Également, le système d'acquisition de données enregistrait les données à une fréquence de 100 Hz pour chaque canal d'acquisition.

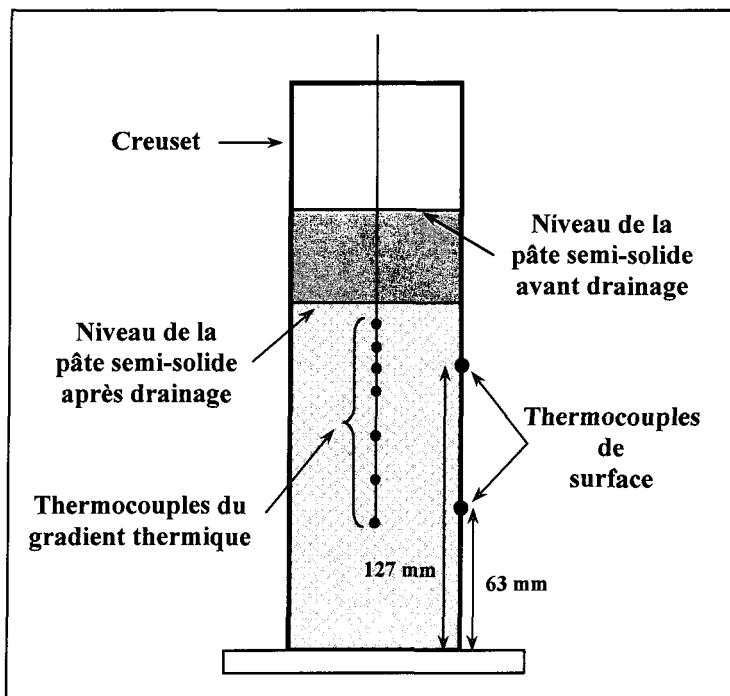


Figure 34: Schématisation de l'emplacement des thermocouples de surface et de gradient thermique

Essais avec la pâte de tomates

Les essais avec la pâte de tomates consistaient à couper un lopin fait de pâte de tomates au lieu de la pâte d'aluminium semi-solide. La pâte de tomates utilisée était de marque Unico. La pâte de tomates était versée dans un contenant de dimensions internes du creuset SEED avec deux entailles diamétralement opposées et d'une largeur suffisante pour laisser passer l'accessoire de coupe pendant l'expérimentation. Le besoin d'un contenant supportant la pâte de tomates origine du fait qu'elle ne se supporte pas elle-même pour la forme désirée. À chaque essai, la pâte de tomates a été remplacée.

4.3 Procédure de métallographie

Les échantillons sélectionnés pour l'étude métallographique sont pris à trois endroits différents du lopin. Le premier représente la microstructure du haut du lopin et est pris à 15 mm de la surface supérieure. Les deux autres échantillons du lopin représentent la microstructure de la partie centrale du lopin et sont situés à 60 et 100 mm de la surface supérieure. Au moment du choix des échantillons, le coupe-lopin de 1^e génération était utilisé et ces trois emplacements correspondaient à la course de l'accessoire de coupe. Tous les échantillons sont des demi-cercles provenant du lopin aux endroits montrés à la Figure 35. Les échantillons représentent une vue radiale du lopin. Par analyse d'image avec un système de la compagnie CLEMEX, les mesures de rapport de forme et de la fraction solide ont été prises sur plus de 50 champs différents disposés selon le patron de la Figure 36. Les mesures suivent tout le rayon du demi-cercle pour deux champs de large. Ainsi, en

se basant sur la géométrie du cercle, le rayon est le reflet de la microstructure de l'ensemble de l'échantillon ce qui conduit à une analyse représentative de l'échantillon. La mesure du rapport de forme consiste à faire le rapport entre la plus longue partie de la particule et la plus courte. Une particule parfaitement circulaire aurait un rapport de forme de 1. La fraction solide est l'aire de la phase primaire divisée par l'aire totale de l'image numérisée.

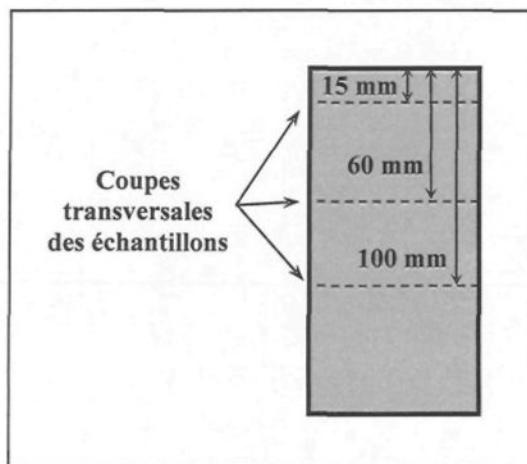


Figure 35: Emplacements des échantillons sur un lopin

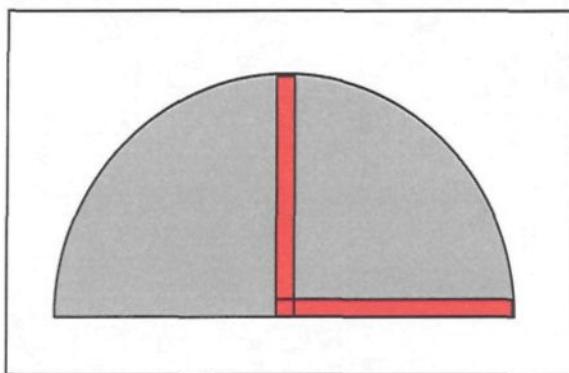


Figure 36: Patron des mesures prises par analyse d'images sur chaque échantillon

Afin de faire une meilleure représentation de l'ensemble du lopin et afin de voir s'il y a des zones de ségrégation de la fraction solide, une analyse métallographique a été réalisée sur un lopin poli longitudinalement à mi-diamètre. Un balayage complet de la surface polie a été réalisé pour vérifier le gradient possible de la fraction solide.

5**RÉSULTATS ET DISCUSSION**

Dans cette section du mémoire, l'analyse et l'interprétation des résultats seront discutées. Il faut néanmoins rappeler brièvement le but de cette recherche qui est de comparer les diverses signatures mesurées lors d'une perturbation intentionnellement provoquée du procédé SEED avec les signatures considérées conformes. Ces dernières signatures sont bornées par un intervalle de confiance déterminé par le test de Student. Suite à la comparaison de ces signatures, il sera possible d'établir la faisabilité d'un système de contrôle de la qualité. En plus de comparer les différents résultats, il faut être en mesure d'expliquer la similitude ou la différence des résultats. Pour cette raison, différents éléments de la procédure expérimentale seront abordés pour être en mesure d'interpréter correctement les résultats. Ces éléments sont divisés en deux groupes, le premier est la cinétique de la croissance des grains durant l'expérimentation et le second est les phénomènes impliqués lors de la coupe d'un lopin. Mais tout d'abord, la description des signatures est présentée.

Pour débuter, la première signature survenant lors du procédé est celle de la température à la surface du creuset. Cette mesure est prise à deux endroits sur le creuset, soit à 63 et 127 mm à partir de la base du creuset. Le profil de la signature est similaire

pour les deux mesures et est illustré à la Figure 37. La signature débute par la montée en température lors de la coulée du métal et le tout début de l'étape de brassage. Ensuite, la température se stabilise pour se situer entre 550 et 580°C. Par contre, pendant l'étape de drainage du procédé SEED, il y a un décroissement de la température causé par le décollement du lopin semi-solide avec la paroi du creuset. Donc, cette dernière partie devra être exclue de l'analyse comparative.

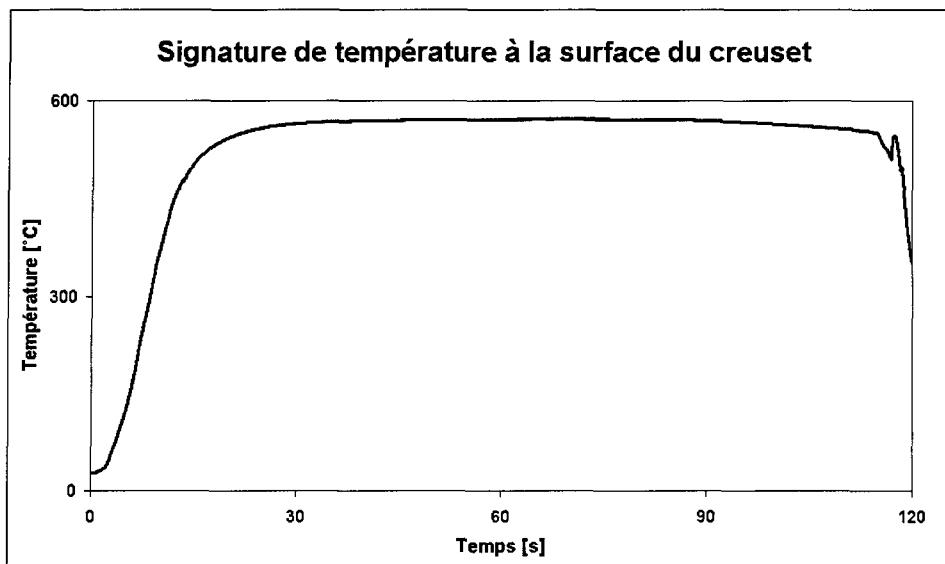


Figure 37: Signature typique de la température à la surface du creuset pendant le procédé SEED

La signature typique de la masse de métal drainée est illustrée à la Figure 38. Cette signature est mesurée lors de l'étape de drainage du procédé SEED et a une durée de 45 secondes. Au cours de cette étape, la masse drainée augmente de façon graduelle tout en diminuant d'intensité.

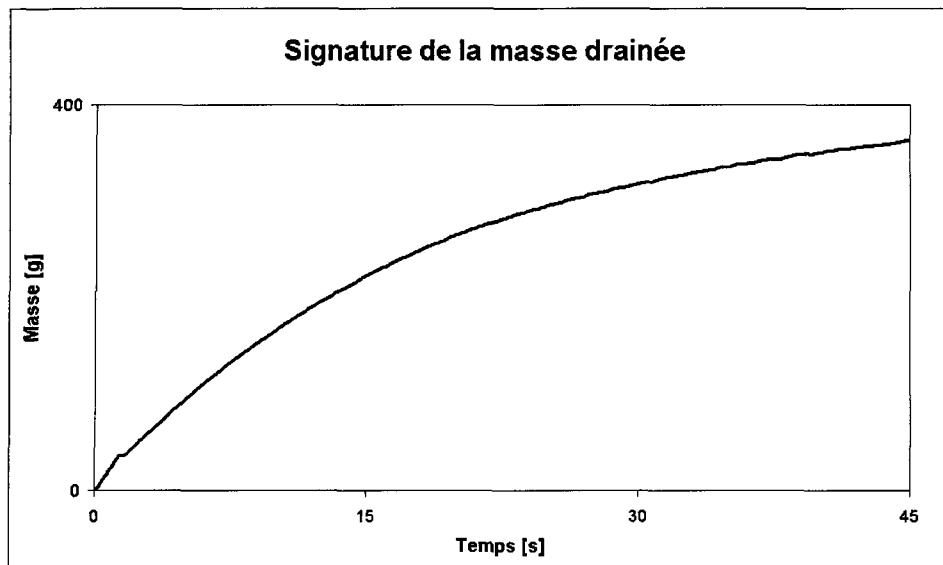


Figure 38: Signature typique de la masse de métal drainée

La signature de la mesure de force d'un lopin coupé de façon longitudinale est illustrée à la Figure 39. Une signature de force typique comporte deux pics. Le premier est situé à 15-20 mm de l'origine qui correspond au dessus du lopin. Le deuxième généralement moins élevé se situe à 40-45 mm de l'origine. Ensuite, la force diminue pour se stabiliser jusqu'à l'accroissement de la force débutant à environ 125 mm de l'origine. Il est à préciser que la hauteur totale d'un lopin est de 160 mm. Également, la course de l'appareil ne fait pas la totalité de ce 160 mm.

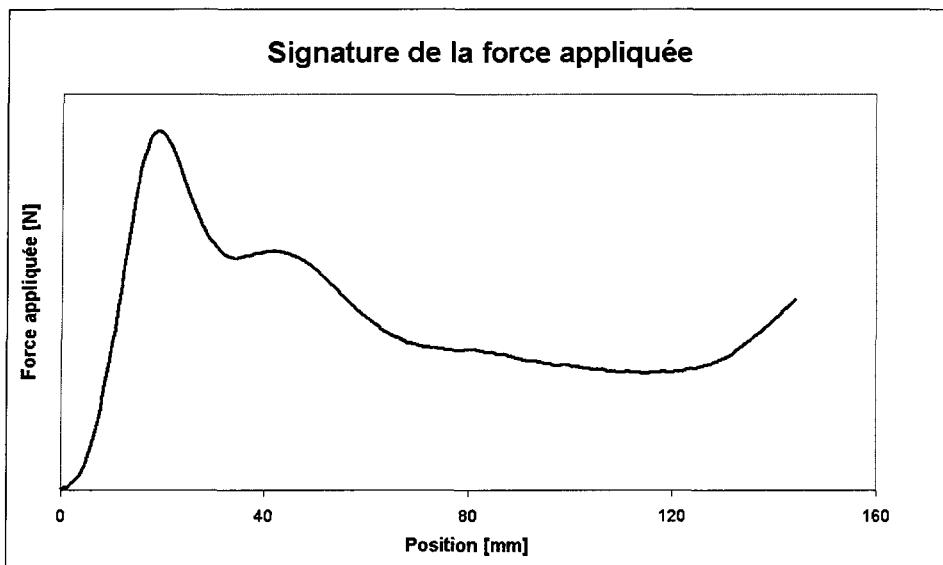


Figure 39: Signature typique de la force appliquée lors de la coupe longitudinale d'un lopin

Cinétique de la croissance des grains

La microstructure du lopin semi-solide est d'une grande importance dans les procédés de moulage semi-solide. Plus spécifiquement pour ce projet, à l'étape de la coupe du lopin un changement de microstructure est perçu par l'appareil de coupe. À l'aide des thermocouples mesurant le gradient de température longitudinal dans le lopin durant le procédé SEED et du thermocouple sur le coupe-lopin, un historique de la température au centre du lopin et à 80 mm de hauteur à partir de la base pendant la procédure expérimentale a été réalisé. La Figure 40 illustre cet historique de température. À partir de cette figure et des connaissances recueillies à la section 3.1, le cheminement de la procédure expérimentale sera décortiqué afin d'interpréter la cinétique de la croissance des grains.

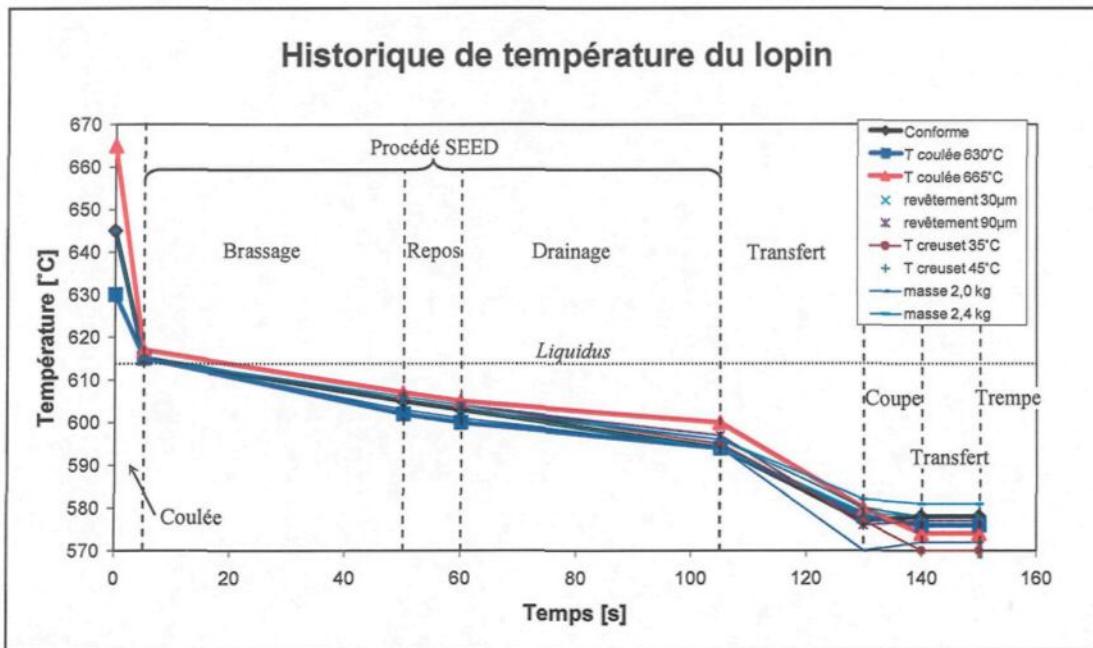


Figure 40: Historique de la température du lopin pendant la procédure expérimentale

Lors de la coulée de l'alliage d'aluminium A356 dans le creuset SEED, le contact entre le liquide à une température supérieure au liquidus (614°C) et la paroi du creuset à la température de la pièce (25°C) est responsable de la formation d'un certain nombre de germes. Avant que le liquidus soit atteint, une refonte d'un certain nombre de germes se produit en fonction du temps de résidence des germes dans l'alliage d'une température supérieure au liquidus. En se référant à la Figure 40, dans la plupart des essais effectués, la température de l'aluminium a un temps de résidence d'environ 3 secondes au-dessus du liquidus après la coulée. Sauf pour le cas de la coulée à 665°C où il y a environ 15 secondes au-dessus du liquidus entraînant la refonte de beaucoup de germes. Cette

différence de temps au-dessus du liquidus laisse présager une différence de microstructure dans le lopin.

Lors de la première étape du procédé SEED, le brassage, une répartition uniforme des grains s'effectue dans le mélange semi-solide. De plus, la structure subit une croissance et une évolution. Cette évolution passe d'une structure dendritique à une dégénérescence des dendrites, puis à une structure de type « rosette » jusqu'à des globules. Cette évolution est fortement influencée par la température du métal, l'intensité du brassage (taux de cisaillement) et le temps de résidence au-dessus du liquidus. Un autre processus peut court-circuiter l'évolution décrite précédemment. Si le nombre de germes est suffisamment important dû à une grande production de germes et à une faible quantité de germes refusionnée, la croissance des grains se fait directement de façon globulaire comme illustré à la Figure 16.

Durant la période de repos, il y aura maturation et croissance des grains. À cette température d'environ 602°C, la fraction solide est d'environ 30 % selon la relation de Scheil pour l'alliage A356.

L'étape du drainage provoquera une hausse subite de la fraction solide de la pâte semi-solide par l'extraction d'une certaine quantité de liquide par l'action de la gravité. Également, tout comme le reste de la procédure expérimentale avant la trempe, la croissance des grains sera poursuivie.

De plus, il faut considérer l'évolution de la structure semi-solide. Comme à la Figure 16, si le nombre de germes n'est pas suffisant pour produire immédiatement des globules, il nécessite une évolution pour y parvenir. Cette évolution est dépendante du temps et du taux de cisaillement. Donc, si la morphologie des grains d'un lopin est de type « rosette », probablement qu'un brassage plus long ou plus vigoureux aurait produit un lopin avec une microstructure globulaire.

Ainsi, cette prise de température a permis de révéler que peu importe la température de coulée utilisée lors des expérimentations, la seule influence a lieu sur la germination et la refonte de germes. En effet, immédiatement après la coulée, la température au centre de tous les lopins semi-solides est similaire, entre 615 et 617°C, indépendamment de la température de coulée.

Il est à noter que des mesures n'ont pas été prises pour déterminer la présence d'un gradient de température axial et si celui-ci varie en fonction des paramètres expérimentaux utilisés. Si c'était le cas, ces diverses situations pourraient expliquer la morphologie finale des grains.

Phénomènes impliqués lors de la coupe d'un lopin

Le profil général de la signature de force appliquée est conservé indépendamment des réglages utilisés lors des expérimentations. Par contre, les valeurs de forces changent

en fonction de ces réglages. Il y a donc des facteurs influençant l'amplitude et le profil de cette signature. Trois facteurs ont été identifiés, soit la vitesse de coupe, l'accessoire de coupe et la microstructure du lopin.

La vitesse de coupe

En se référant aux Figure 41 et Figure 42, des essais ont été effectués dans les mêmes conditions de pâte semi-solide, mais en ayant modifié la vitesse de coupe. La Figure 41 illustre une coupe avec le fil à une vitesse de 70 mm/s. À cette vitesse, au contact de l'accessoire de coupe et de la pâte semi-solide, il y a décélération du système. Pour réagir à cette baisse de vitesse par rapport à la consigne, le système fournit plus d'énergie, mais dépasse la vitesse de consigne. Finalement, le système baisse sa vitesse pour qu'elle demeure constante à la vitesse de consigne. De ce fait, les décélérations et accélérations de l'accessoire de coupe ont une conséquence sur la force perçue par l'appareil de mesure. Cet effet d'action-réaction du système d'entraînement pourrait être la cause du deuxième pic de la signature de la force appliquée. En comparant avec la Figure 42 qui présente un faible impact avec une vitesse de coupe du fil de 10 mm/s et aucun changement de vitesse résultant de cet impact, la valeur maximale de la force appliquée située au premier pic de la signature est beaucoup diminuée. Idéalement, la vitesse de coupe doit être telle que l'impact entre l'accessoire de coupe et la pâte semi-solide ne provoque pas de variation de vitesse. Également, l'amplitude du deuxième pic est inférieure à celle de la signature de la force appliquée à une vitesse de 70 mm/s. Ainsi, avec une vitesse moindre, moins d'énergie est nécessaire pour maintenir l'équilibre de la vitesse lors de l'impact.

Il est à noter que lors de l'impact de l'accessoire de coupe et de la pâte semi-solide, il y a affaissement d'une mince couche d'aluminium solidifié au contact de l'air sur le dessus du lopin. Cet affaissement pourrait contribuer à la présence du deuxième pic. En effet, sous la pression de l'impact la jauge de force commencera à mesurer une force, avec l'affaissement la pression diminuerait subitement pour se rétablir après que la partie affaissée soit coupée.

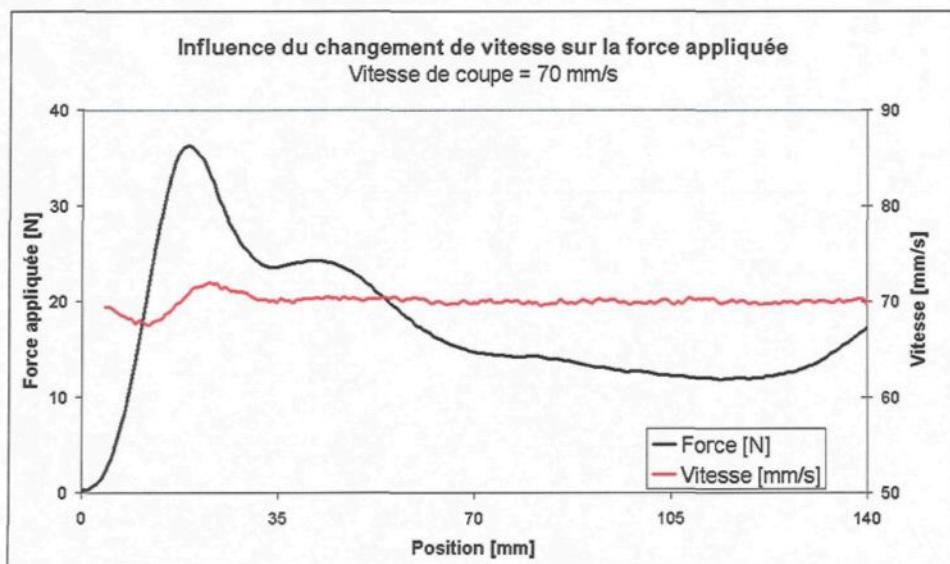


Figure 41: Influence du changement de vitesse de l'accessoire de coupe (fil) lors de son contact avec le lopin. Vitesse de l'accessoire de coupe à 70 mm/s.

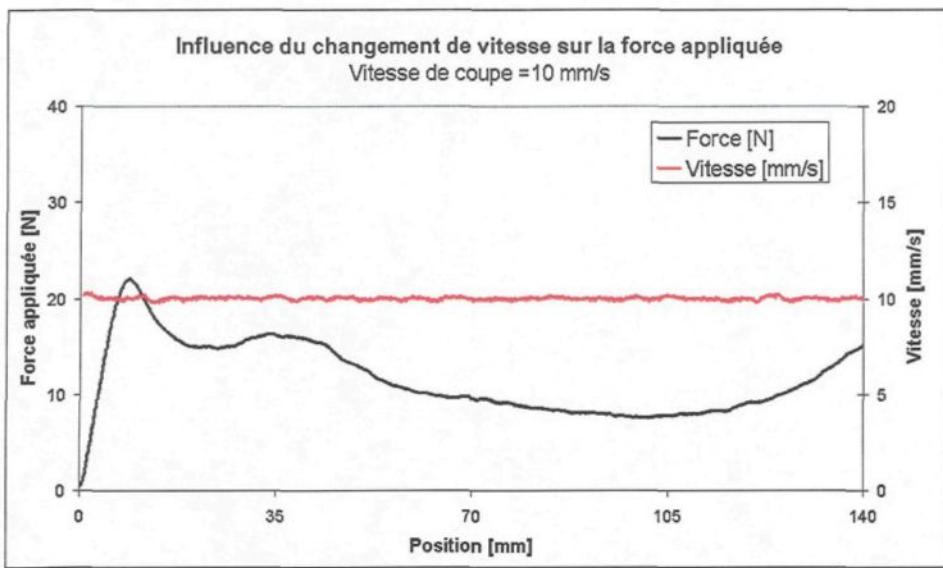


Figure 42: Influence du changement de vitesse de l'accessoire de coupe (fil) lors de son contact avec le lopin. Vitesse de l'accessoire de coupe à 10 mm/s

L'accessoire de coupe

Dans les travaux effectués pour constater l'influence de l'accessoire de coupe, une différence d'amplitude dans la signature de la force appliquée a été décelée. Cette variation est fonction de l'accessoire de coupe utilisé et est illustrée à la Figure 43. Cette différence peut être causée par le fait que ce sont deux équipements complètement différents qui contrôlent le mouvement de l'accessoire de coupe, soit le coupe-lopin de 1^{ère} génération muni d'une lame et celui de 2^e génération muni d'un fil. Également, lors des essais, la lame était enduite d'un lubrifiant, du nitrate de bore, empêchant l'alliage d'aluminium d'y adhérer. Quant au fil, aucun lubrifiant n'a été appliqué. Dans la section « Expérimentations avec de la pâte de tomates » à la page 82, d'autres explications seront présentées suite aux expérimentations faites avec de la pâte de tomates. Ces essais utilisent le coupe-lopin de 2^e génération avec les deux accessoires de coupe.

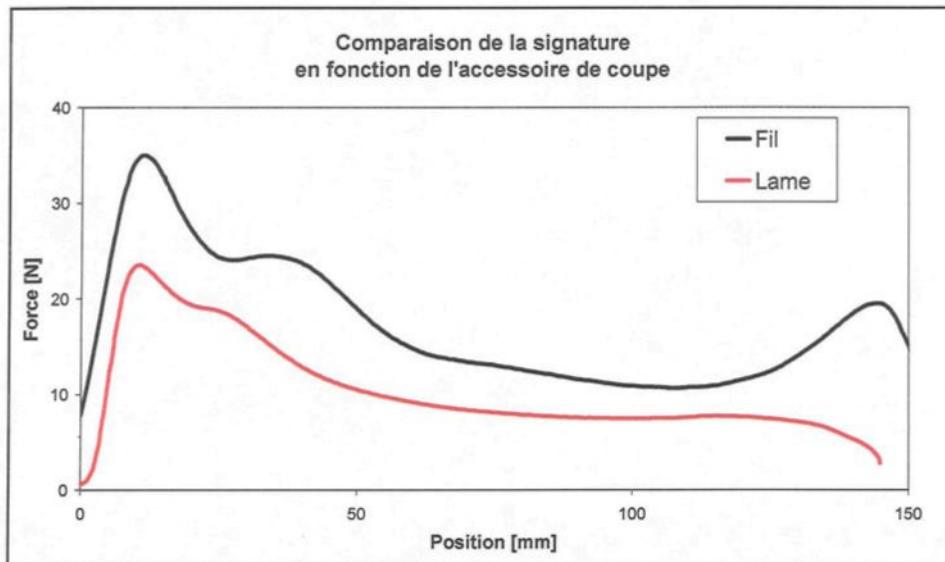


Figure 43: Comparaison de la signature en fonction de l'accessoire de coupe lors des essais avec de l'alliage semi-solide. Vitesse de l'accessoire de coupe à 70 mm/s

Également, la température de l'accessoire de coupe a son influence. Si l'accessoire de coupe est à la température de la pièce (25°C), lors du contact entre l'accessoire et la pâte semi-solide, il y aura une solidification localisée autour de l'accessoire de coupe. Ce phénomène occasionne une contrainte supplémentaire perçue par l'instrument de mesure de la force appliquée. La Figure 44 illustre l'influence de la température de l'accessoire de coupe sur la force appliquée. La différence est surtout située au premier pic. C'est le moment du contact entre l'accessoire de coupe et la pâte semi-solide. Donc, en ayant un accessoire de coupe chauffé qui pénètre dans la pâte semi-solide, le premier pic de la force appliquée est moins élevé. Cet effet est plus marqué lorsque la vitesse de l'accessoire de coupe augmente. Pour sa part, le deuxième pic est toujours présent lorsque le fil est chauffé.

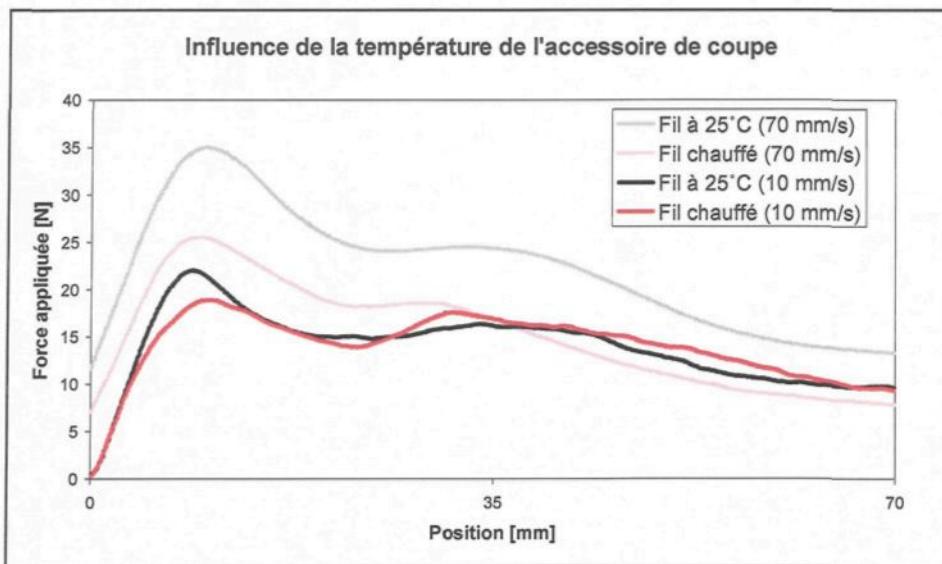


Figure 44: Influence de la température de l'accessoire de coupe lors du contact avec le lopin

Un autre facteur associé à l'accessoire de coupe est la déflection. Ce facteur est principalement relié aux essais avec fil. Malgré une forte tension, lorsque le contact s'effectue avec la pâte semi-solide, le fil fléchit jusqu'à un maximum pour ensuite garder cette forme jusqu'à la fin de l'essai. Une conséquence de cette déflection est l'augmentation de l'aire de l'interface de contact entre le fil et la pâte semi-solide.

Dans l'historique du projet, les travaux ont débuté par le coupe-lopin de 1^{ere} génération muni d'une lame à une vitesse de 70 mm/s. Afin d'en améliorer le concept, un fil d'acier a remplacé la lame qui sans un ajustement optimal, avait tendance à fléchir dans la pâte semi-solide. De plus, afin de pouvoir mieux comparer les résultats, la vitesse de coupe a été fixée constante à 70 mm/s.

La microstructure

La microstructure a son rôle à jouer concernant la force appliquée lors des essais. La dimension des particules, la morphologie des grains solides et la fraction solide influencent l'intensité de la mesure. Il est logique de penser qu'il est plus facile de couper, avec un accessoire de coupe de 870 µm de largeur (voir le Tableau 4), de la pâte semi-solide composée de particules solides globulaires de 100 µm qu'une pâte avec des dendrites d'environ 400 µm de large par 1400 µm de long. La Figure 45 montre les différentes morphologies de grains possibles. Ces images ont été obtenues par polissage de l'alliage et microscopie optique. Également, la Figure 46 et la Figure 47 sont des images prises par microscopie électronique à balayage évoquant la différence marquée existant entre les diverses microstructures. Ces dernières images proviennent de l'analyse d'échantillons situés dans la portion creuse au centre du lopin causé par le retrait de la phase liquide lors de la trempe. La Figure 46 provient d'un lopin produit selon les conditions conformes et la Figure 47 d'un lopin produit avec une température de coulée de 665°C.

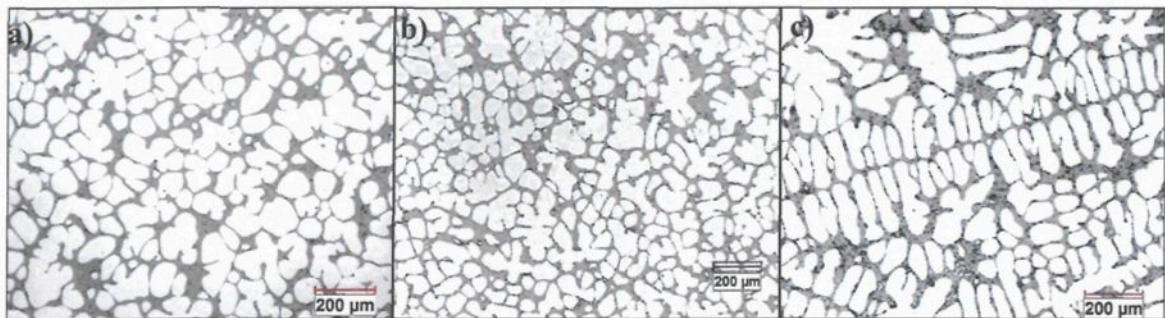


Figure 45: Différentes morphologies de grains de l'alliage A356 semi-solide à 50X a) globulaire b) type « rosette » c) dendritique

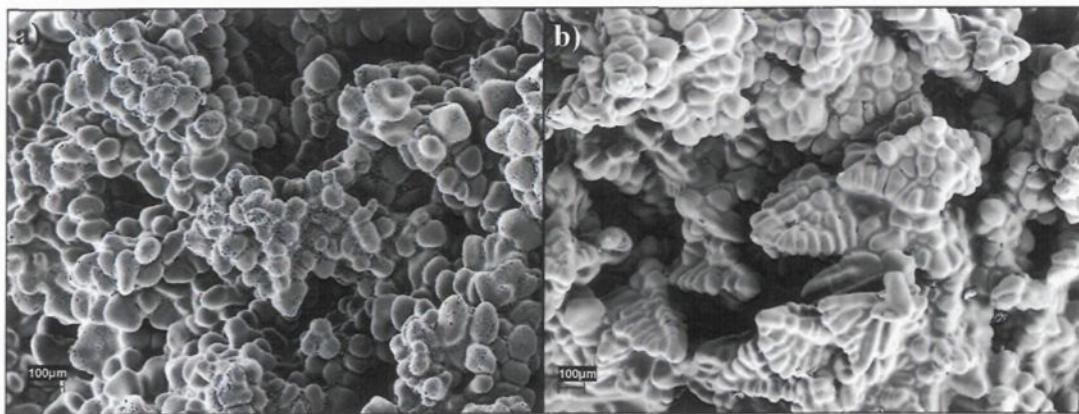


Figure 46: Microstructure de l'alliage A356 semi-solide a) globulaire à 80X b) dendritique à 60X

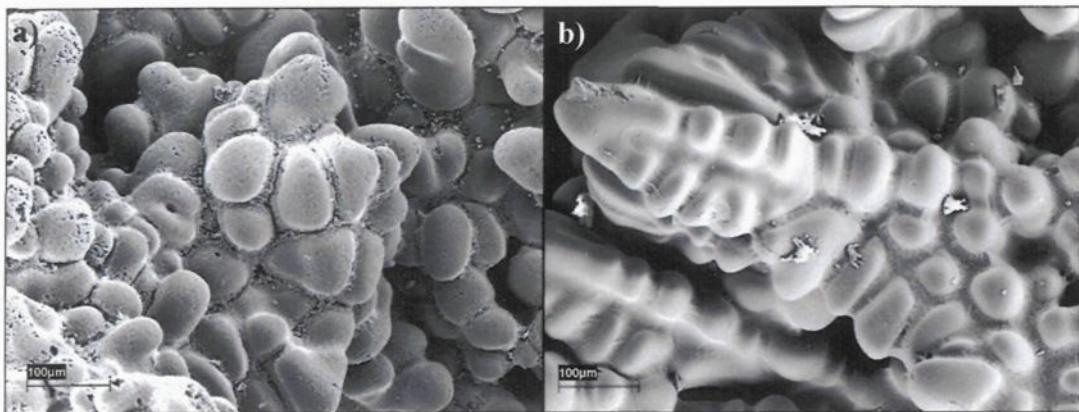


Figure 47: Microstructure de l'alliage A356 semi-solide a) globulaire à 185X b) dendritique à 180X

Des essais en laboratoire utilisaient des lopins avec différentes morphologies de grains. Ils ont révélé que la coupe de ces lopins est influencée par ces morphologies. L'influence de la morphologie des grains sur la force appliquée est illustrée à la Figure 48. Par contre, la fraction solide réelle lors de la coupe n'est pas connue avec exactitude. Il est donc possible que la fraction solide ait son rôle à jouer dans l'obtention de ces résultats.

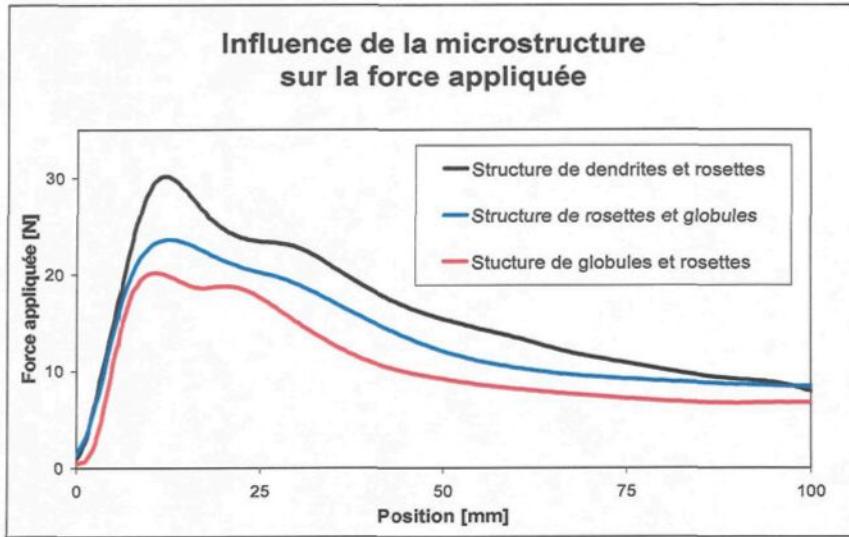


Figure 48: Influence de la microstructure sur la force appliquée

La fraction solide est également un élément clé pour la lecture de la force appliquée. La mesure de la force étant dépendante de la viscosité apparente de la pâte semi-solide, la Figure 29 témoigne bien de l'importance de la fraction solide, surtout pour une fraction solide dépassant 45%. Des essais ont été réalisés en insérant des thermocouples à différentes hauteurs dans le creuset SEED pour mesurer le gradient de température pendant le procédé SEED. En se basant sur la relation de Scheil, la fraction solide de l'alliage a été déterminée immédiatement avant le drainage en ayant mesuré la température à l'aide de thermocouples disposés comme à la Figure 34. Les fractions solides après drainage ont été évaluées par analyse métallographique. Les résultats sont montrés à la Figure 49 et le zéro de la position est le niveau de la pâte semi-solide après drainage comme montré à la Figure 34. L'action de drainer l'excédent de liquide uniformise la fraction solide dans le lopin. Malgré tout, la répartition solide-liquide n'est pas parfaite comme en témoigne la prochaine analyse. Également, une cartographie de la

fraction solide après la trempe du lopin immédiatement après le drainage fut effectuée. Elle a été obtenue par reconstruction à partir d'analyses métallographiques effectuées sur la surface polie à mi-diamètre sur 25 champs sur le diamètre par 37 sur la hauteur d'un lopin produit selon les conditions conformes. Cette cartographie est illustrée à la Figure 50. Il est à préciser que les valeurs de la fraction solide sur la cartographie sont plus élevées que la réalité immédiatement après le drainage. Le fait de tremper le lopin contribue à figer la structure, mais pas d'une façon adéquatement rapide pour empêcher une certaine évolution des grains pendant la trempe. Toute proportion gardée, cet exercice permet de constater que la fraction solide n'est pas uniforme dans l'ensemble du lopin. En comparant ces données avec la fraction solide déterminée avant drainage, voir Figure 49, il est évident que le drainage a inversé l'effet du gradient de température dans la distribution de la fraction solide dans le lopin. Aidé par la force gravitationnelle, le drainage permet de retirer le surplus de phase liquide situé près du trou-filtre, mais cette force a de plus en plus de difficulté à tirer le liquide en s'éloignant de ce trou-filtre. Les effets de capillarité et de tension de surface contribuent à freiner l'expulsion du liquide des zones plus éloignées du trou-filtre.

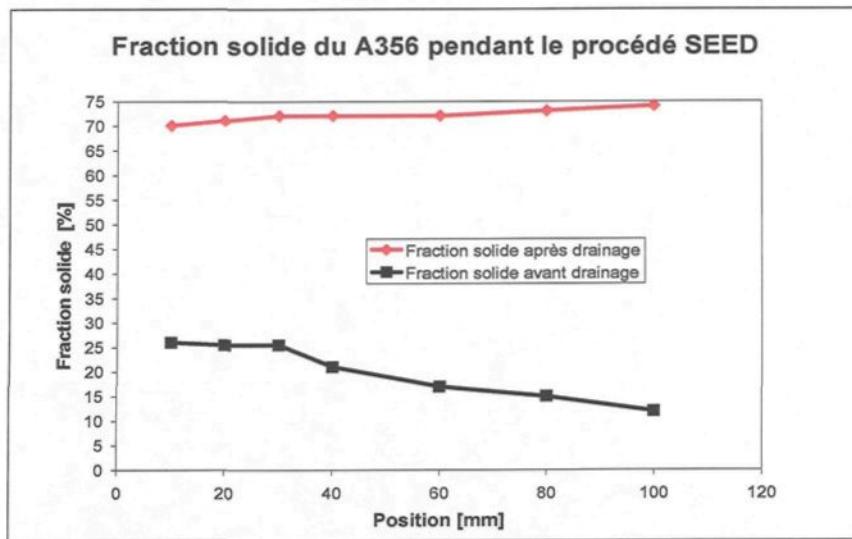


Figure 49: Comparaison de la fraction solide du lopin avant et après drainage

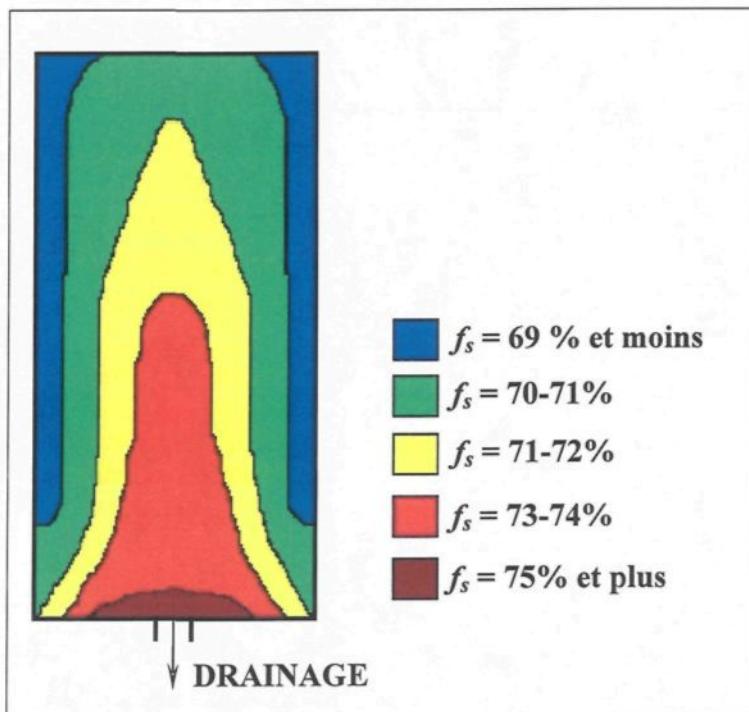


Figure 50: Reconstruction de la répartition des fractions solides obtenue à partir d'analyses métallographiques

Expérimentations avec la pâte de tomates

Des tests ont été effectués avec de la pâte de tomates pour observer le comportement de l'appareil sans contraintes thermiques. Ce fluide consistant en un mélange semi-solide de particules de tomates et d'eau liquide, comporte les mêmes caractéristiques non-newtoniennes que celles de l'alliage A356 semi-solide. C'est-à-dire qu'ils sont tous deux thixotropiques et rhéofluidifiants. L'avantage de remplacer la pâte d'alliage semi-solide par la pâte de tomates est que les résultats négligent le paramètre de la température. Le fait que le lopin d'aluminium semi-solide est à une température d'environ 575°C et en cours de solidification a un impact important sur la signature de la force appliquée comme en témoigne les constats suivants.

Les résultats obtenus ont été réalisés à deux vitesses de coupe différentes et avec deux accessoires de coupe; la lame et le fil. Ils sont présentés à la Figure 51. Comparativement à la signature typique de la coupe d'un lopin semi-solide, la présence de pics de force appliquée est absente. La structure de la pâte d'alliage semi-solide serait donc responsable de la présence des pics mais ceci ne peut être affirmé de façon définitive car la force appliquée pour couper la pâte est d'au moins un ordre de grandeur inférieur à la force appliquée pour l'aluminium semi-solide. Avec cette faible résistance, l'effet de la vitesse de coupe est nul parce que l'appareil garde toujours une vitesse constante et que l'impact survenant au contact de l'accessoire de coupe et la pâte de tomates est très faible. Des essais avec du beurre ayant une résistance similaire à celle de la pâte d'aluminium semi-solide ont permis de déterminer que le deuxième pic était inexistant.

Une faible augmentation de la force appliquée avec le fil est perceptible. Une explication plausible est qu'il y ait une agglomération progressive des particules de la pâte de tomates sur le fil. Ce phénomène ne s'observe pas avec l'emploi de la lame probablement parce qu'elle a été enduite d'un lubrifiant de nitrule de bore empêchant les particules d'y adhérer.

Un autre objectif des essais avec la pâte de tomates était de déterminer s'il y avait une différence d'amplitude entre l'utilisation de la lame ou du fil. Contrairement à la différence marquée lors des essais avec l'alliage semi-solide, ceux de la pâte de tomates sont similaires. Sauf à une vitesse de coupe de 70 mm/s où l'utilisation de la lame a fourni des résultats légèrement plus élevés que ceux avec le fil. À plus basse vitesse de coupe, soit 10 mm/s, les deux mesures s'entrecroisent.

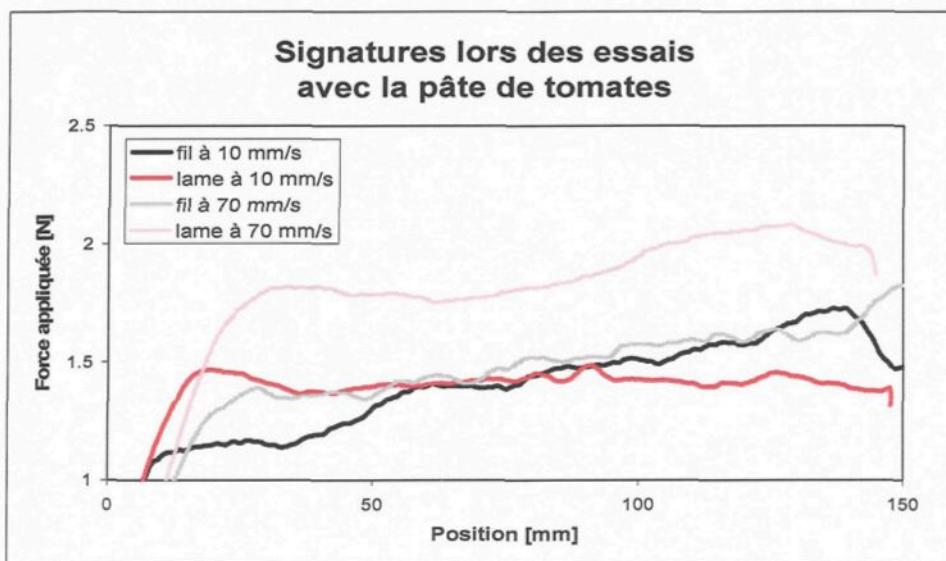


Figure 51: Signatures mesurées lors des essais avec la pâte de tomates

En résumé, le premier pic de la signature de la force appliquée semble être causé par plusieurs facteurs. Le premier est le choc thermique entre l'accessoire de coupe et la pâte semi-solide. Le second est l'impact entre l'accessoire de coupe et la pâte semi-solide causé par la vitesse de l'accessoire de coupe. Plus la vitesse sera élevée, plus l'impact sera intense et plus la force mesurée sera élevée. Quant au deuxième pic, il semble être causé par un effet d'action-réaction du système d'entraînement influençant sur la perception de la force appliquée, combiné à un affaissement du dessus du lopin. Également, la portion constante dans le milieu de la signature est l'équilibre atteint pour couper le lopin par le coupe-lopin. L'augmentation finale est une hausse de la fraction solide.

5.1 Description des résultats obtenus

Les prochains résultats présentés sont ceux en relation avec le système de contrôle de qualité des lopins. Les différents graphiques et tableaux des prochaines sections tentent de comparer les résultats obtenus en perturbant les conditions conformes du procédé SEED. Sur les graphiques, la zone en bleu est l'intervalle de confiance des essais effectuée selon les conditions conformes. La ligne en rouge est la moyenne des signatures mesurées pour les essais dont un paramètre a été perturbé. Également, les différentes microstructures obtenues suite à une perturbation des paramètres du procédé seront comparées avec celle des conditions conformes. Les microstructures présentées dans ce document sont une micrographie représentative des échantillons sélectionnés selon la Figure 35. La Figure 52

montre la microstructure typique d'un lopin produit sous les conditions conformes. La morphologie des grains de ces lopins est uniforme et composé de globules et de rosettes.

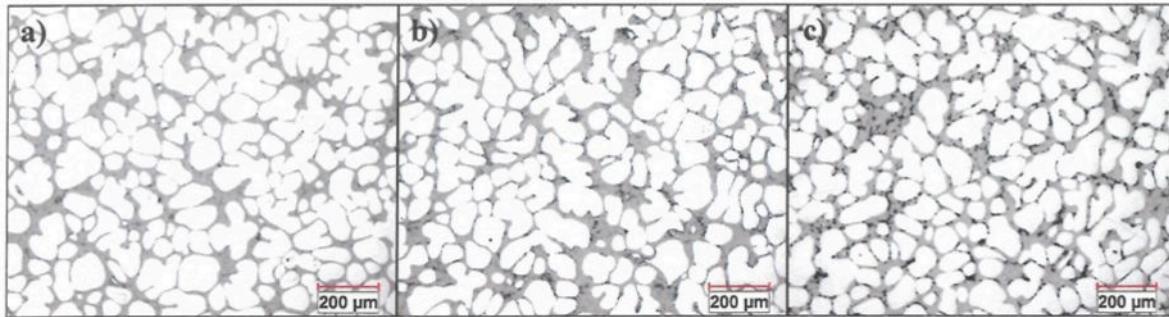


Figure 52: Microstructures typiques d'un lopin fabriqué selon les conditions conformes situés à a) 15 mm
b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

Quelques résultats ont été regroupés dans les tableaux suivants. Le Tableau 7 énumère les fractions solides des différents échantillons des lopins. Il y a une forte tendance à ce que la fraction solide dans la partie supérieure du lopin soit moindre que dans le reste du lopin et ce pour l'ensemble des essais réalisés dans cette étude. Ceci confirme l'effet du drainage sur la répartition de la phase liquide dans le lopin comme mentionné précédemment et illustré à la Figure 50. Par contre, il serait dangereux d'aboutir à d'autres conclusions avec ces résultats parce que les fractions solides du Tableau 7 ne sont pas les fractions solides réelles des lopins lors des essais qui étaient estimées à environ 50%. En effet, la trempe utilisée lors des essais expérimentaux permet une certaine évolution de la microstructure. Le Tableau 8 dresse le bilan des rapports de forme obtenus par analyse d'images. Il est à préciser que malgré les faibles écarts de ces valeurs, la moindre variation est significative. En raison de la nature de la microstructure de l'alliage A356 semi-solide, établir la différence entre une structure globulaire et dendritique n'est

pas aisée par analyse d'images. Le rapport de forme, décrit à la section « Procédure de métallographie », s'est révélé le meilleur outil. Une hausse de la moyenne de ce rapport signifie des grains plus allongés ou difformes. De plus, une hausse de l'écart-type signifie également une plus grande part de grains non-circulaires dans un échantillon. Une analyse visuelle de la microstructure est donc complémentaire pour bien interpréter ces résultats.

Tableau 7: Fraction solide à différents endroits du lopin selon diverses conditions expérimentales

| Paramètre perturbé | Fraction solide [%] | | |
|----------------------------------|----------------------------|-------|--------|
| | 15 mm | 60 mm | 100 mm |
| Conditions conformes | 67 | 70 | 69 |
| $M_{coulée} = 2,0 \text{ kg}$ | 67 | 67 | 70 |
| $M_{coulée} = 2,1 \text{ kg}$ | 68 | 70 | 70 |
| $M_{coulée} = 2,4 \text{ kg}$ | 67 | 70 | 70 |
| $T_{creuset} = 35^\circ\text{C}$ | 69 | 71 | 71 |
| $T_{creuset} = 45^\circ\text{C}$ | 68 | 71 | 70 |
| $T_{coulée} = 630^\circ\text{C}$ | 63 | 70 | 71 |
| $T_{coulée} = 655^\circ\text{C}$ | 69 | 70 | 70 |
| $T_{coulée} = 665^\circ\text{C}$ | 67 | 68 | 69 |
| $E_{Micawash} = 30 \mu\text{m}$ | 70 | 71 | 71 |
| $E_{Micawash} = 90 \mu\text{m}$ | 69 | 71 | 71 |

Tableau 8: Rapport de forme à différents endroits du lopin selon diverses conditions expérimentales

| Paramètre perturbé | Rapport de forme | | |
|----------------------------------|-------------------------|---------------|---------------|
| | 15 mm | 60 mm | 100 mm |
| Conditions conformes | $1,6 \pm 0,5$ | $1,6 \pm 0,6$ | $1,6 \pm 0,5$ |
| $M_{coulée} = 2,0 \text{ kg}$ | $1,6 \pm 0,5$ | $1,6 \pm 0,5$ | $1,6 \pm 0,6$ |
| $M_{coulée} = 2,1 \text{ kg}$ | $1,6 \pm 0,6$ | $1,6 \pm 0,7$ | $1,6 \pm 0,6$ |
| $M_{coulée} = 2,4 \text{ kg}$ | $1,6 \pm 0,5$ | $1,6 \pm 0,5$ | $1,6 \pm 0,5$ |
| $T_{creuset} = 35^\circ\text{C}$ | $1,6 \pm 0,5$ | $1,6 \pm 0,6$ | $1,6 \pm 0,6$ |
| $T_{creuset} = 45^\circ\text{C}$ | $1,6 \pm 0,5$ | $1,6 \pm 0,5$ | $1,6 \pm 0,5$ |
| $T_{coulée} = 630^\circ\text{C}$ | $1,6 \pm 0,6$ | $1,6 \pm 0,6$ | $1,6 \pm 0,6$ |
| $T_{coulée} = 655^\circ\text{C}$ | $1,7 \pm 0,6$ | $1,7 \pm 0,7$ | $1,7 \pm 0,7$ |
| $T_{coulée} = 665^\circ\text{C}$ | $1,7 \pm 0,5$ | $1,7 \pm 0,6$ | $1,7 \pm 0,6$ |
| $E_{Micawash} = 30 \mu\text{m}$ | $1,6 \pm 0,5$ | $1,6 \pm 0,5$ | $1,6 \pm 0,5$ |
| $E_{Micawash} = 90 \mu\text{m}$ | $1,7 \pm 0,6$ | $1,7 \pm 0,6$ | $1,7 \pm 0,6$ |

Dans les prochaines sections, les résultats sont regroupés selon le paramètre perturbé et chaque paramètre comporte plusieurs perturbations. De plus, à l'annexe I, ces

mêmes résultats sont comparés les uns aux autres en fonction des types de mesures. Les micrographies y sont aussi rassemblées.

5.2 Effet du changement de la température de coulée

Pour cette partie, le procédé SEED a été modifié en changeant la température de coulée par rapport à la température conforme de 645°C. Ainsi, les températures de coulée de 630, 665 et 655°C ont été utilisées.

665 °C

La signature de la température mesurée à 127 mm de hauteur sur la surface du creuset demeure dans l'intervalle de confiance des conditions conformes, Figure 53. Par contre, la signature de la température mesurée à 63 mm de hauteur pendant le procédé SEED est supérieure de l'intervalle de confiance comme montré à la Figure 54. Ceci s'explique bien par le fait que la température de l'alliage au départ est supérieure. Il est à noter que la présence de bruit lors de la montée en température de la zone bleue à la Figure 54 est due au décollement de ce thermocouple lors de la coulée. Cette observation s'applique à tous les autres paramètres perturbés. La quantité de métal drainée est nettement supérieure aux conditions conformes, Figure 55. La génération de moins de germes lors de la coulée causée par une température plus élevée à la coulée pourrait expliquer la plus grande quantité de liquide retirée lors du drainage. Comme démontré à la Figure 56, la force appliquée pour trancher le lopin est supérieure à l'intervalle de confiance qui est due à la structure composée de dendrites et de rosettes comme en

témoigne les rapports de formes ayant une moyenne de un dixième de plus que les conditions conformes, Tableau 8 , et plus particulièrement l'analyse visuelle, Figure 57.

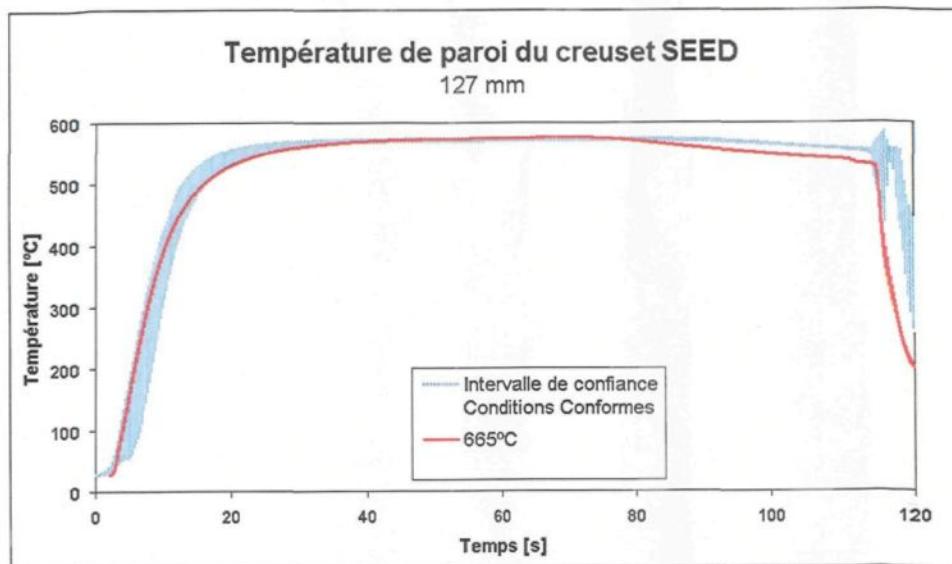


Figure 53: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une température de coulée de 665°C

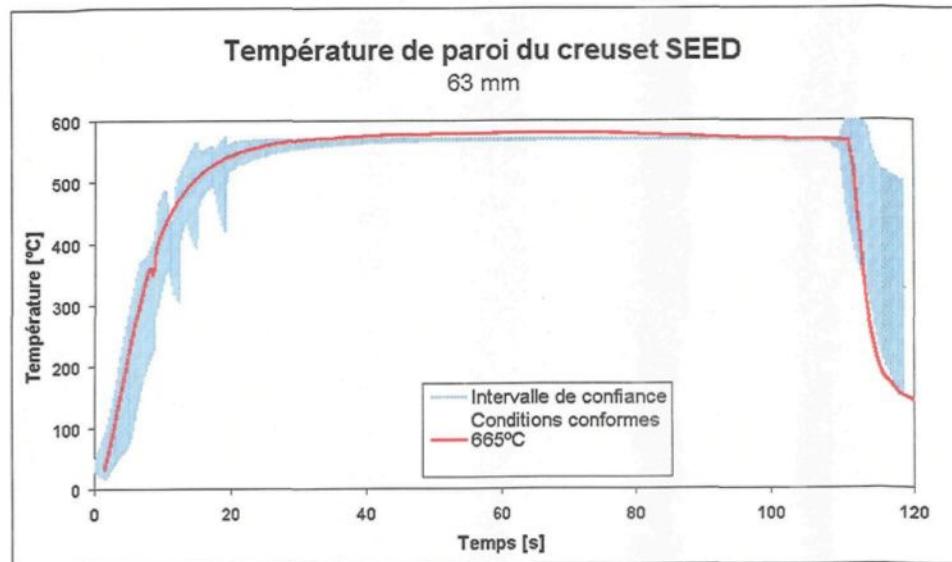


Figure 54: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une température de coulée de 665°C

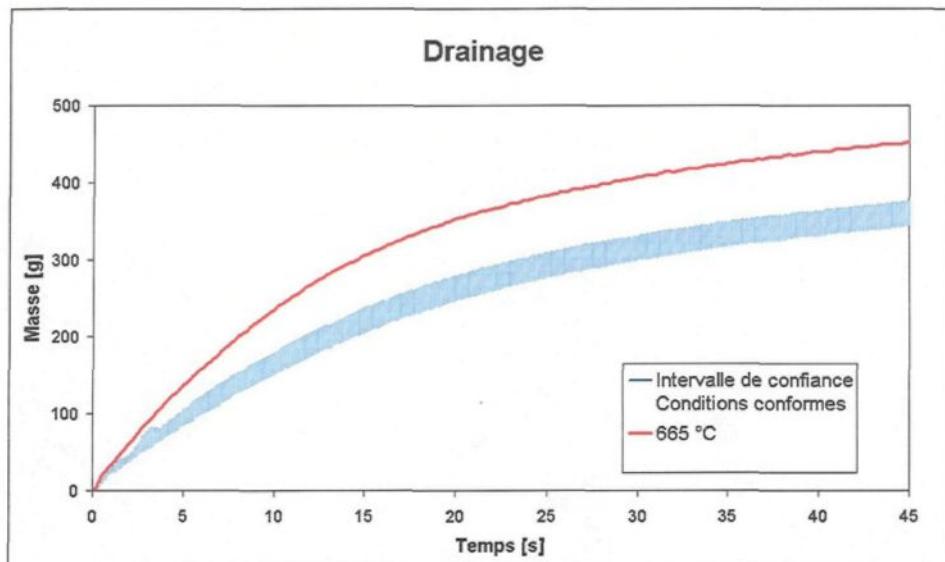


Figure 55: Signature de la masse de métal drainée pour une température de coulée de 665°C

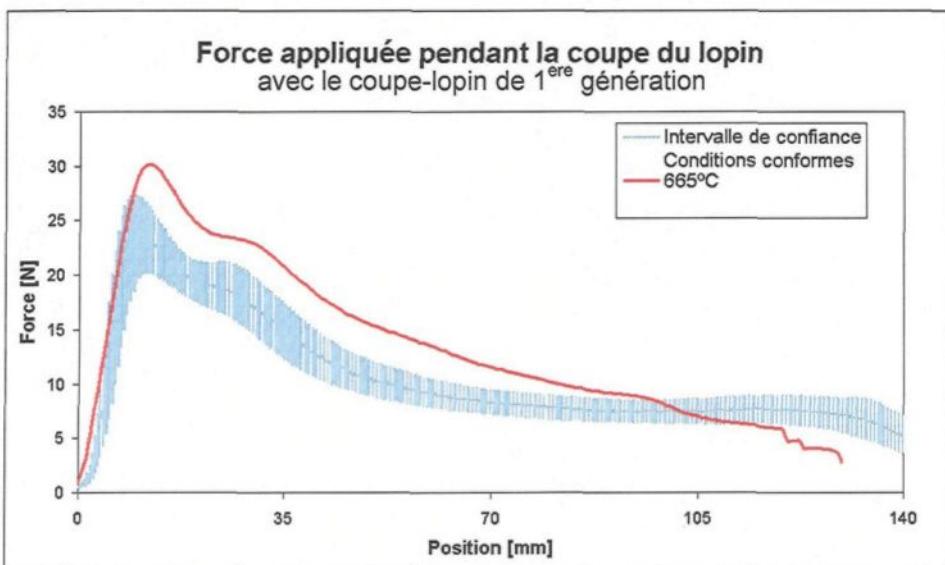


Figure 56: Signature de la force appliquée pour une température de coulée de 665°C

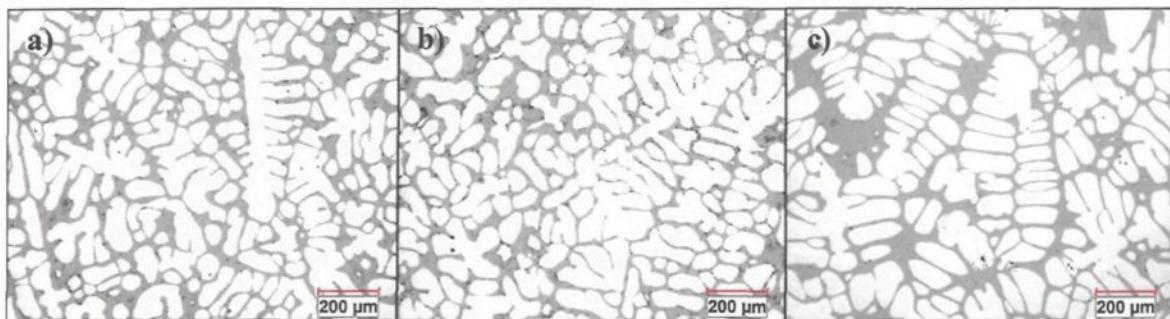


Figure 57: Microstructures typiques d'un lopin pour une température de coulée de 665°C situés à a) 15 mm
b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

630°C

La signature de la température à 127 mm de hauteur est inférieure à l'intervalle de confiance ainsi que celle à 63 mm, Figure 58 et Figure 59 respectivement. Une température de coulée moindre est à l'origine de ces mesures. Le métal drainé est similaire aux conditions conformes, Figure 60. La force appliquée demeure dans l'intervalle de confiance pour les essais effectués avec le coupe-lopin de 1^{ère} génération, Figure 61. Cette similarité est due à une microstructure semblable comme en témoigne les rapports de formes au Tableau 8. Par contre, la signature est hors de l'intervalle de confiance avec celui de 2^e génération, Figure 62, révélant une structure un peu plus globulaire que celle des conditions conformes suite à l'analyse visuelle, Figure 63.

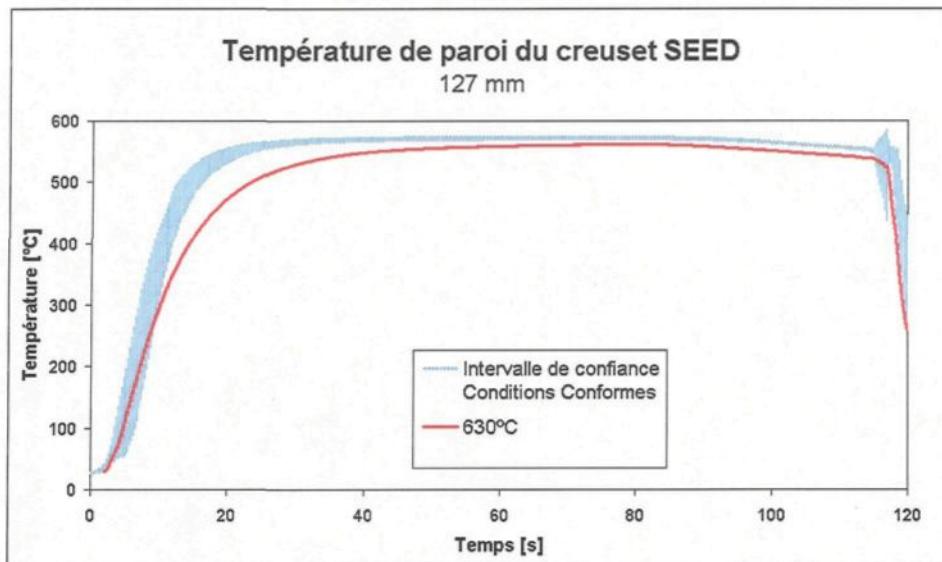


Figure 58: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une température de coulée de 630°C

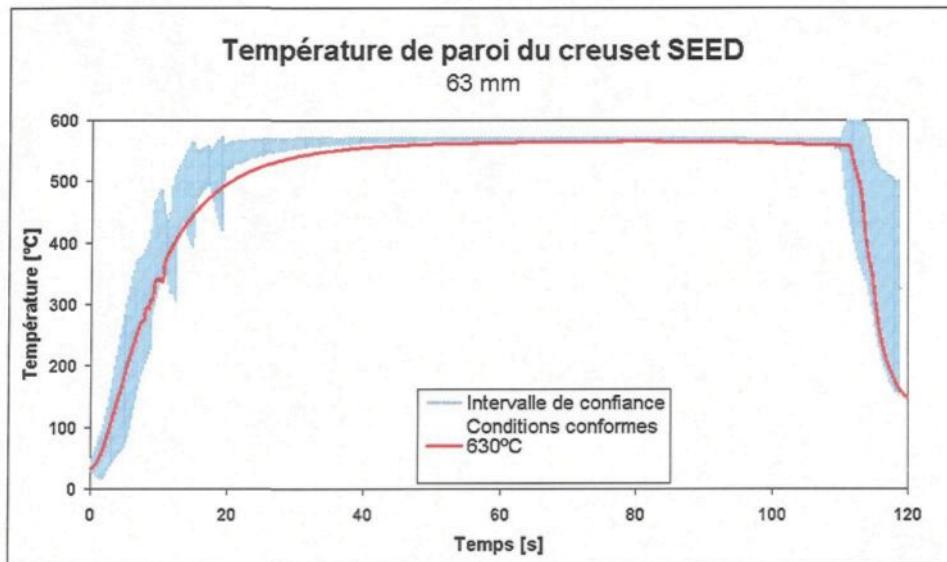


Figure 59: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une température de coulée de 630°C

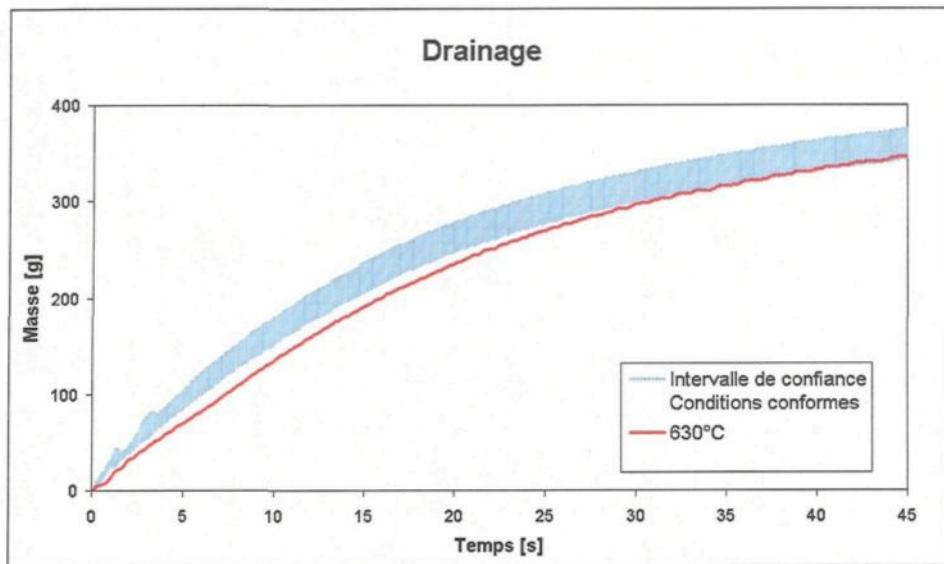


Figure 60: Signature de la masse de métal drainée pour une température de coulée de 630°C

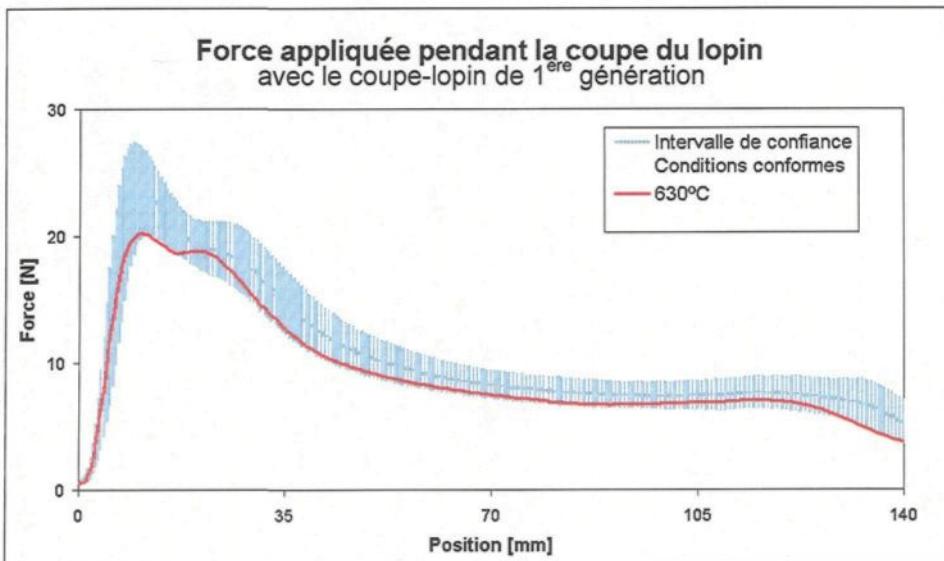


Figure 61: Signature de la force appliquée pour une température de coulée de 630°C (coupe-lopin de 1^{ère} génération)

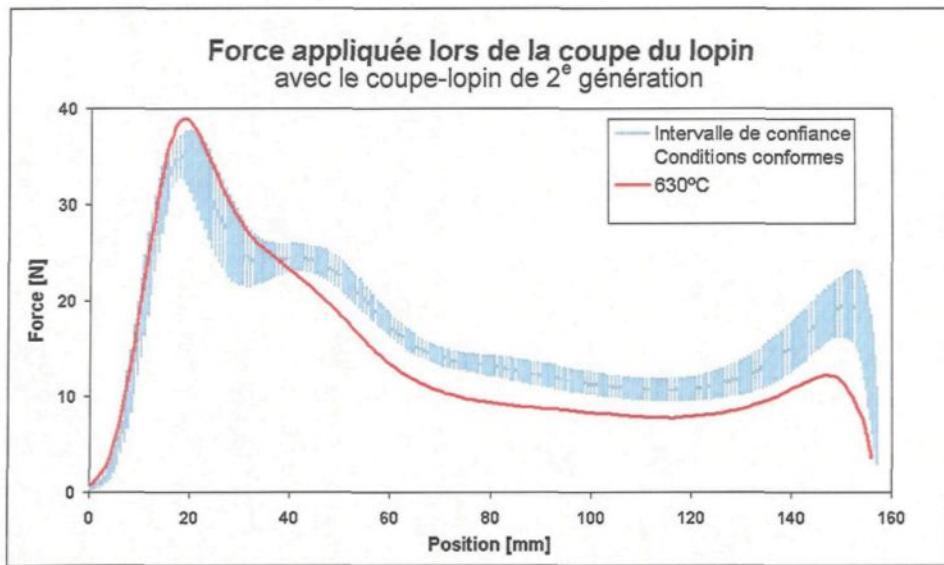


Figure 62: Signature de la force appliquée pour une température de coulée de 630°C (coupe-lopin de 2^e génération)

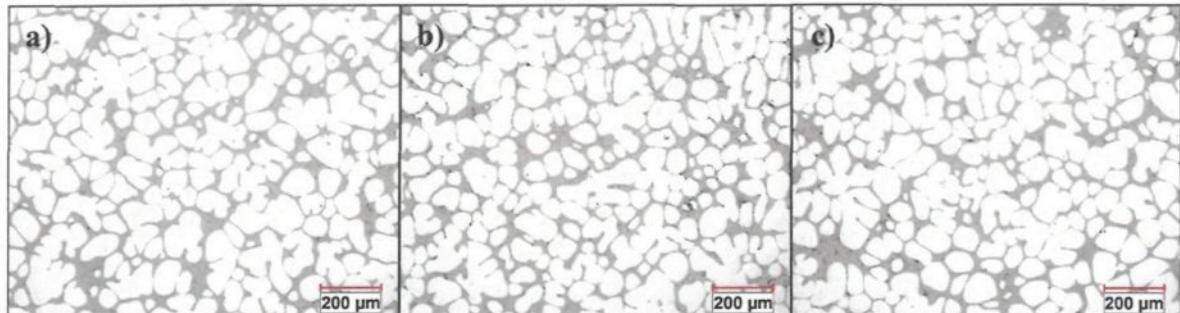


Figure 63: Microstructures typiques d'un lopin pour une température de coulée de 630°C situés à a) 15 mm
b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

655°C

L'exécution de tests à cette température de coulée était pour vérifier la résolution du système de contrôle. La température de coulée était donc fixée à 10°C supérieur à celle des conditions conformes. La signature de la température à la surface du creuset située à 127 mm de hauteur ne sera pas considérée parce que lors des essais, le thermocouple donnait une mauvaise lecture. Pour sa part, la signature de la température du creuset située

à 63 mm sort au-dessus des limites de l'intervalle de confiance des conditions conformes, Figure 64. Cette lecture supérieure s'explique par la température de l'alliage lors de la coulée qui était supérieure. La signature de la masse de métal liquide drainée est également supérieure à l'intervalle de confiance, Figure 65. La génération de moins de germes lors de la coulée causée par une température plus élevée à la coulée explique la plus grande quantité de liquide retirée lors du drainage. La signature de la force se situe au-dessus de l'intervalle de confiance, Figure 66, parce que la microstructure est en majoritairement composée de dendrites dégénérées et de rosettes comme montré à la Figure 67. Également, les rapports de formes du Tableau 8 sont de un dixième supérieur aux conditions conformes.

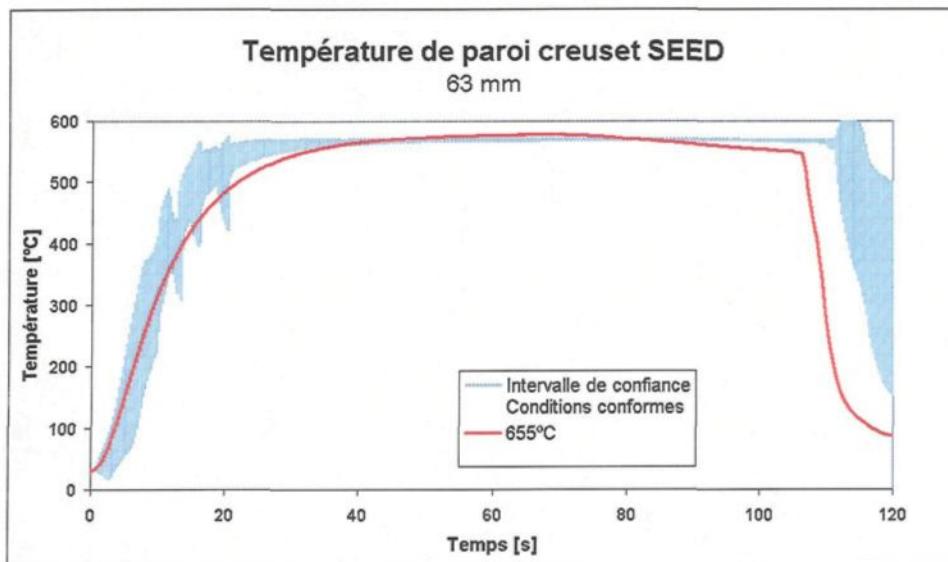


Figure 64: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une température de coulée de 655°C

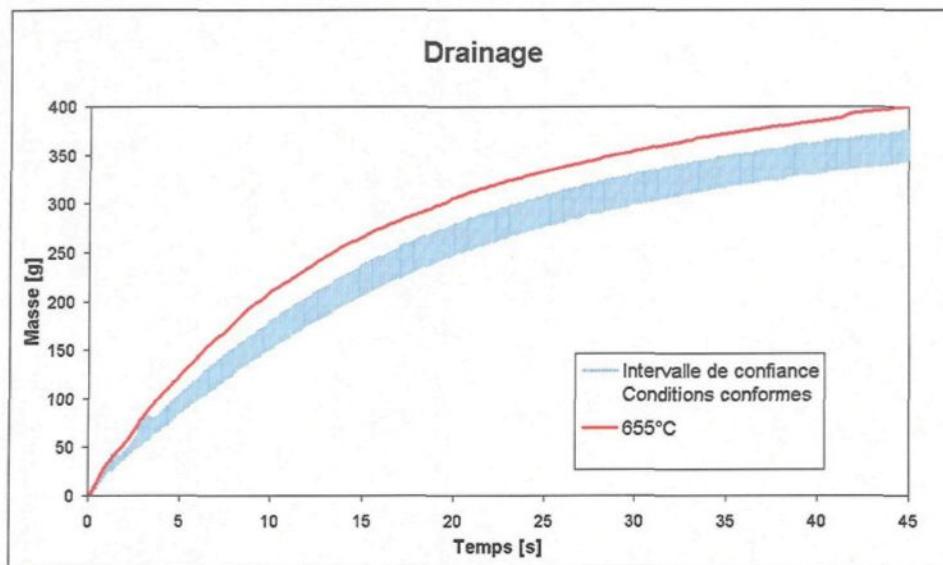


Figure 65: Signature de la masse de métal drainée pour une température de coulée de 655°C

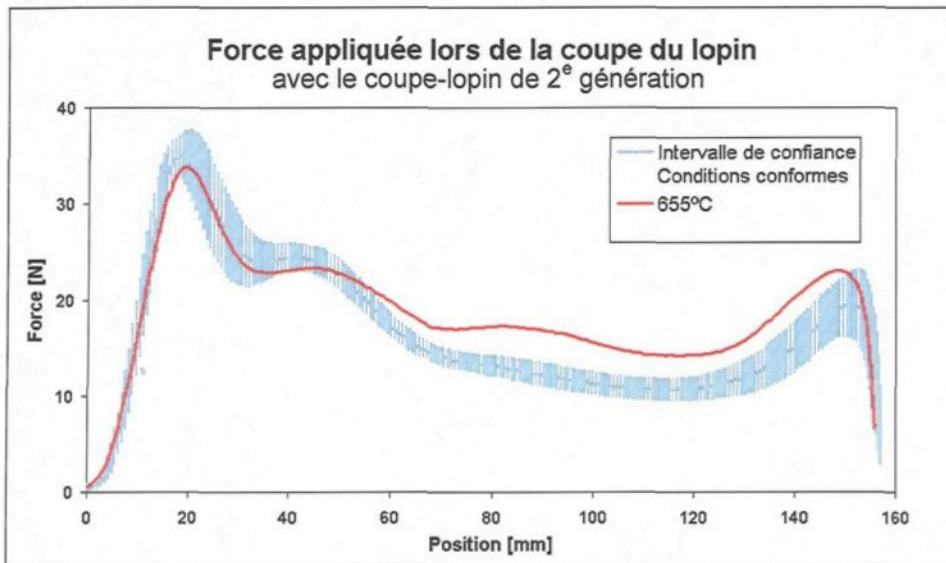


Figure 66: Signature de la force appliquée pour une température de coulée de 655°C (coupe-lopin de 2e génération)

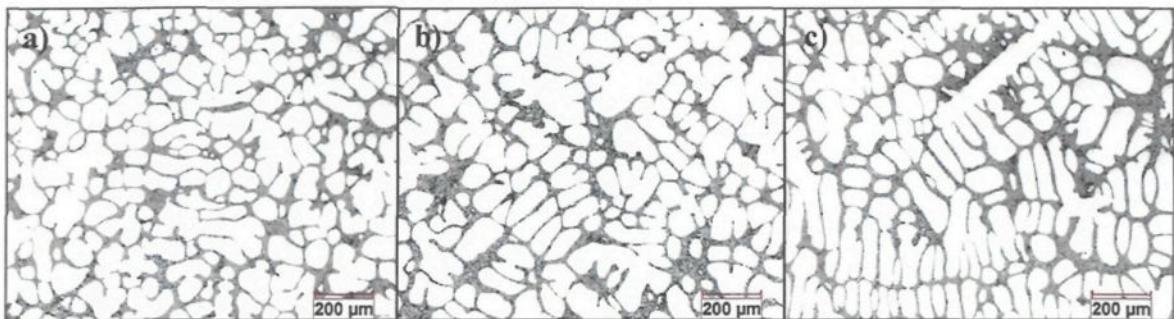


Figure 67: Microstructures typiques d'un lopin pour une température de coulée de 655°C situés à a) 15 mm
b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

5.3 Effet du changement de la quantité d'alliage d'aluminium A356

Pour cette série d'expérimentations, le procédé SEED a été modifié en versant une quantité d'alliage d'aluminium A356 différente du 2,2 kg conforme. Les masses de métal utilisées ont été 2,4, 2,1 et 2,0 kg.

2,4 kg

La signature de la température à la surface du creuset à 127 mm de hauteur est dans l'intervalle de confiance des conditions conformes contrairement à celle de la mesure à 63 mm qui est supérieure à l'intervalle de confiance, Figure 68 et Figure 69 respectivement. Le fait de verser plus de métal dans le creuset fourni plus d'énergie au système occasionnant une plus haute température du creuset. Le drainage est supérieur en quantité, Figure 70, parce qu'il a plus de liquide lors de la coulée. La structure composée de globules et de rosettes est semblable à celle employant les conditions conformes, Figure 73 et Tableau 8 pour les rapports de formes. La signature de la force appliquée est dans la

zone de confiance avec le coupe-lopin de 1^{ere} génération, Figure 71. Par contre, elle est hors de cette zone pour celui de 2^e génération, Figure 72.

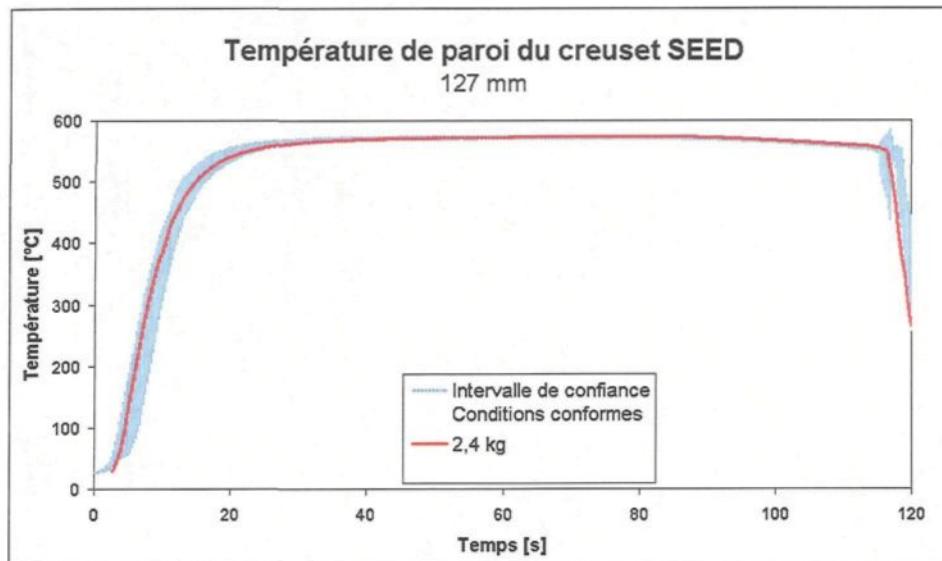


Figure 68: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une masse de métal coulée de 2,4 kg

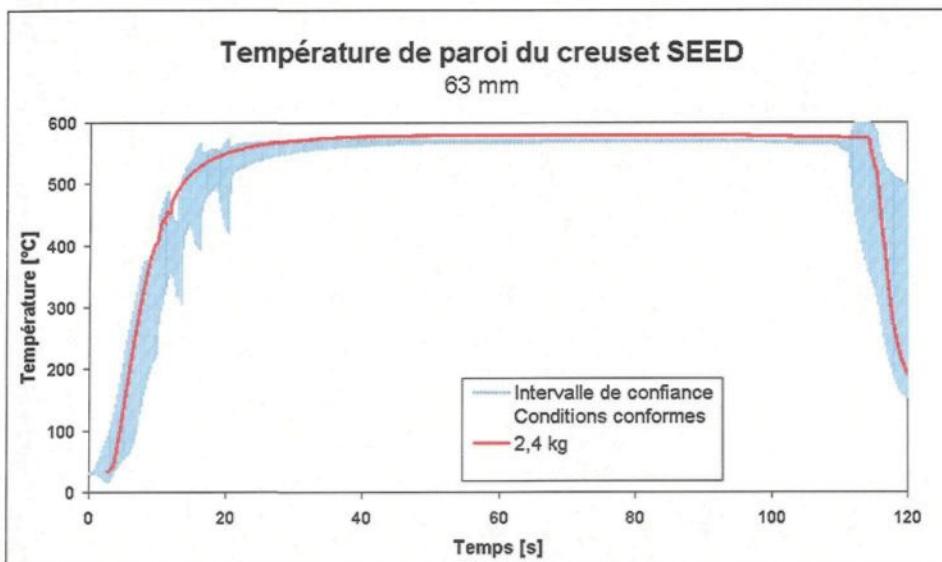


Figure 69: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une masse de métal coulée de 2,4 kg

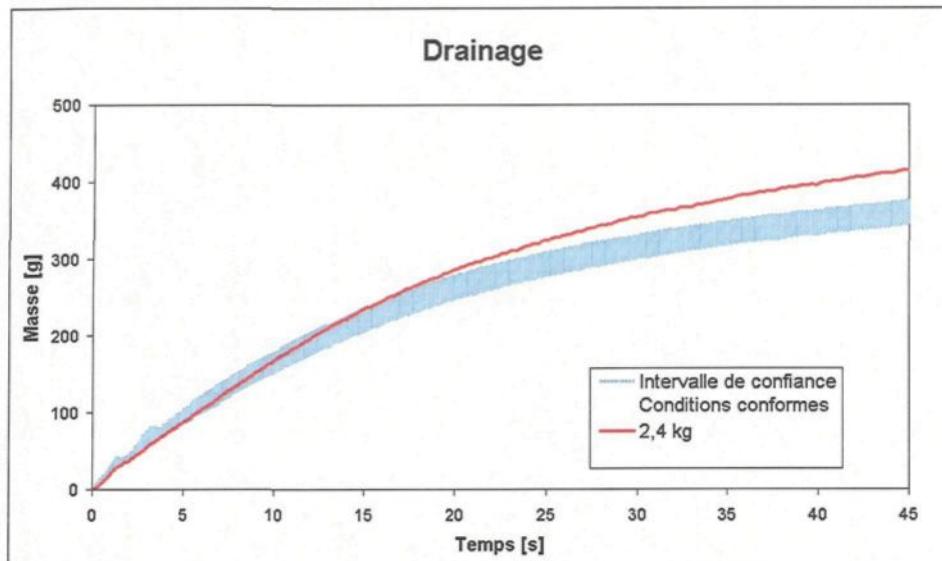


Figure 70: Signature de la masse de métal drainée pour une masse de métal coulée de 2,4 kg

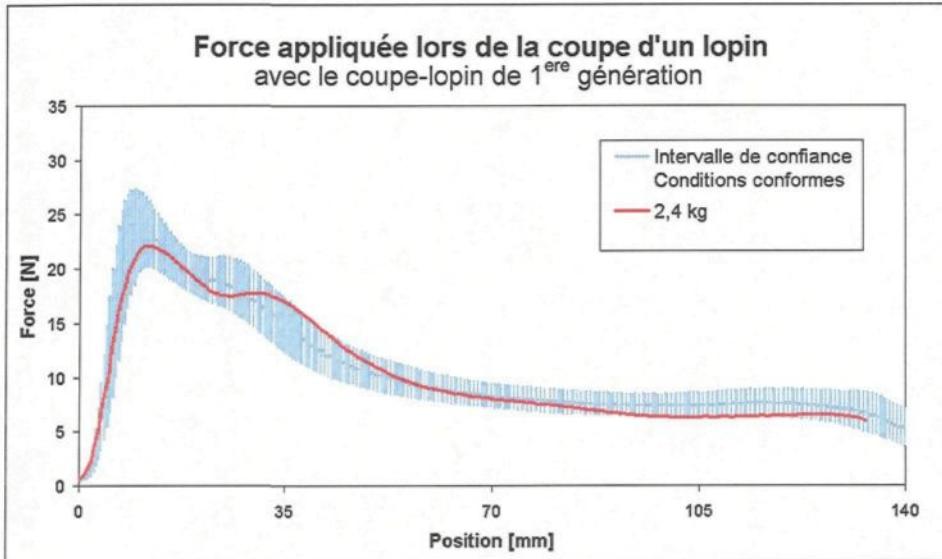


Figure 71: Signature de la force appliquée pour une masse de métal coulée de 2,4 kg (coupe-lopin de 1^{ère} génération)

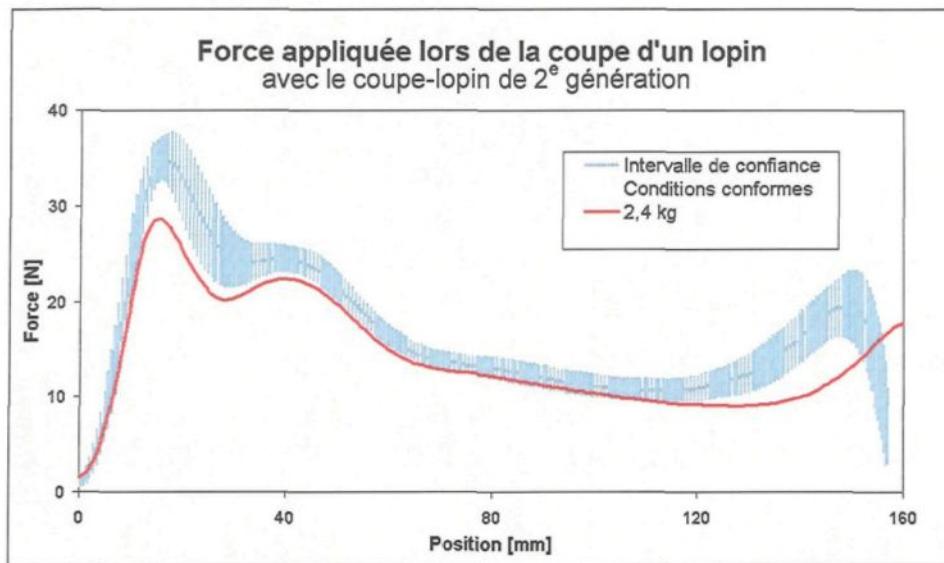


Figure 72: Signature de la force appliquée pour une masse de métal coulée de 2,4 kg (coupe-lopin de 2^e génération)

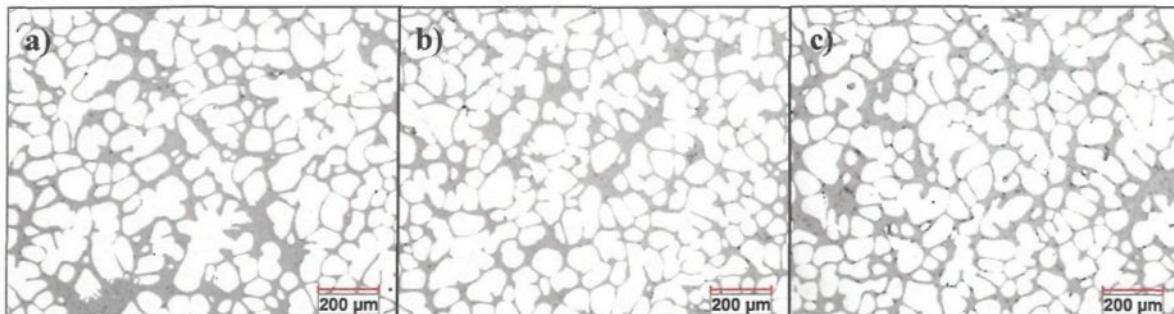


Figure 73: Microstructures typiques d'un lopin pour une masse de métal coulée de 2,4 kg situés à a) 15 mm
b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

2,0 kg

La signature de la température à la surface du creuset situé à 127 mm de hauteur est sous l'intervalle de confiance des conditions conformes, Figure 74. Par contre, celle située à 63 mm est circonscrite dans l'intervalle de confiance, Figure 75. Cette température inférieure détectée est causée par le fait contraire mentionné pour le cas du 2,4 kg. En effet, moins de métal a été utilisé, donc moins d'énergie est fournie au système qui au final

diminue la température de l'équilibre thermique. En utilisant moins de métal, il est logique de penser que la masse de liquide drainée sera moindre et c'est ce qui a été observé comme le montre la Figure 76. La signature de la force appliquée est supérieure à l'intervalle de confiance, Figure 77. La structure composée de rosettes et de dendrites dégénérées est responsable de cet écart. La comparaison des rapports de formes du Tableau 8 ne confirme pas cette microstructure, mais c'est plutôt l'analyse visuelle qui permet de porter cette conclusion, Figure 78. La présence de ces morphologies de grains est probablement due au fait qu'en fournissant moins d'énergie au système, la température d'équilibre pendant le procédé SEED est plus basse et favorise la croissance de ce type de grains. En effet, en ayant une température de métal plus près du solidus, la croissance des grains est plus rapide accentuant ainsi le risque de déséquilibre de concentration de soluté favorisant la croissance dendritique.

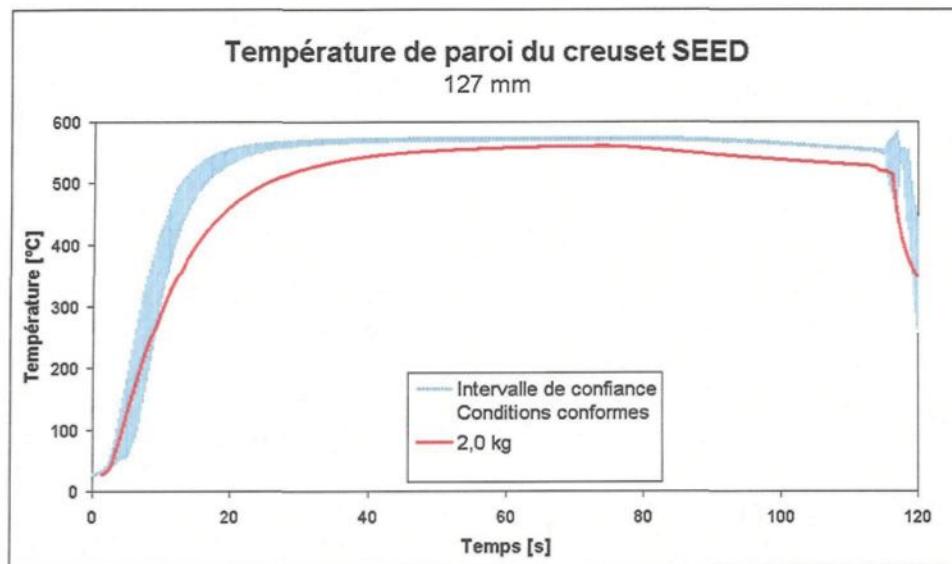


Figure 74: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une masse de métal coulée de 2,0 kg

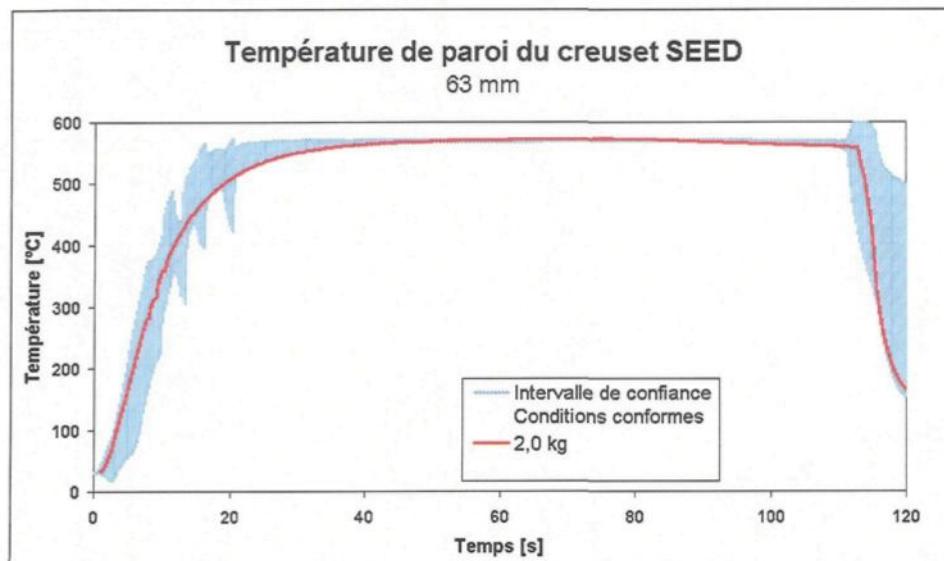


Figure 75: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une masse de métal coulée de 2,0 kg

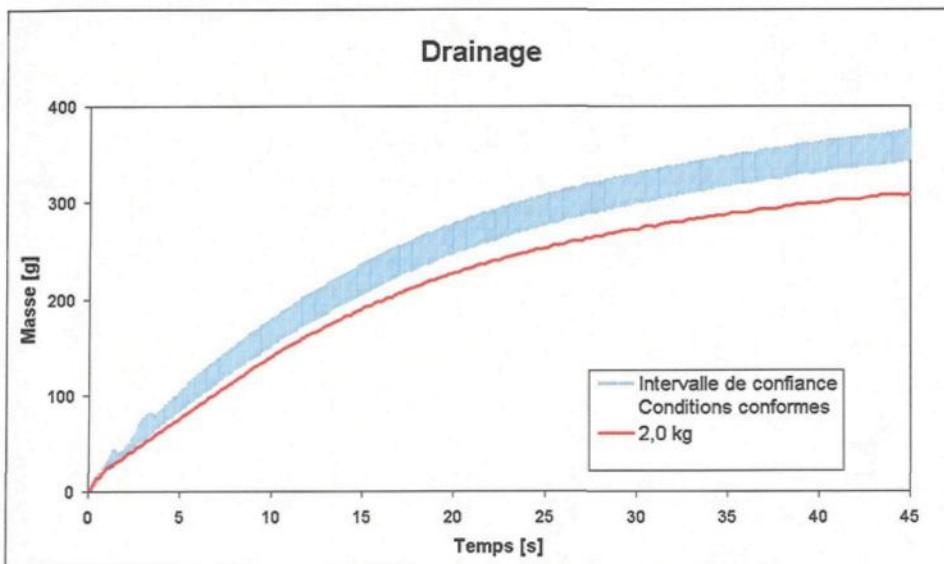


Figure 76: Signature de la masse de métal drainée pour une masse de métal coulée de 2,0 kg

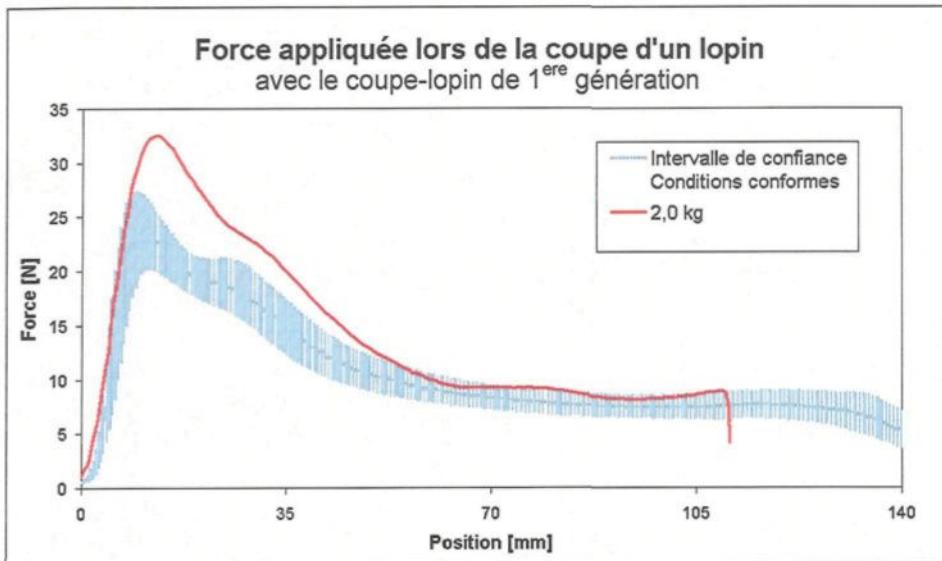


Figure 77: Signature de la force appliquée pour une masse de métal coulée de 2,0 kg

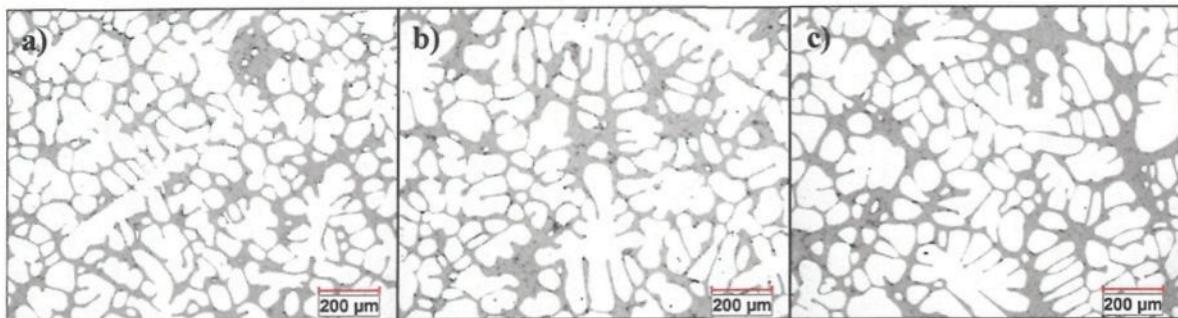


Figure 78: Microstructures typiques d'un lopin pour une masse de métal coulée de 2,0 kg situés à a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

2,1 kg

Cette série d'essais était également pour vérifier la sensibilité du système de contrôle de qualité des lopins. La masse d'alliage coulée était de 100 grammes de moins que pour les conditions conformes. Comme pour un cas précédent, la mesure de la

température sur la surface du creuset à 127 mm de hauteur ne s'est pas bien effectuée et ne sera pas considérée. La signature prise à 63 mm est demeurée dans les limites de l'intervalle de confiance, Figure 79. Le système de contrôle n'a donc pas détecté cette légère baisse d'énergie fournie au procédé. La masse de A356 drainée est moindre que l'intervalle de confiance, Figure 80, probablement due à la coulée de moins de métal que la masse conforme. À la Figure 81, la signature de la force appliquée est à l'intérieur de l'intervalle de confiance sauf pour une faible portion situé à environ 70 mm. La microstructure n'ayant pas terminé son évolution vers celle des conditions conformes, c'est difficile d'expliquer ce comportement. La microstructure typique d'un lopin de ces essais est montrée à la Figure 82. Cette microstructure n'ayant pas atteint le stade des globules peut être interprétée par l'augmentation de l'écart-type des rapports de formes au Tableau 8.

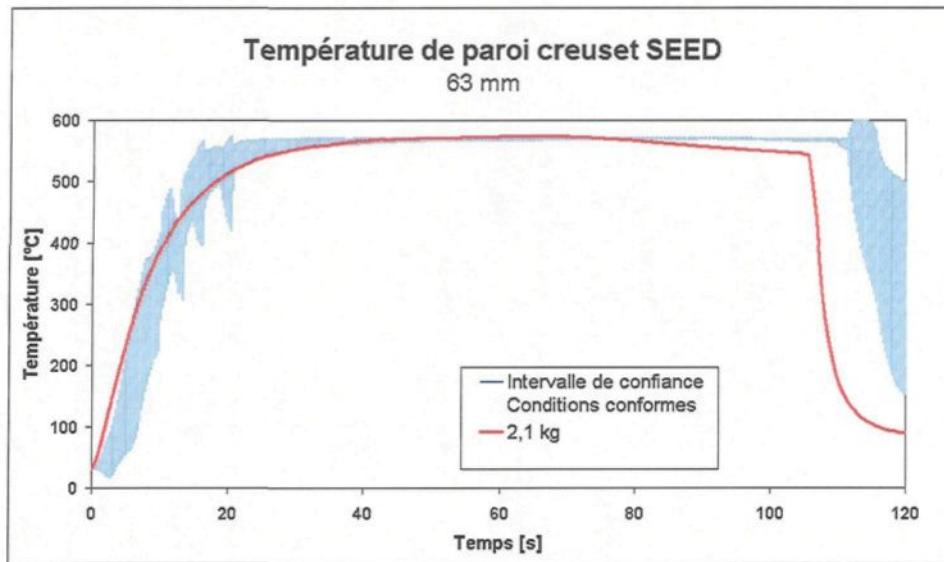


Figure 79: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une masse de métal coulée de 2,1 kg

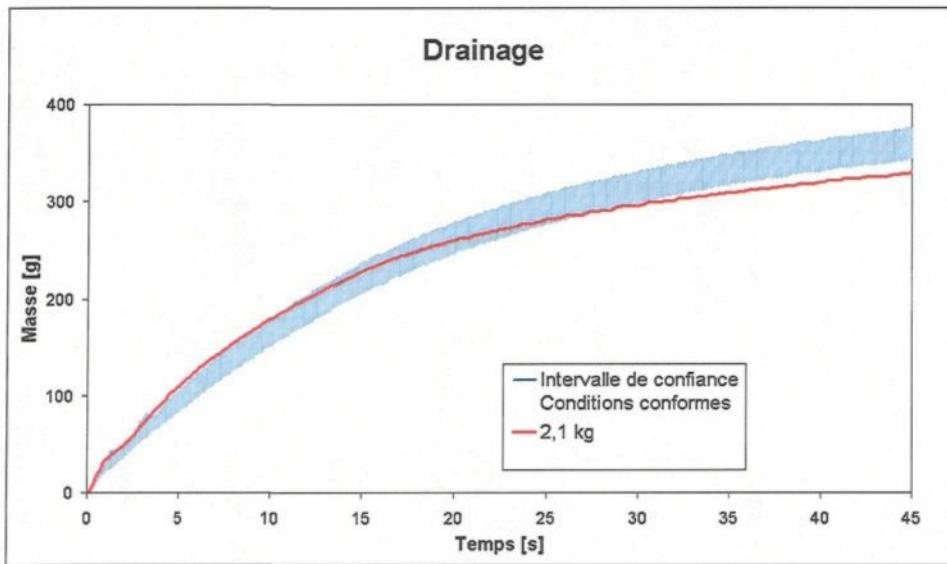


Figure 80: Signature de la masse de métal drainée pour une masse de métal coulée de 2,1 kg

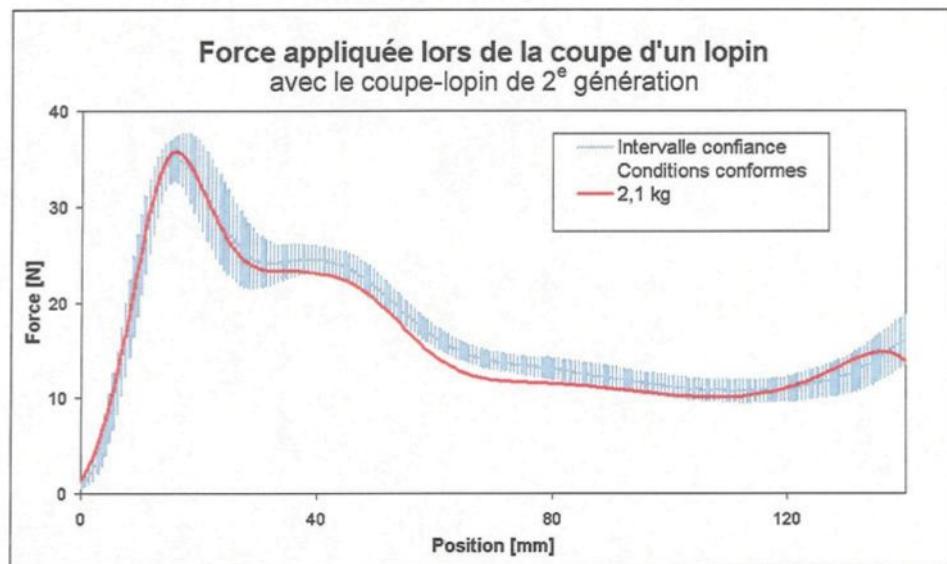


Figure 81: Signature de la force appliquée pour une masse de métal coulée de 2,1 kg (coupe-lopin de 2^e génération)

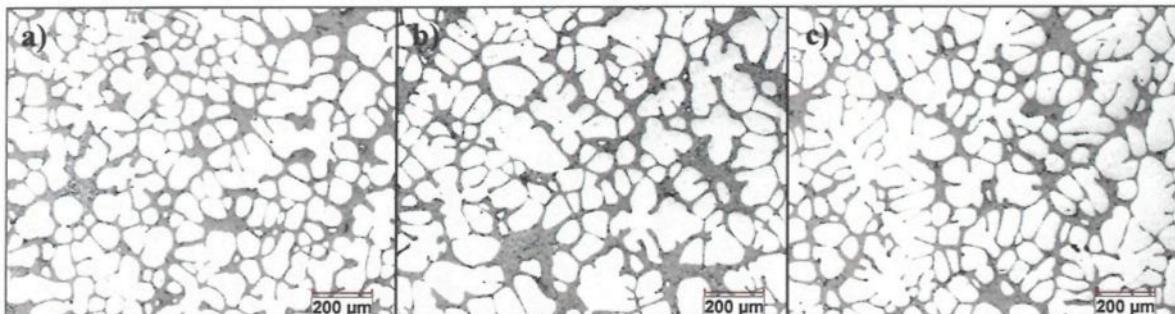


Figure 82: Microstructures typiques d'un lopin pour une masse de métal coulée de 2,1 kg situés à a) 15 mm
b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

5.4 Effet du changement de l'épaisseur du revêtement Micawash

Le procédé SEED a été modifié en changeant l'épaisseur de revêtement Micawash à l'intérieur du creuset. Ce revêtement a pour but de protéger le creuset d'acier contre la réactivité de l'aluminium liquide. De plus, l'épaisseur de revêtement a une influence sur le

transfert de chaleur. Il agit comme une barrière thermique. Les épaisseurs utilisées pour cette étude furent de 90 et 30 μm comparativement à 60 μm .

90 μm

La signature de la température située à 127 mm de hauteur à la surface du creuset est plus basse que l'intervalle de confiance, Figure 83. Par contre, la signature de température à 63 mm demeure dans les limites de l'intervalle de confiance, Figure 84. L'épaisse couche de Micawash agit comme un isolant, il conserve la chaleur à l'intérieur. C'est pourquoi la température mesurée à la surface du creuset est plus basse dans un des cas. Le métal retiré pendant le drainage est similaire aux conditions conformes, Figure 85. La force appliquée pour couper les lopins est supérieure à ceux dans des conditions conformes, Figure 86. La microstructure composée de rosettes et de dendrites dégénérées explique cette augmentation de la force qui est dénotée par l'augmentation de un dixième la moyenne des rapports de formes du Tableau 8 et l'analyse visuelle, Figure 87. La chaleur étant mieux conservée dans le creuset, l'évolution de la microstructure vers les globules est alors ralentie.

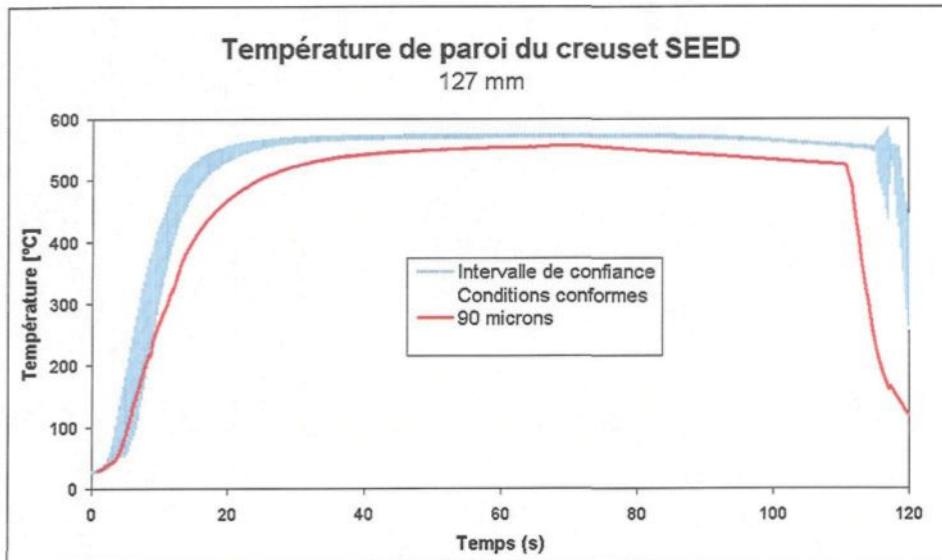


Figure 83: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une épaisseur de revêtement interne de 90µm

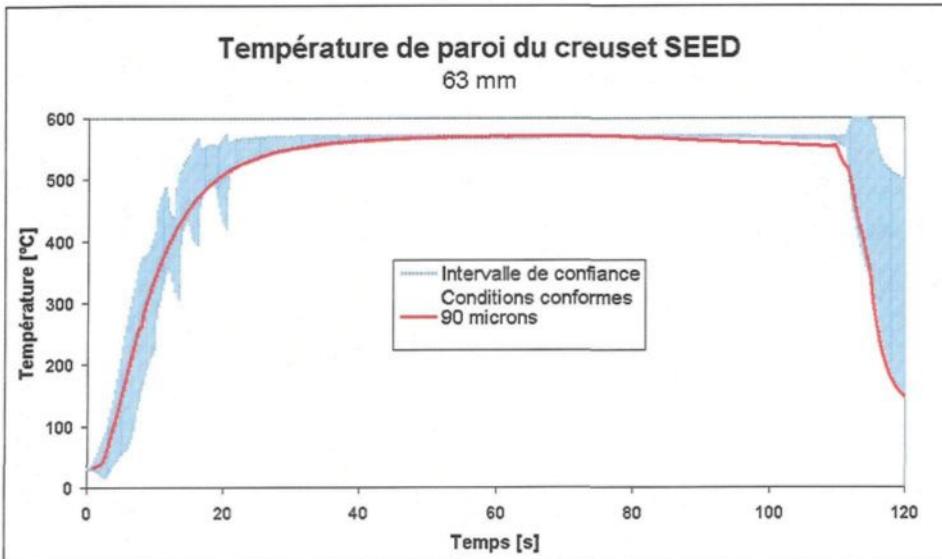


Figure 84: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une épaisseur de revêtement interne de 90µm

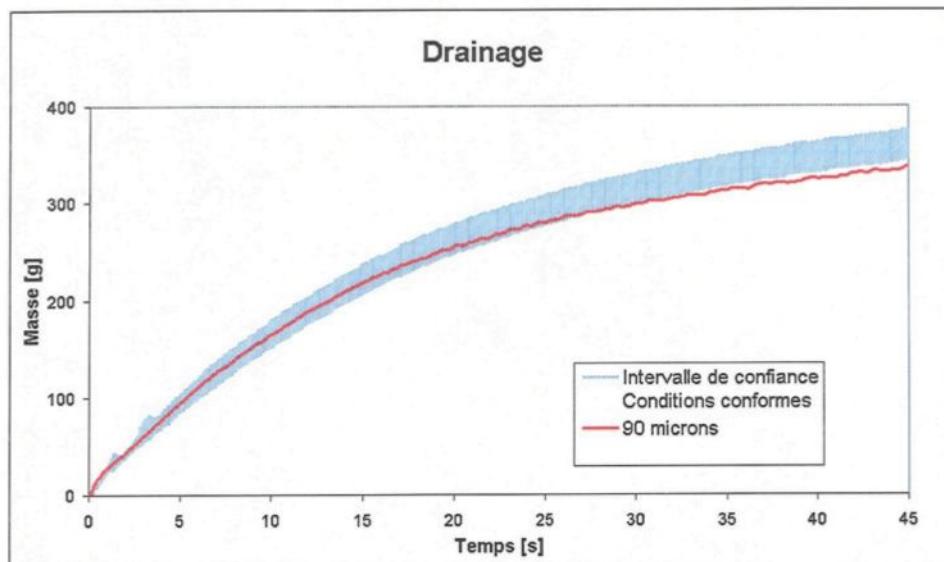


Figure 85: Signature de la masse de métal drainée pour une épaisseur de revêtement interne de 90µm

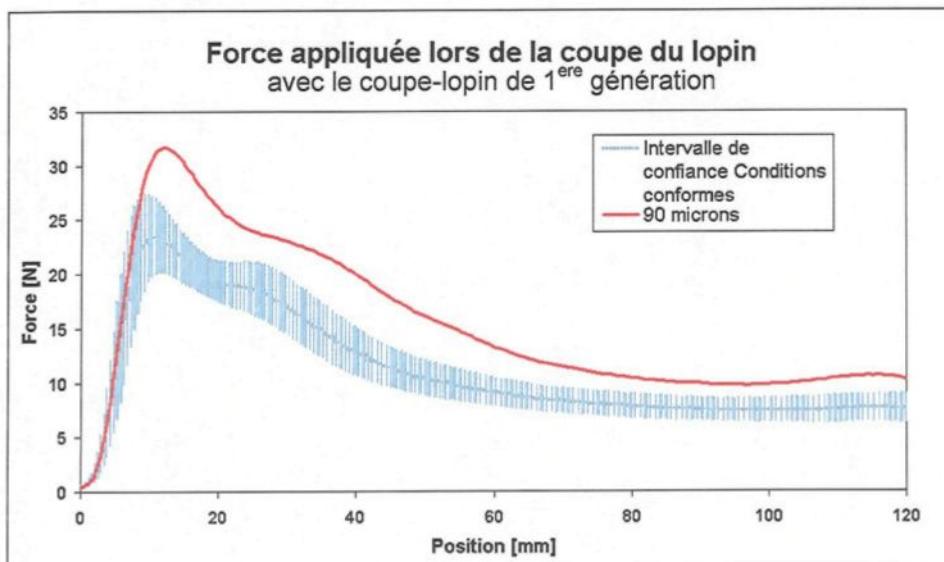


Figure 86: Signature de la force appliquée pour une épaisseur de revêtement interne de 90µm

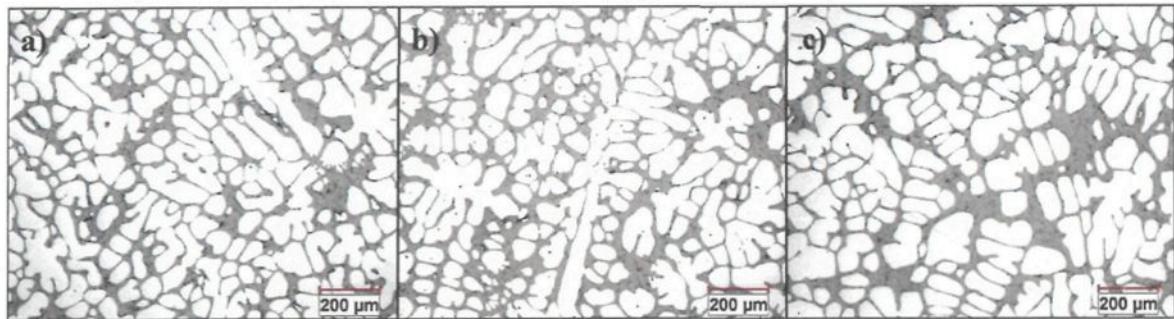


Figure 87: Microstructures typiques d'un lopin pour une épaisseur de revêtement interne de 90 µm situés à
a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

30 µm

L'impact de cette épaisseur de revêtement est négligeable parce que les signatures de température à la surface du creuset sont similaires à l'intervalle de confiance des conditions conformes, Figure 88 et Figure 89. Le drainage est légèrement supérieur, Figure 90. La microstructure composée d'un peu plus de globules, Figure 92, laisse s'écouler plus facilement le liquide lors du drainage. La signature de la force appliquée est dans l'intervalle de confiance, Figure 91, due à la similarité de la microstructure avec celle des conditions conformes comme le laisse croire les rapports de formes similaires au Tableau 8.

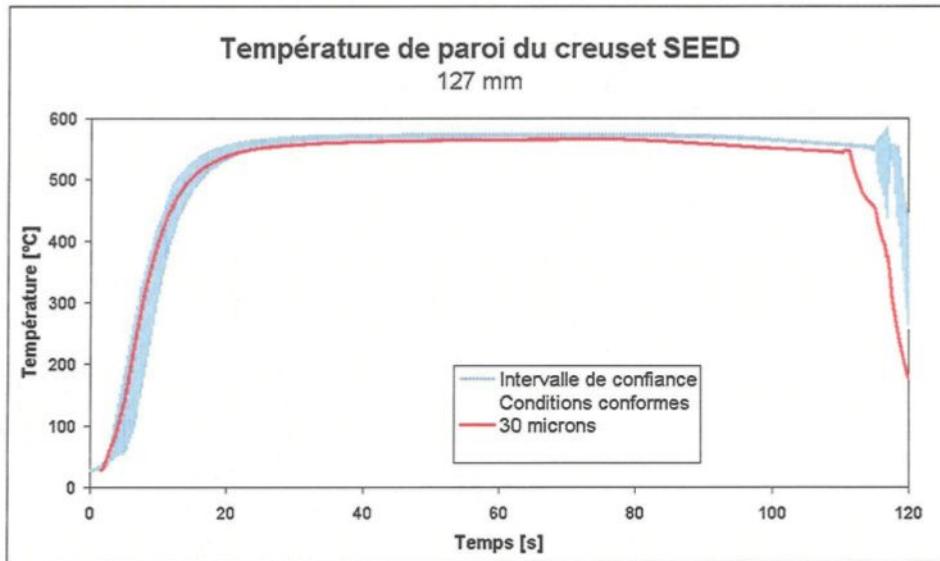


Figure 88: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour une épaisseur de revêtement interne de 30µm

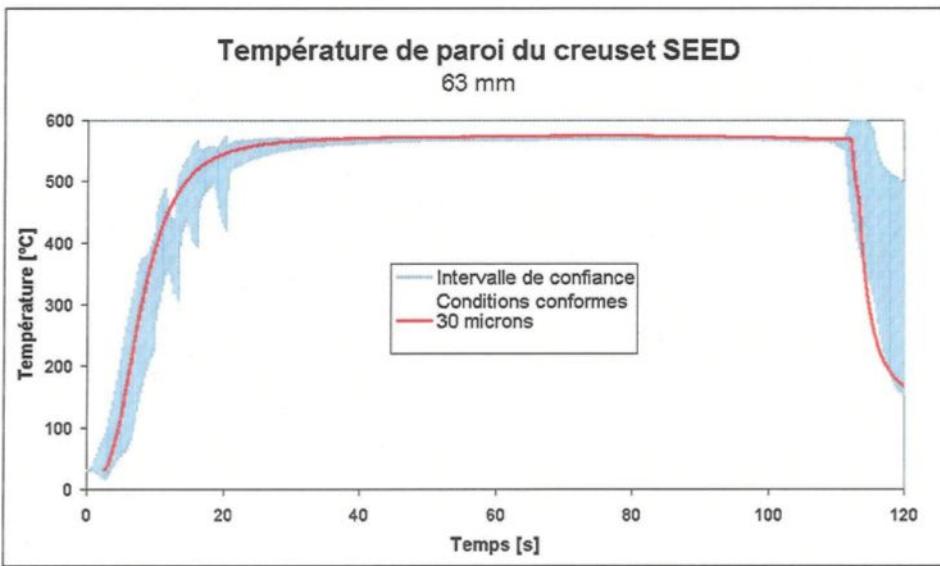


Figure 89: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour une épaisseur de revêtement interne de 30µm

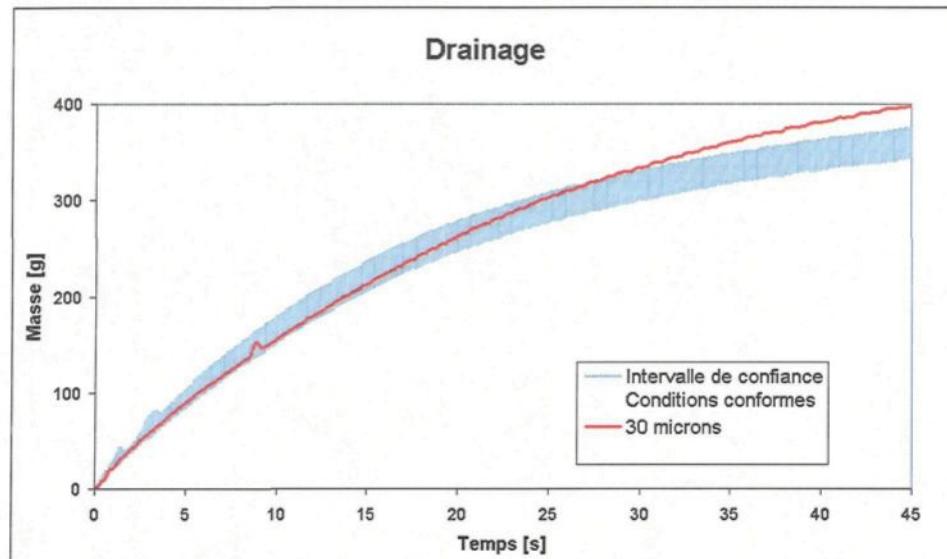


Figure 90: Signature de la masse de métal drainée pour une épaisseur de revêtement interne de 30µm

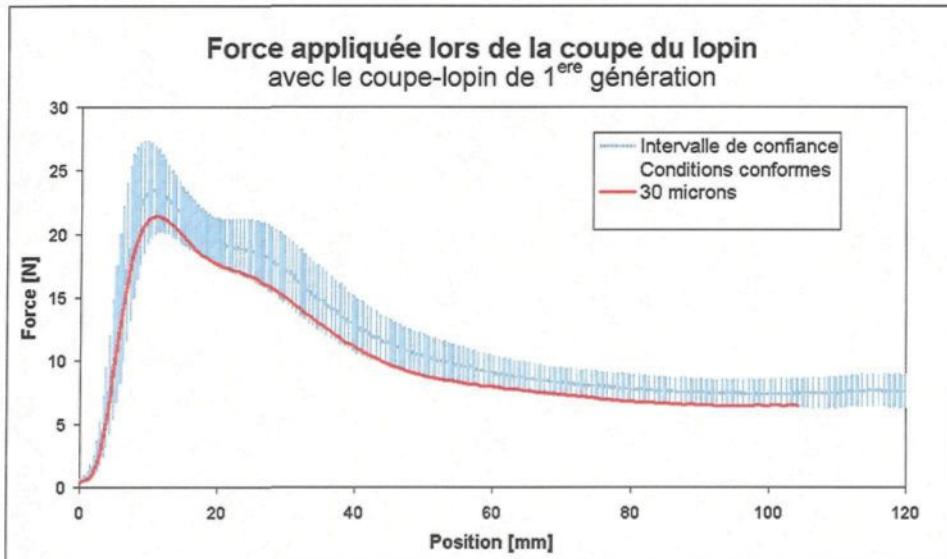


Figure 91: Signature de la force appliquée pour une épaisseur de revêtement interne de 30µm

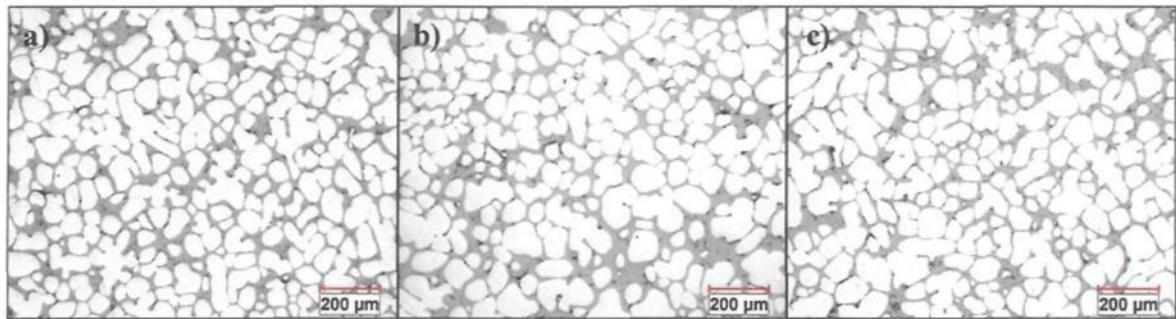


Figure 92: Microstructures typiques d'un lopin pour une épaisseur de revêtement interne de $30 \mu\text{m}$ situés à
a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

5.5 Effet du changement de température initiale du creuset

Dans cette phase expérimentale, la température initiale du creuset a été augmentée par rapport à la température ambiante, la condition conforme. La température du creuset immédiatement avant la coulée fut réglée à 45 et 35°C.

45°C

La signature de la température à la paroi du creuset à 127 mm de hauteur est légèrement inférieure à l'intervalle de confiance des conditions conformes, Figure 93. Cette différence est probablement causée par les causes d'erreurs inhérentes à l'utilisation des thermocouples. Un mauvais contact peut sous-estimer la température réelle. Le thermocouple situé à 63 mm de hauteur mesure cependant une signature légèrement plus haute que l'intervalle de confiance, Figure 94. Le fait d'avoir un creuset plus chaud au départ peut contribuer à augmenter la température d'équilibre du système. Le drainage est supérieur, Figure 95, probablement dû au fait que moins de germes ont été générés parce que le creuset était plus chaud ce qui a permis la croissance de moins de grains, donc plus

de phase liquide disponible pour le drainage. La force appliquée lors de la coupe des lopins est dans l'intervalle de confiance, Figure 96, corrélant la similitude de la microstructure avec les conditions conformes, Figure 97 et Tableau 8 pour les rapports de formes.

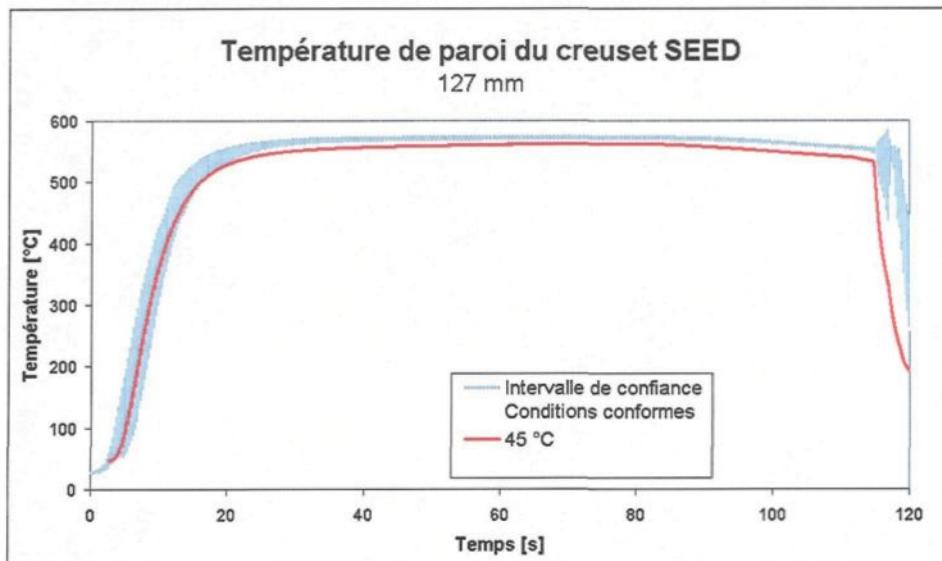


Figure 93: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour un creuset de température initiale de 45°C

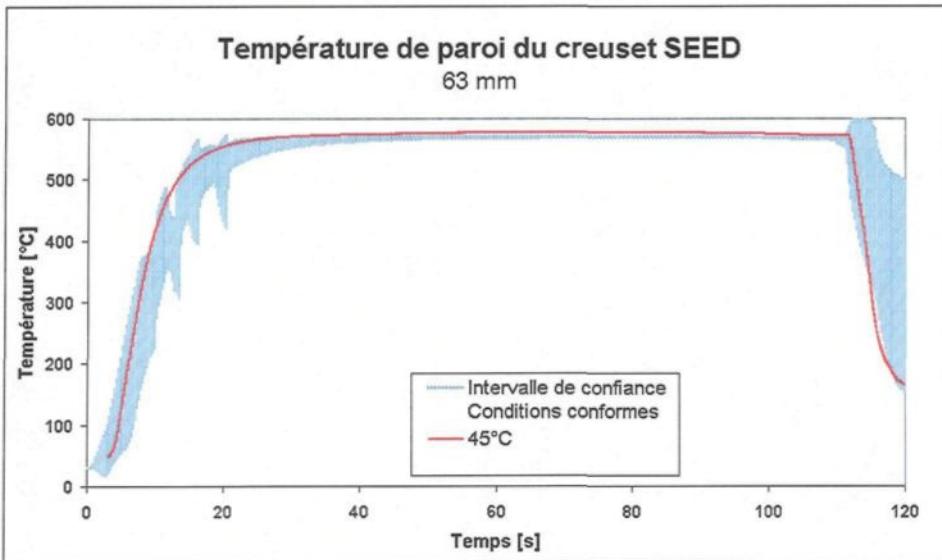


Figure 94: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour un creuset de température initiale de 45°C

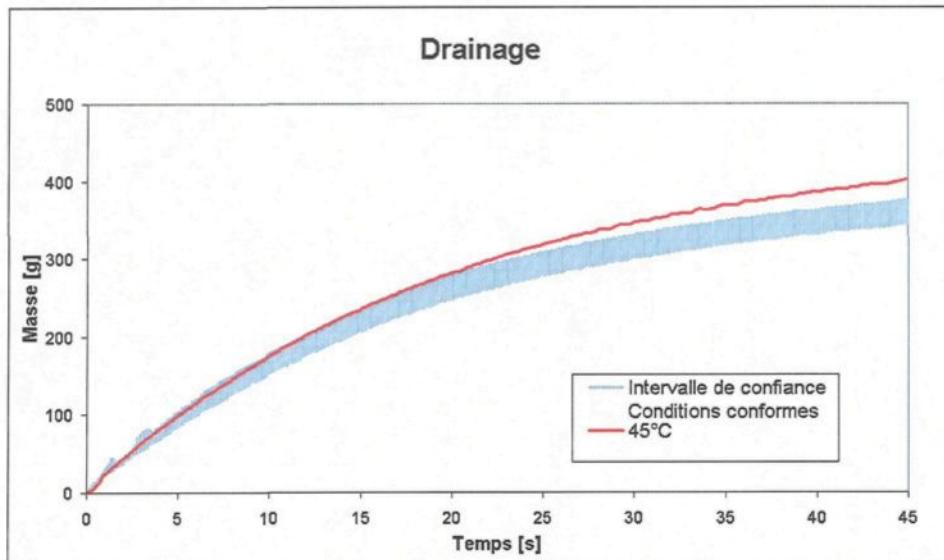


Figure 95: Signature de la masse de métal drainée pour un creuset de température initiale de 45°C

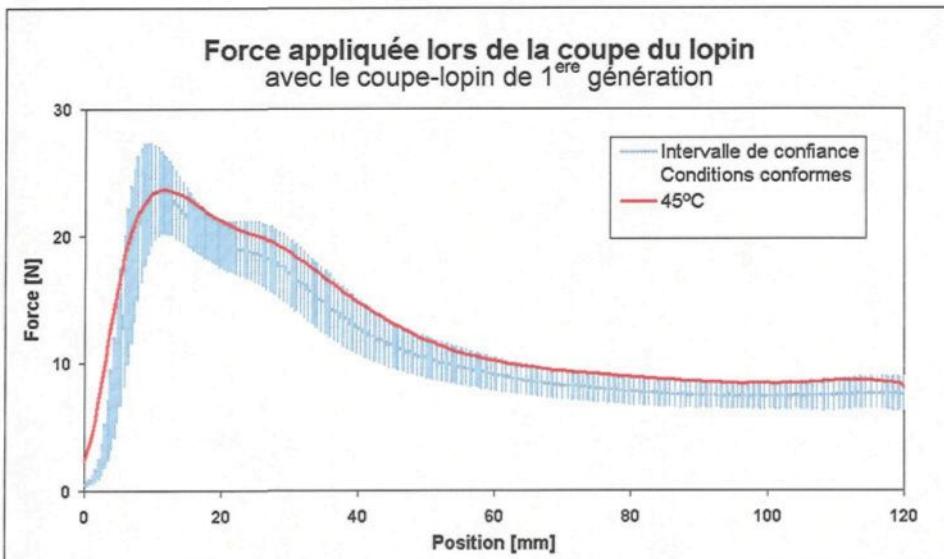


Figure 96: Signature de la force appliquée pour un creuset de température initiale de 45°C

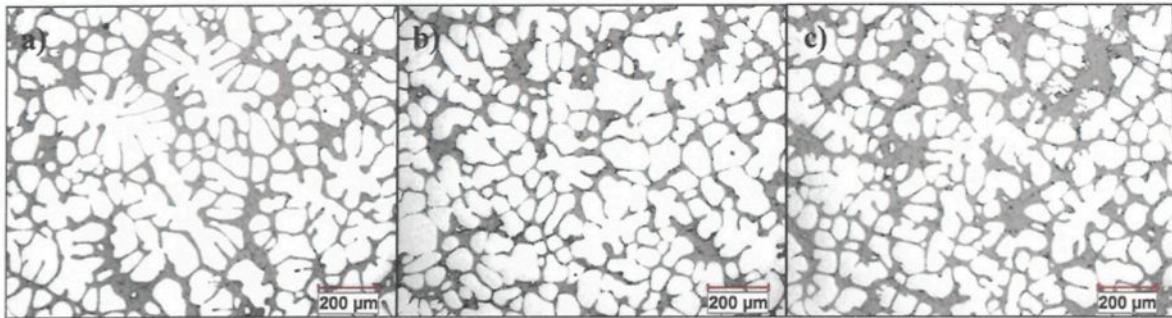


Figure 97: Microstructures typiques d'un lopin pour un creuset de température initiale de 45°C situés à
a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

35°C

La signature de la température à la surface du creuset située à 127 mm de hauteur est légèrement inférieure à l'intervalle de confiance, Figure 98. Cette différence est probablement causée par les causes d'erreurs inhérentes à l'utilisation des thermocouples. Un mauvais contact peut sous-estimer la température réelle. La signature de température située à 63 mm est légèrement supérieure à l'intervalle de confiance, Figure 99, probablement causée par un creuset plus chaud au départ comme pour les essais du creuset à une température initiale de 45°C. La quantité de métal drainée est supérieure à l'intervalle de confiance, Figure 100. Cette augmentation est possiblement due au fait que moins de germes ont été générés lors de la coulée laissant plus de liquide dans le creuset juste avant l'étape du drainage. La signature de force appliquée est en plein dans l'intervalle de confiance, Figure 101, signifiant encore une fois la similitude de la microstructure avec celle des conditions conformes, Figure 102 et Tableau 8 pour les rapports de formes.

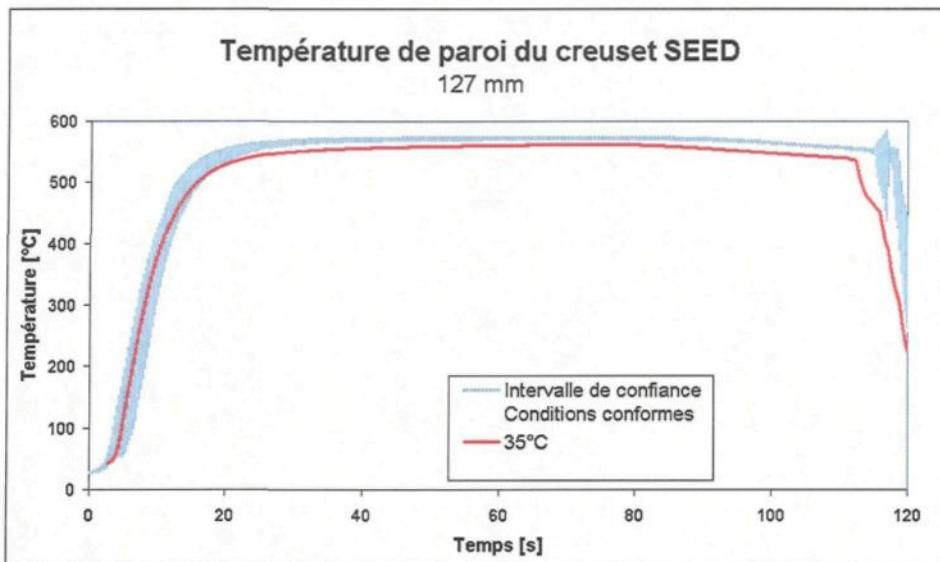


Figure 98: Signature de la température à la surface du creuset à 127 mm pour un creuset de température initiale de 35°C

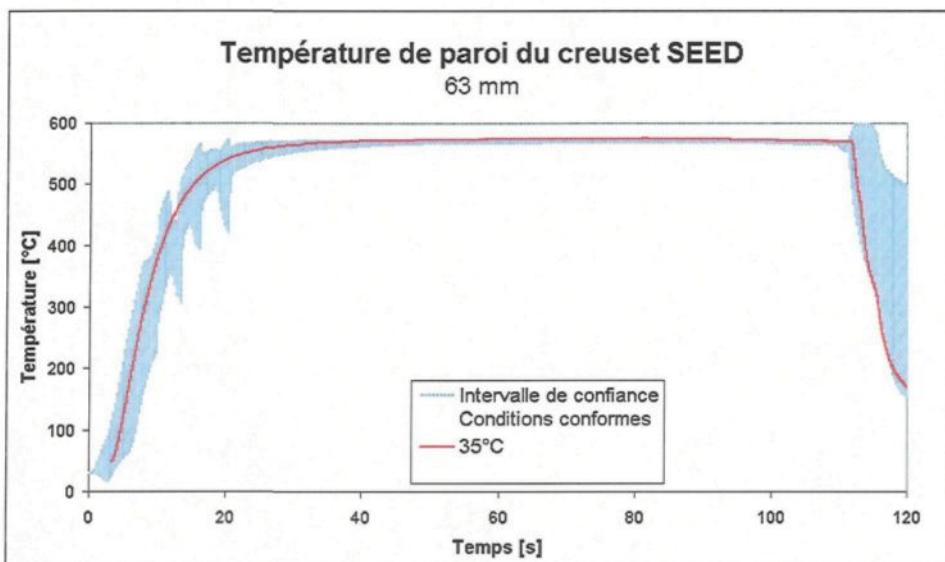


Figure 99: Signature de la température à la surface du creuset à 63 mm pour un creuset de température initiale de 35°C

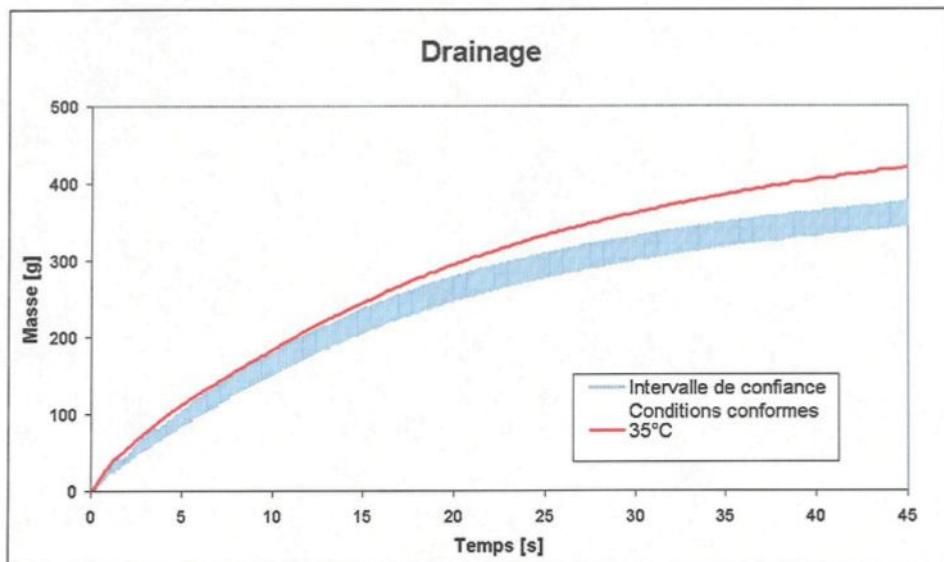


Figure 100: Signature de la masse de métal drainée pour un creuset de température initiale de 35°C

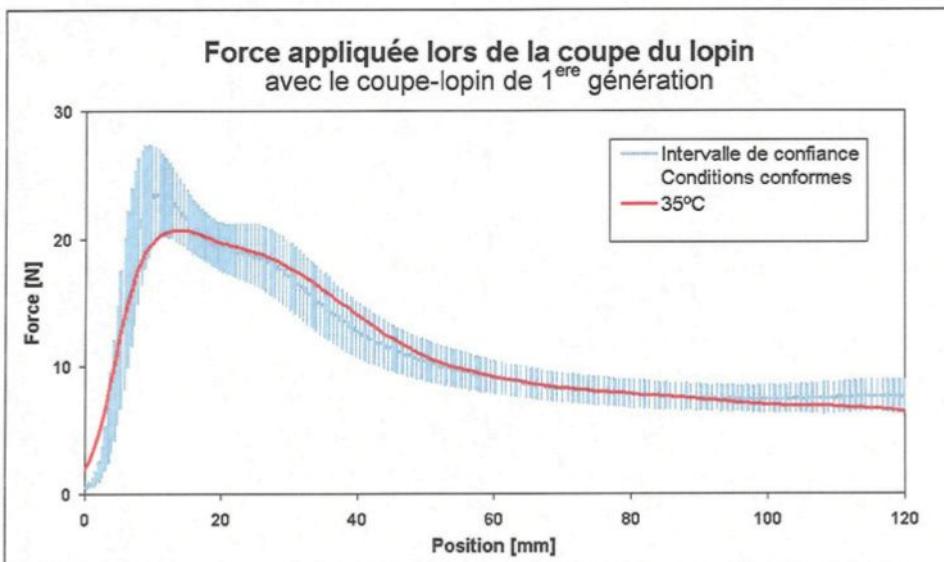


Figure 101: Signature de la force appliquée pour un creuset de température initiale de 35°C

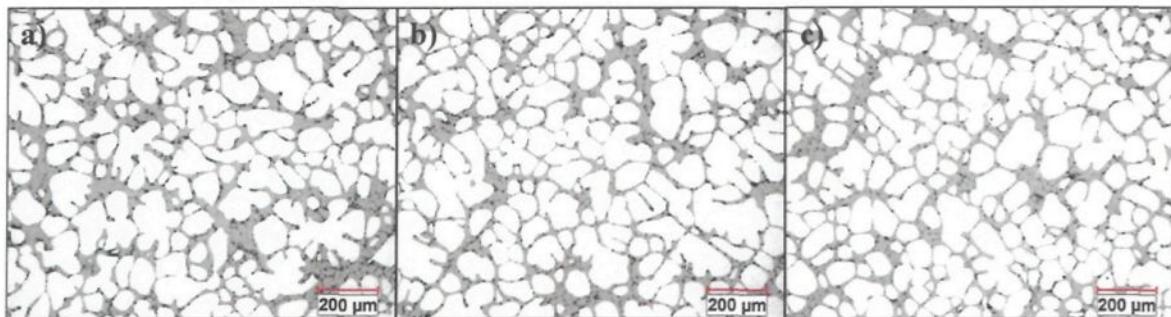


Figure 102: Microstructures typiques d'un lopin pour un creuset de température initiale de 35°C situés à
a) 15 mm b) 60 mm c) 100 mm du dessus du lopin

5.6 Sommaire

L'ensemble des résultats expérimentaux relié au système de contrôle de la qualité est regroupé au Tableau 9. Une réflexion sur l'ensemble de ces résultats sera faite dans cette partie du travail.

La température a été prise sur la paroi extérieure du creuset à deux endroits, soit 63 et 127 mm à partir de la base. Individuellement, les deux mesures de la température à la surface du creuset ne détectent pas toutes les perturbations engendrées au procédé. Combiné, elles détectent la plupart des perturbations, mais pas la totalité. Par contre, les perturbations qui ne sont pas perçues ont une microstructure similaire au cas employant les paramètres conformes. De plus, le jumelage des mesures de températures détecte des perturbations produisant une microstructure similaire aux conditions conformes. Ces détections pourraient être superflues si l'hypothèse que les lopins ayant une microstructure similaire à celle des conditions conformes sont considérés conformes est valide.

À propos de la masse de liquide drainée, cette mesure détecte la plupart des perturbations provoquées au procédé. Par contre, cette méthode ne départage pas les lopins avec une microstructure semblable à celle des conditions conformes et les lopins avec une microstructure différente. Ainsi, en considérant l'hypothèse que les lopins ayant une microstructure similaire à celle des conditions conformes sont considérés conformes, la mesure du drainage serait un mauvais indicateur de la production de lopins conformes.

En combinant les deux types de mesures non-destructives, soit les mesures de température à la surface du creuset et la mesure du liquide drainé, tous les paramètres perturbés du procédé SEED ont été détectés. Par exemple, en considérant le cas où la température de coulée est de 630°C, la mesure de la masse de liquide drainée ne détecte pas l'anomalie provoquée, mais la mesure de la température à la surface du creuset détecte la perturbation.

Après la fabrication des lopins, ils étaient coupés par un appareil nommé « coupe-lopin » pour déterminer la force appliquée lors de la coupe. Lorsque la première génération du coupe-lopin ne détecte pas la perturbation provoquée au procédé, c'est que la microstructure du lopin est similaire à celle fabriquée avec les conditions conformes. Dans les deux cas où le coupe-lopin de 2^e génération fut utilisé pour vérifier s'il pouvait détecter la perturbation, le résultat a été positif. Dans les deux cas, la microstructure est légèrement plus globulaire et cela peut être confirmé suite à l'examen visuel. En maintenant l'hypothèse que les lopins ayant une microstructure similaire à celle des conditions

conformes sont considérés conformes, le coupe-lopin serait un bon indicateur pour détecter une anomalie de la microstructure d'un lopin. En effet, lorsque la force appliquée est supérieure à l'intervalle de confiance, la morphologie des grains est davantage dendritique et de type « rosette ». Dans le cas où la force appliquée est inférieure à l'intervalle de confiance, la morphologie est légèrement plus globulaire.

En plus d'une détection plus sensible, le coupe-lopin de 2^e génération est un meilleur appareil que le premier car la vitesse de coupe demeure constante. Le choix du fil ne provoque pas de force latérale contrairement à la lame qui à quelques occasions déviait de sa course parce qu'il y avait un léger angle par rapport à l'axe de l'actuateur linéaire. Malgré le fait que le fil subit une flexion durant la coupe, elle est constante d'un essai à l'autre parce que la tension du fil est toujours la même.

Deux paramètres ont été perturbés pour vérifier la résolution du système de contrôle de la qualité. Ces paramètres sont une masse d'alliage coulée de 2,1 kg et une température de coulée de 655°C. Pour le paramètre de la masse de coulée, le système de contrôle détecte cette perturbation seulement par la mesure du drainage. Pour sa part, le paramètre de la température de coulée est détecté par la mesure de la température à la surface du creuset et de la masse drainée. Il est à noter que ces paramètres témoignent de l'évolution de la microstructure. En effet, l'utilisation d'une masse de 2,0 kg à la coulée produit un lopin ayant une microstructure composée de rosettes et de dendrites. Si une masse de 2,1 kg est coulée, la microstructure comporte des rosettes, des globules et quelques dendrites.

Finalement, 2,2 kg de métal produit un lopin ayant des globules et des rosettes. Le même type d'observation peut être établi pour la température de coulée.

Pour la continuité du projet, il devra être déterminé si la détection d'un lopin produit avec des paramètres perturbés du procédé SEED doit être privilégiée ou plutôt la détection d'un lopin ayant une microstructure indésirable.

Tableau 9: Sommaire des résultats expérimentaux

| Paramètres perturbés | Non-destructif | | | Destructif | | Microstructure | |
|-------------------------------|-------------------------------------|-------|-----------------------|-----------------------------|---------------------------|----------------|--|
| | Température à la surface du creuset | | Masse de A356 drainée | Force appliquée | | | |
| | 127 mm | 63 mm | | 1 ^{ère} génération | 2 ^e génération | | |
| T _{coulée} = 630°C | - | - | nd | nd | - | g + r (s) | |
| T _{coulée} = 655°C | X | + | + | X | + | d + r | |
| T _{coulée} = 665°C | nd | + | + | + | X | d + r | |
| M _{coulée} = 2,0 kg | - | nd | - | + | X | r + d | |
| M _{coulée} = 2,1 kg | X | nd | - | X | - | r + g + d | |
| M _{coulée} = 2,4 kg | nd | nd | + | nd | - | g + r (s) | |
| E _{Micawash} = 30 µm | nd | nd | + | nd | X | g + r (s) | |
| E _{Micawash} = 90 µm | - | nd | nd | + | X | r + d | |
| T _{creuset} = 35°C | nd | + | + | nd | X | g + r (s) | |
| T _{creuset} = 45°C | nd | + | + | nd | X | g + r (s) | |

nd = non détecté (à l'intérieur de l'intervalle de confiance) g = globules r = rosettes d = dendrites
 - = inférieur à l'intervalle de confiance + = supérieur à l'intervalle de confiance
 s = microstructure similaire aux conditions conformes

6**CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS****6.1 Conclusions**

Ce projet de recherche se base sur un procédé de fabrication de pâte d'alliage d'aluminium semi-solide destinée au moulage sous-pression connu sous l'appellation « procédé SEED ». Ce procédé confère une grande intégrité aux pièces moulées augmentant du même coup les propriétés mécaniques des pièces. Le développement de ce type de procédé est essentiel pour alléger les véhicules automobiles ou tout autre véhicule.

Le lopin semi-solide produit par le procédé SEED se doit de satisfaire des critères de qualité afin de mouler une pièce qui rencontre les spécifications désirées. Ce projet a donc pour mission de déterminer la faisabilité d'une méthodologie pour évaluer la conformité d'un lopin d'alliage d'aluminium semi-solide avant son injection dans le moule et d'établir des corrélations entre les mesures, la morphologie des grains et le pourcentage de la fraction solide du lopin semi-solide.

Suite aux travaux réalisés par le CTA et Alcan avant le début de ce projet, les paramètres du procédé produisant des lopins d'aluminium A356 conformes ont été identifiés. En se basant sur ces paramètres, quatre signatures ont été déterminées pour

caractériser les lopins considérés conformes. Ces mesures sont la base du système de contrôle de la qualité. Elles se divisent en deux volets. L'un est le volet d'essais non-destructifs qui comporte l'évolution temporelle de la température à deux endroits sur la surface du creuset et l'évolution temporelle de la masse d'aluminium drainée pendant l'étape de drainage du procédé SEED. L'autre est le volet d'essai destructif qui est l'évolution de la force appliquée pour la coupe longitudinale du lopin en fonction de la position de l'accessoire de coupe. Ces signatures ont été bornées par un intervalle de confiance à 95% déterminé à l'aide du test de Student. Suite à la caractérisation des lopins conformes, les paramètres du procédé SEED ont été perturbés intentionnellement. Le but de provoquer ces variations était de déterminer si les signatures sortaient ou demeuraient dans l'intervalle de confiance des lopins conformes. Également, une analyse métallographique a été effectuée pour déterminer si les perturbations engendrées au procédé produisaient une microstructure différente de celle des lopins conformes.

Selon les méthodes de mesure utilisées, il est possible de développer un système de contrôle de qualité des lopins d'alliage d'aluminium A356 obtenus par le procédé SEED. Le volet des mesures non-destructives peut détecter la perturbation d'un paramètre du procédé et ce en combinant la mesure de la température à la surface externe du creuset avec la mesure de la masse de métal drainée. Également, la mesure de la force appliquée pendant la coupe d'un lopin détecte le changement de microstructure du lopin et plus spécifiquement le changement de morphologie des grains. Quant à la fraction solide, les résultats obtenus ne peuvent établir de corrélation avec les mesures de force. Ainsi, les

méthodes non-destructives et destructives détectent des anomalies différentes. Pour la poursuite des travaux, il faudra déterminer qu'elles sont les anomalies qui affectent le moulage de pièces non-conformes pour développer un système de contrôle de qualité adapté.

6.2 Recommandations

Voici quelques recommandations pour la poursuite des travaux effectués pour le développement d'un système de contrôle de qualité pour les lopins obtenus par le procédé SEED.

À partir de la masse d'alliage drainée, un autre type de signature pourrait être envisagé pour détecter des anomalies du procédé SEED. Cette signature serait basée sur le temps entre chaque goutte de métal pendant le drainage. En effet, il a été observé qu'un comportement particulier du liquide drainé produisait un bon lopin et qu'un autre type de comportement du drainage donnait un mauvais lopin. Donc, il serait bien d'étudier cette piste.

Afin de remédier aux imprécisions que procure l'utilisation des thermocouples pour mesurer la surface externe du creuset, il faudrait envisager d'utiliser une méthode sans contact. L'utilisation d'un pyromètre ou d'une caméra infrarouge pourrait être appropriée.

Le pyromètre pourrait également servir pour mesurer la température de l'alliage d'aluminium au dessus du creuset pendant le procédé.

L'utilisation des ultrasons pour déterminer le changement de fraction solide et/ou de morphologie des grains pendant le procédé pourrait également servir à détecter un lopin non-conforme.

Si une nouvelle génération du coupe-lopin est conçue, il faudrait changer la cellule de charge détectant la force appliquée lors de la coupe des lopins. Il faudrait s'assurer que la lecture soit transmise à une plus grande fréquence que 35 Hz (comme actuellement).

Il faudrait étudier l'effet croisé des perturbations des paramètres du procédé SEED. Quel serait leurs impacts sur le système de contrôle de la qualité et sur la microstructure des lopins?

Dans la poursuite de l'utilisation du coupe-lopin, une étude pourrait permettre de quantifier la morphologie des grains et la fraction solide de l'alliage d'aluminium en fonction de la force mesurée par l'appareil.

Afin de pouvoir caractériser l'ensemble de la microstructure d'un lopin lors de sa coupe, il serait bien de connaître l'homogénéité de la microstructure le long du rayon de coupe.

RÉFÉRENCES

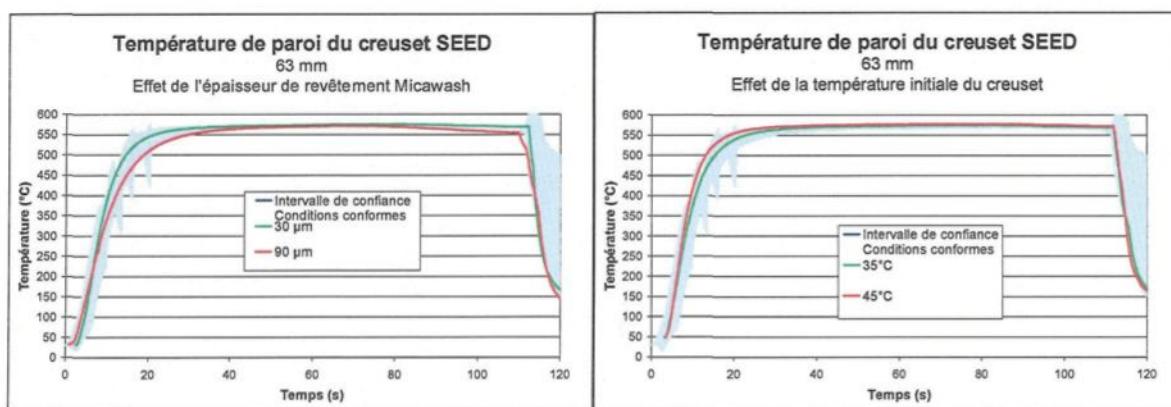
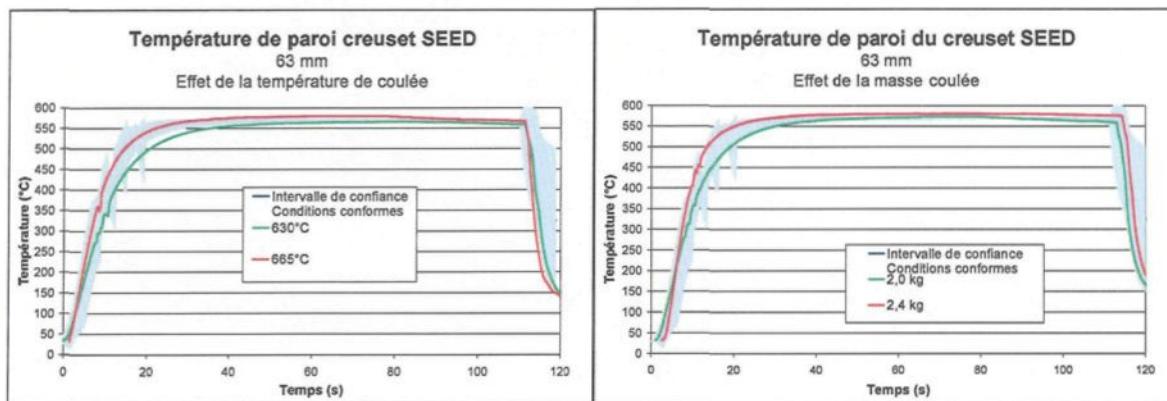
- [1] Alcan International, Ltd., Canada: United States Patent no. 6,428,636, Aug. 6, 2002.
- [2] J. Langlais, D. Bouchard, A. Lemieux, C. Sheehy, *Development of the SEED Technology*, SAE International, 2005 (To be published)
- [3] D. Doutre, G. Hay, P. Wales, J-P. Gabathuler, *SEED : A new process for semi-solid forming*, Light Metals 2003: International Symposium on Light Metals as held at the 42nd Annual Conference of Metallurgists of CIM (COM 2003), Vancouver, BC, Canada, 2003, 293-306.
- [4] M.C. Flemings, *Behavior of Metal Alloys in Semisolid State*, Metall. Trans. A 22A (5) (1991) 957 – 981.
- [5] M. Suéry et al., *Mise en forme des alliages métalliques à l'état semi-solide*, Hermès Science Publications, Paris, 2002.
- [6] A. de Figueiredo, *Science and Technology of Semi-Solid Metal Processing*, North American Die Casting Association, USA, 2001.
- [7] Q. Han, S. Viswanathan, *The Use of Thermodynamic Simulation for the Selection of Hypoeutectic Aluminum-Silicon Alloys for Semi-solid Metal Processing*, Materials Science and Engineering A, Volume 364, Issues 1-2, 15 Jan. 2004, Pages 48-54.
- [8] UBE Industries, Ltd.: European Patent EP 0 745 964 A1, Dec. 4, 1996.
- [9] MIT, USA: United States Patent no. 6,645,323 B2, Nov. 11, 2003.
- [10] Base de données terminologiques et linguistiques du gouvernement du Canada, http://termiumplus.translationbureau.gc.ca/site/accueil_home_f.html
- [11] A. Bendada, K.T. Nguyen, C.A. Loong, *Application of Infrared Imaging in Optimizing the Induction Heating of Semi-solid Aluminum Alloys*, Proceeding Advanced Sensor for Metals Processing (CIM 1999), pp 331-342.
- [12] Y. Ono, C.-Q. Zheng, F. Hamel, R. Charron, C.A. Loong, *Experimental Investigation on Monitoring and Control of Induction Heating Process for Semi-solid Alloys Using the Heating Coil as Sensor*, Meas. Sci. Technol. 13 (2002) 1359-1365.

- [13] C.-K. Jen, J.-W. Liaw, T.-F. Chen, A. Moreau, J.-P. MonChalin, C.-C. Yang, *Ultrasonic Evaluation of Semi-solid Metals during Processing*, Meas. Sci. Technol. 11 (2000) 1570-1575
- [14] C. Edwards, S.B. Palmer, M.J. Hornby, *Ultrasonic Monitoring or the Partial Melting of Al-Si Alloys*, Proceeding 2nd Int. Conf. on Semi-solid Processing of Alloys and Composites, (Cambridge, MA: Massachusetts Institute of Technology), 1992, pp 22-32.
- [15] N. Wang, H. Peng, K.K. Wang, *Rheomolding – A One-step Process for Producing Semi-solid Metal Castings with Lowest Porosity*, Light Metals 1996 (CIM 1996) 781-786.
- [16] R. Bigot, V. Favier, C. Rouff, *Characterisation of Semi-solid Material Mechanical Behaviour by Indentation test*, Journal of Materials Processing Technology, 160, 2005, 43-53.
- [17] J.-M. Dorlot, J.-P. Baïlon, J. Masounave, *Des Matériaux*, 2^e édition, Éditions de l'école polytechnique de Montréal, Montréal, 1986.
- [18] J. Philibert, J. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade, *Métallurgie : Du minerai au matériau*, 2^e édition, Éditions Dunod, Paris, 2002.
- [19] W. Kurz, D.J. Fisher, *Fundamental of Solidification*, 4^e édition, Trans Tech Publications Ltd, Suisse, 1998.
- [20] D.G. Eskin, Suyitno, L. Katgerman, *Mechanical properties in the semi-solid state and hot tearing of aluminium alloys*, Progress in Materials Science, vol. 49, no. 5 (2004) 629 – 711.
- [21] D. Brabazon, D.J. Browne, A.J. Carr, *Experimental investigation of the transient and steady state rheological behaviour of Al-Si alloys in the mushy state*, Materials Science and Engineering A356 (2003) 69 – 80.
- [21] Z. Fan, *Semisolid Processing*, International Materials Reviews, vol. 47, No. 2 (2002) 49 – 85.
- [22] A. Vogel, R.D. Doherty, B. Cantor, Proceedings of International Conference on Solidification, University of Sheffield, July 1977, Metals Society, London, 1979, pp. 518 – 525.
- [23] W. Mao, Y. Li, A. Zhao, X. Zhong, *Effect of Pouring Process on the Microstructures of Semi-solid AlSi₇Mg Alloy*, Science and Technology of Advanced Materials 2 (2001) 97 – 99.

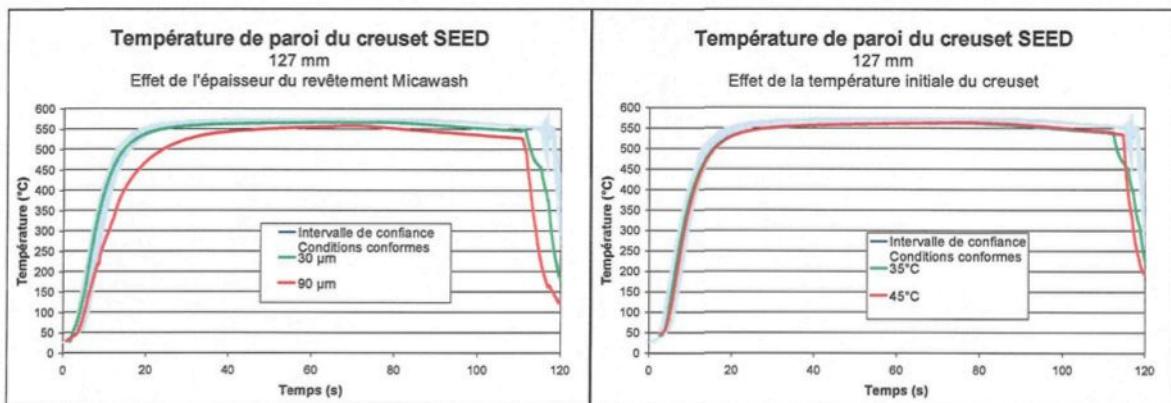
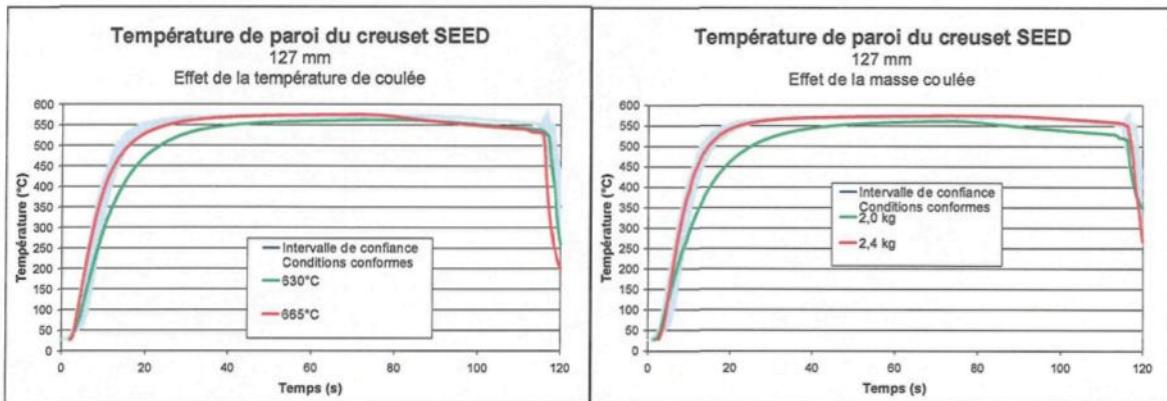
- [24] D.H. Kirkwood, *Semisolid Metal Processing*, International Materials Reviews, vol.39, No. 5, 1994, pp173 – 189.
- [25] R.S. Qin, E.R. Wallach, *Phase-field Simulation of Semisolid Metal Processing Under Conditions of Laminar and Turbulent Flow*, Materials Science and Engineering A357 (2003) 45 – 54.
- [26] M.C. Fleming, J. Yurko, R. Martinez, *Semi-solid forming: our understanding today and its implications for improved processes*, Solidification Processes and Microstructures: A Symposium in Honor of Wilfried Kurz as held at the 2004 TMS Annual Meeting; Charlotte, NC; USA; 14-18 Mar. 2004. pp. 3-14. 2004.
- [27] Grand dictionnaire terminologique, Office de la langue française du Québec, www.granddictionnaire.com
- [28] *More Solutions to Sticky Problems: A Guide to Getting More from your Brookfield Viscometer*, Brookfield Engineering Labs inc., USA, 2004.
- [29] D.R. Gaskell, *An Introduction to Transport Phenomena in Materials Engineering*, Macmillan Publishing Company, New York, USA, 1992.
- [30] G. Schramm, *A Practical Approach to Rheology and Rheometry*, 2nd edition, Haake, Germany, 2004.
- [31] H.V. Atkinson, *Modelling the Semisolid Processing of Metallic Alloys*, Materials Science Vol. 50, no. 3, pp. 341-412, Mars 2005.
- [32] W.W.Hines, D.C. Montgomery, *Probability and Statistics in Engineering and Management Science*, 3rd edition, John Wiley & Sons, New York, USA, 1990.
- [33] J.R. Taylor, *An Introduction to Error Analysis: The Study of Uncertainties in Physical Measurements*, 2nd edition, University Science Books, California, USA, 1997.
- [34] J.R. Davis, *Aluminum and aluminum alloys*, ASM International Handbook, 1994.
- [35] J. Koke, M. Modigell, M. Hufschmidt and A. Alexandrou: 6th International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites, Edimet, Turin, Italy, 2000, p. 635.

ANNEXE I : COMPARAISON DES RÉSULTATS

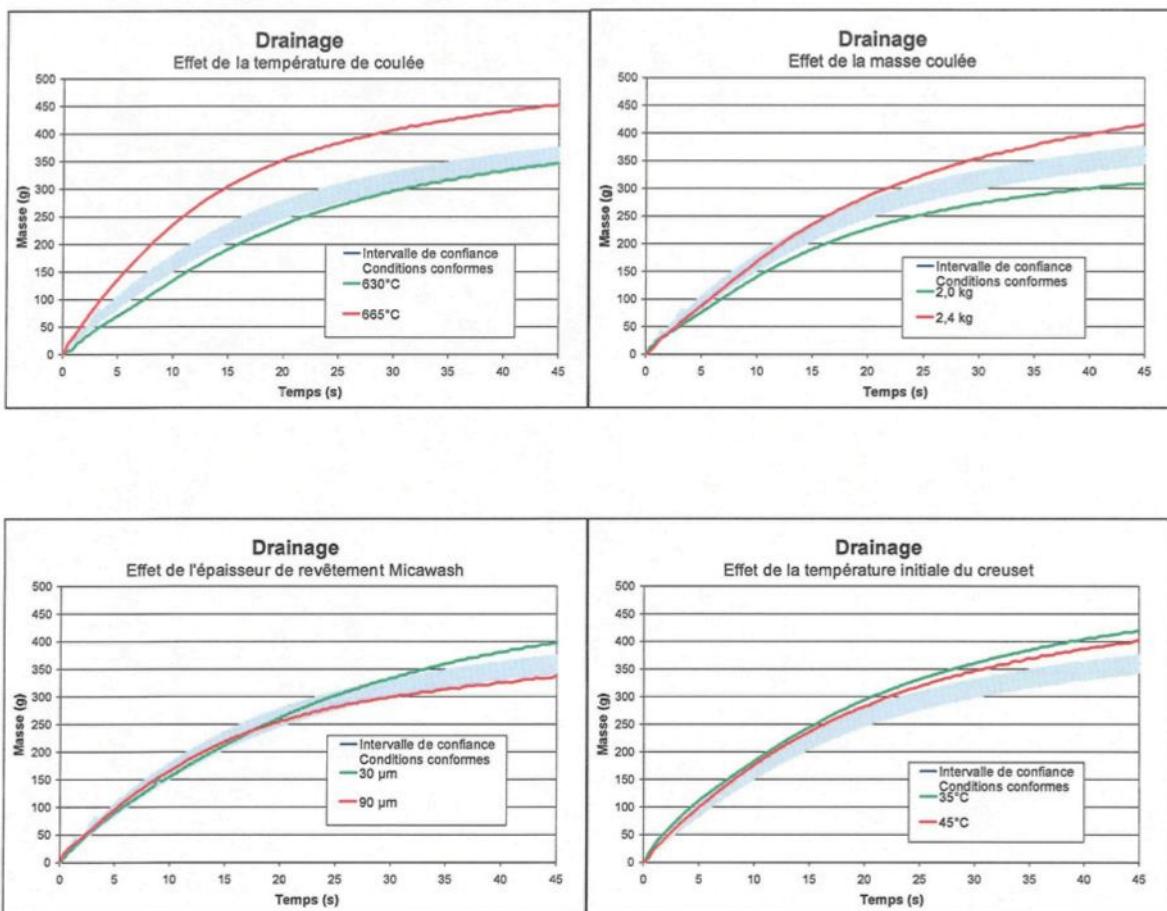
**Température de paroi du creuset SEED
63 mm**



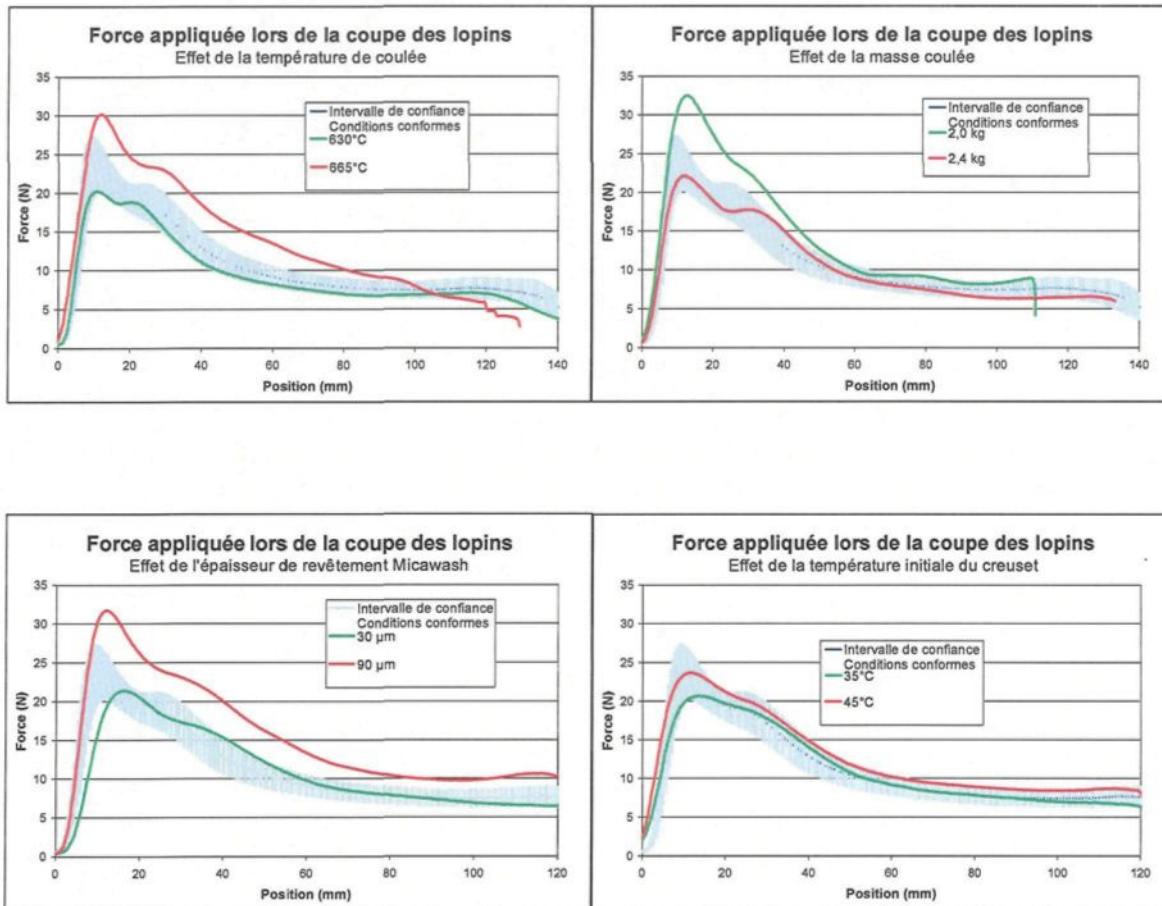
Température de paroi du creuset SEED 127 mm



Drainage

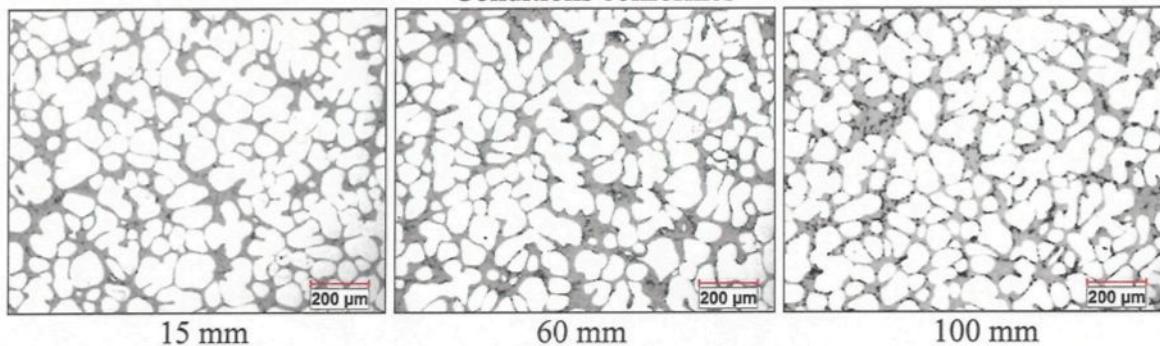


Force appliquée lors de la coupe des lopins

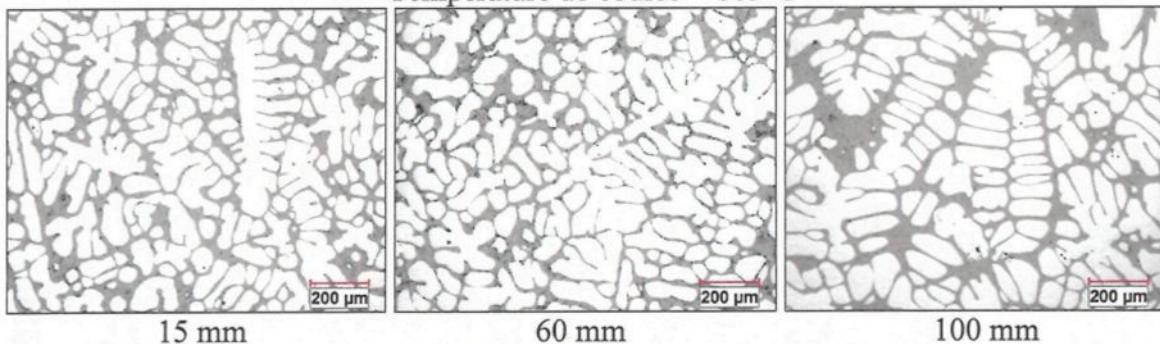


Métallographie

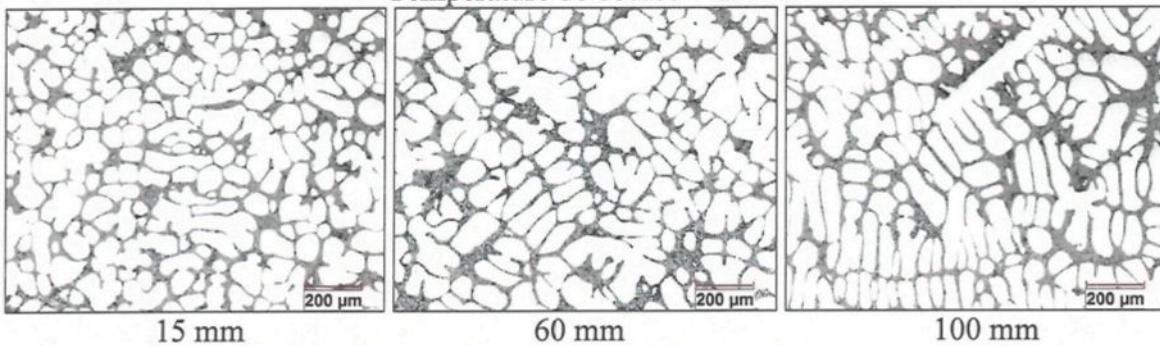
Conditions conformes



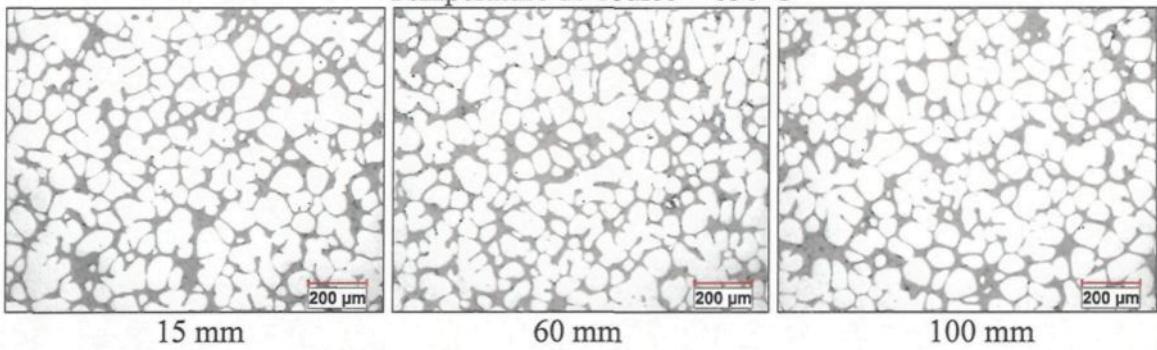
Température de coulée = 665°C



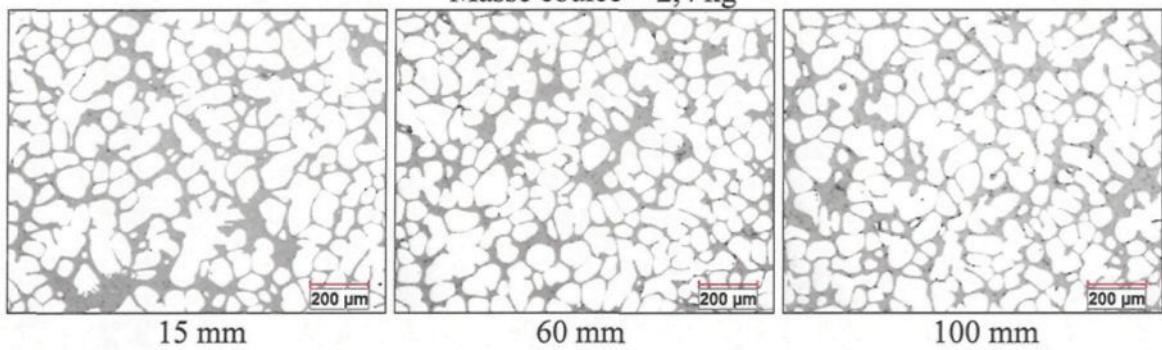
Température de coulée = 655°C



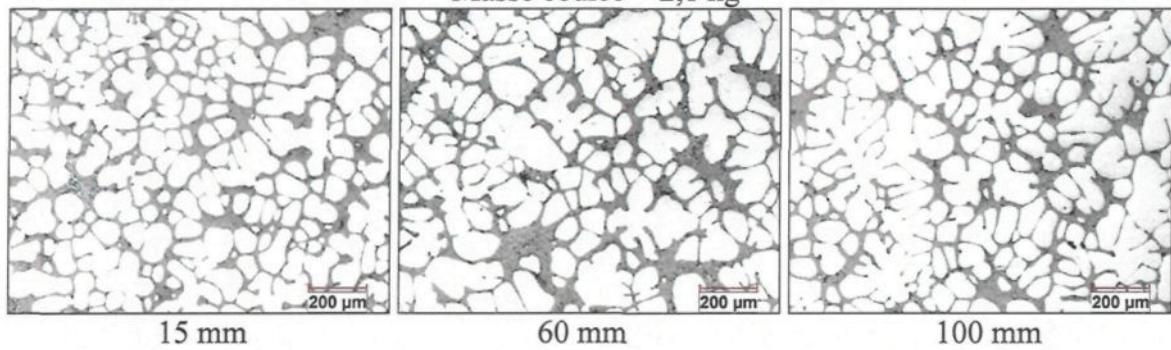
Température de coulée = 630°C



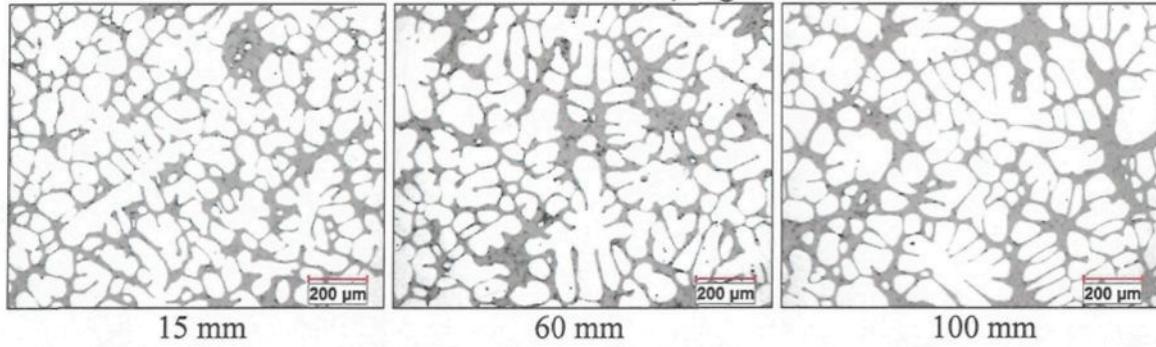
Masse coulée = 2,4 kg



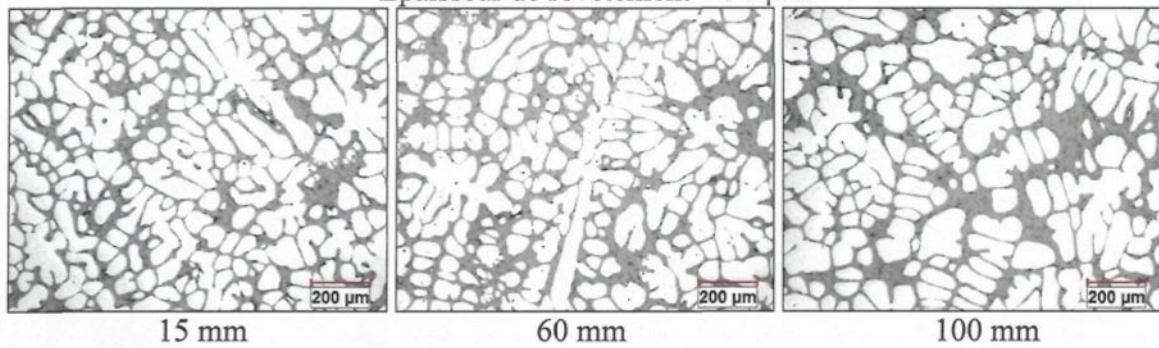
Masse coulée = 2,1 kg



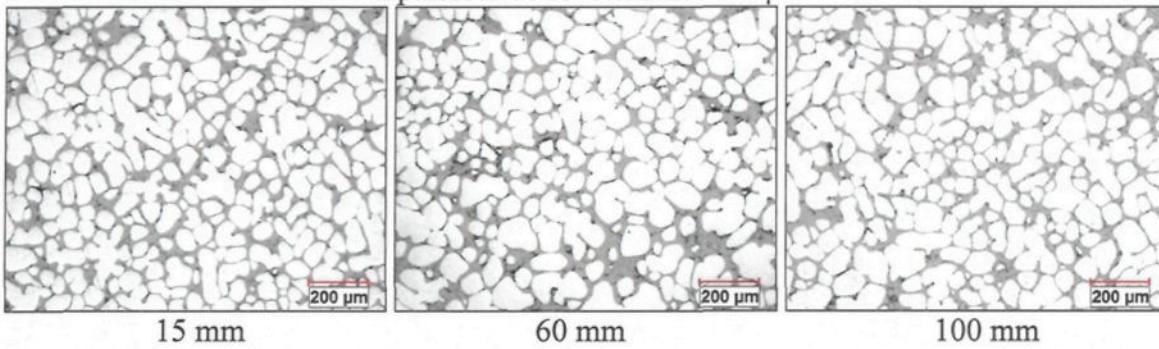
Massé coulée = 2,0 kg



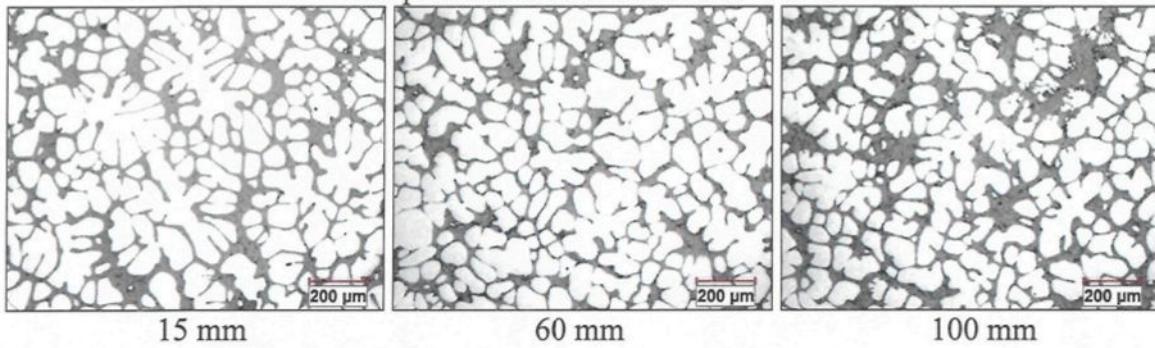
Épaisseur de revêtement = 90 μm



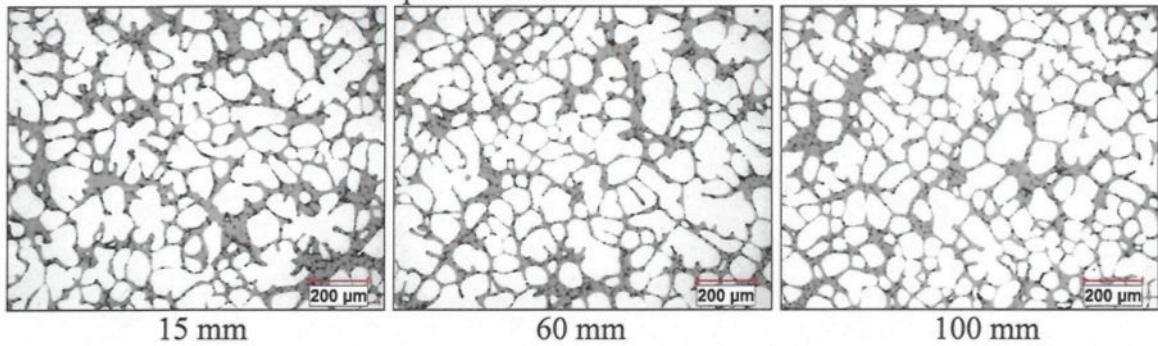
Épaisseur de revêtement = 30 μm



Température initiale du creuset = 45°C



Température initiale du creuset = 35°C



**ANNEXE II : ARTICLE « NOVEL QUALITY CONTROL METHODOLOGIES TO
ASSESS SEMI-SOLID ALUMINUM PRODUCED WITH THE SEED PROCESS »**

PRÉSENTÉ À LA CONFÉRENCE COM 2006 À MONTRÉAL

NOVEL QUALITY CONTROL METHODOLOGIES TO ASSESS SEMI-SOLID ALUMINUM PRODUCED WITH THE SEED PROCESS

H. Blanchette and D. Bouchard

Aluminium Technology Centre

501, Boul. Université,

Chicoutimi, QC, Canada, G7H 8C3

hugues.blanchette@imi.cnrc-nrc.gc.ca

A. Lemieux

Arvida Research and Development Centre

1955, Mellon Blvd., P.O. Box 1250

Jonquière, QC, Canada, G7S 4K8

Z. Zhang

Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)

555, Boul. Université,

Chicoutimi, QC, Canada, G7H 2B1

ABSTRACT

This paper describes quality control methodologies for the production of semi-solid A356 aluminum slugs with the SEED process. A methodology based on destructive tests carried out with an apparatus measuring the force to slice the slugs is presented. The force measurements were correlated with the solid phase morphologies of the slugs and were validated against a non destructive methodology that consisted in monitoring the temperature evolution of crucibles to produce the slugs and the drained metal. Results from the destructive and non destructive methodologies are compared and discussed.

INTRODUCTION

The discovery more than thirty years ago that semi-solid metals with globular structures had low apparent viscosities [1] has led to the development of new casting technologies. With aluminum alloys, thixocasting was utilized until recently but it is now being supplanted by rheocasting [2]. There are presently several rheocasting variants, either in production or in development, and they mainly differ in the mechanisms utilized to cool and promote the globular structure of the semi-solid aluminum [2]. Among them is a technology based on the Swirled Enthalpy Equilibration Device (SEED) that is jointly developed by Alcan International Limited, the owner of the patent [3], and the Aluminium Technology Centre of the National Research Center of Canada. The technology distinguishes itself by its simplicity and versatility [4] and is schematically described in Figure 1. It involves: A) Pouring a liquid aluminum alloy against the wall of a crucible to nucleate primary alpha grains, B) Swirling of the crucible to produce a quasi thermal equilibrium with the partially solidified aluminum, C) Draining of some liquid aluminum to further increase the solid fraction, D) Transferring the semi-solid slug to a high pressure die casting (HPDC) press to produce a component of desired shape.

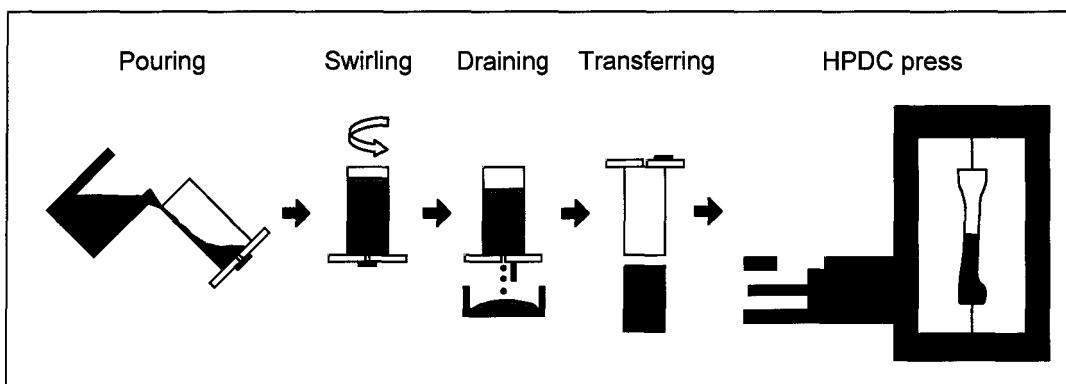


Figure 1 – Schematic illustration of the SEED rheocasting technology

A requirement to obtain high integrity rheocast components is that the semi-solid slugs must be produced in a consistent and standardized manner. Deviations originating for example from the liquid metal cleanliness or in the slug preparation steps may be an eventual source of castings defects. Process quality control systems must thus be designed to ensure that the slugs will meet the desired requirements. This was also an important issue in thixocasting where the reheating procedure of the pre-cast billets often led to a lack of feedstock uniformity [5-8]. In this case, temperature monitoring [5,6] and indentation tests [7,8] have been used to control quality.

In this study, different methodologies were evaluated to determine if they could detect intentionally imposed deviations in the feedstock preparations steps of the SEED

process. Non-destructive tests were performed by monitoring the temperature evolution of the crucible and the drained liquid metal. These were complemented by destructive tests that consisted in measuring the force required to slice the semi-solid slugs. Correlations of these results with the primary phase morphologies of the slugs were also carried out.

THEORY

An important feature of the SEED process is the heat absorbed by the crucible. A finite crucible mass will absorb a finite amount of heat from the poured liquid aluminum and one can thus select a crucible that only partially solidifies the aluminum. As the crucible absorbs heat, its temperature evolution can be affected by various process parameters such as the initial temperature and mass of the aluminum, the initial mass and temperature of the crucible, the presence or absence of a coating at the interface between the crucible and the aluminum, etc. In principle, the temperature evolution of the crucible for a slug produced under a set of desired standard parameters should produce a desired standard response or ‘signature’. This temperature response should also be distinct from that obtained when the process parameters have deviated and produced a slug that does not meet the requirements.

Another feature of the SEED process is the draining of some of the liquid aluminum. For a desired standard set of process parameters, the evolution in the mass of drained liquid metal should differ to that obtained when deviations in the production of the slug have occurred. Lastly, the ‘consistency’ of a slug should vary depending on whether it was produced under standard conditions or not. Thus, the force required to slice a slug should provide indications on the conformity of the parameters under which it was produced.

The consistency of a slug is mainly affected by the amount and morphology of the solid phase. The rapid cooling of the liquid aluminum that occurs when it is poured on the wall of the crucible (see Figure 1) causes a large number of primary alpha grain nuclei to be generated. Equiaxed dendrites then form from these grain nuclei but swirling of the crucible contributes to their fragmentation and the solidified structure evolves from rosettes to spheroids through a ripening process similar to the one described by Flemings et al. [9]. The parameters of the SEED process can be adjusted to vary the amount and morphology of the solidified phase and, consequently, the force required to slice the slugs. Metallographic examinations of water quenched slugs were thus performed in this work to establish the correspondence between the force measurements and the microstructures.

Slugs produced under the set of standard conditions were known from previous work to meet the feedstock requirements for HPDC. However, deviations in these conditions need to be detected if they occur and it needs to be verified that they produce measurable differences in temperature, mass and force before considering implementing them in a quality control system. To this effect, a statistical analysis was used to

determine 95 % confidence intervals in these measured responses. The intervals for the mean response value, μ , were based on the Student's t-distribution and expressed as [10]:

$$\bar{x} - t_{\alpha/2,n-1} \frac{s}{\sqrt{n}} \leq \mu \leq \bar{x} + t_{\alpha/2,n-1} \frac{s}{\sqrt{n}} \quad \text{Equation 1}$$

Where \bar{x} is the sample mean, $t_{\alpha/2,n-1}$ is the percentage point of the t distribution where $\alpha/2 = 0.025$ (for a 95% confidence interval in the two tailed distribution) and with $n-1$ degrees of freedom, where n is the samples size and s is the sample standard deviation. Table 1 lists the values of $t_{0.025,n-1}$ for n between 1 and 10.

Table 1 – Percentage points of the t distribution used in the calculation of the 95 % confidence interval [10]

| $n-1$ | $\alpha/2 = 0.025$ | $n-1$ | $\alpha/2 = 0.025$ |
|-------|--------------------|-------|--------------------|
| 1 | 12.706 | 6 | 2.447 |
| 2 | 4.303 | 7 | 2.365 |
| 3 | 3.182 | 8 | 2.306 |
| 4 | 2.776 | 9 | 2.262 |
| 5 | 2.571 | 10 | 2.228 |

EXPERIMENTAL

A schematic illustration of the set-up to produce the slugs and perform the measurements is shown in Figure 2. Two type K surface thermocouples were positioned against the external crucible wall at heights of 63 mm and 127 mm and a balance was placed underneath the crucible to monitor the mass of the drained metal. The tests were all carried out with the A356 alloy and with crucibles that had a diameter of 80 mm, a height of 250 mm and a fixed wall thickness. The internal wall of the crucibles also had a proprietary coating. The production of the semi-solid slugs under standard process parameters was the following: Ingots of A356 aluminum were melted in an electrical resistance furnace to a temperature of 680°C. Approximately 2.5 kg of metal was ladled from the furnace with a spoon and cooled to a temperature of 645°C. The aluminum was then poured into a crucible at 25°C and to a level of 195 mm, which corresponded to a mass of $2.2 \text{ kg} \pm 40 \text{ g}$. After the pouring operation, the crucible was swirled during 45 s. This was followed by a 10 s rest after which liquid aluminum was drained from the bottom (see Figure 2) for a period of 45 s. Once this cycle was completed, the slug was transferred to the slug cutter and sliced longitudinally at a cutting tool velocity of 70 mm/s. The cutter was equipped with a load cell that enabled the slicing force to be measured. Finally, the sliced slug was quenched in water for metallographic evaluation. Temperature, mass and force measurements were recorded with a data acquisition system at a frequency of 100 Hz.

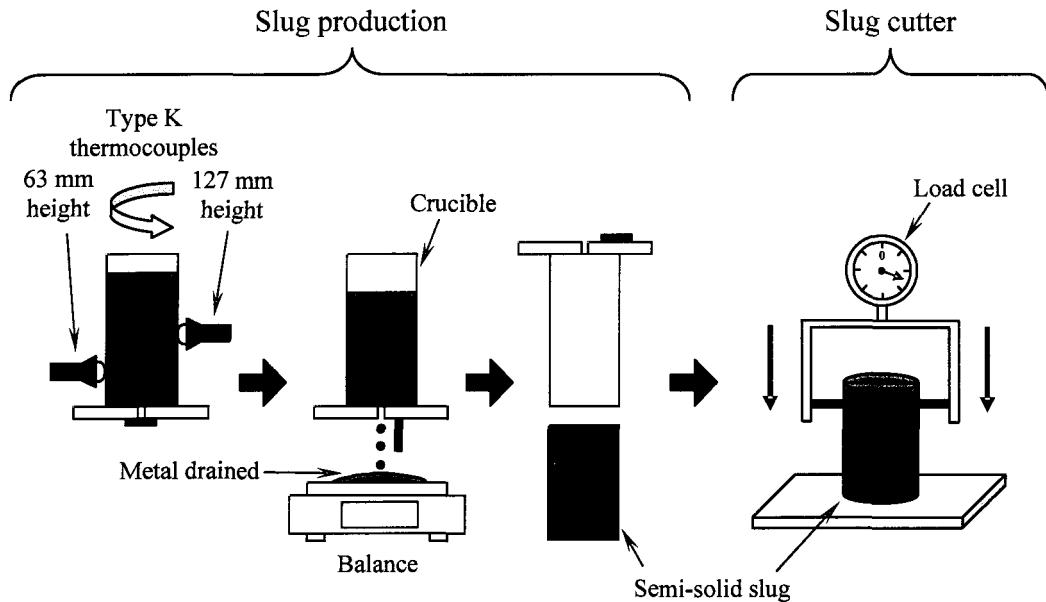


Figure 2 – Schematic of the experimental set-up. Temperature and mass measurements were performed during the slug preparation. The slugs were then transferred to the slicing unit for the force measurements.

The effect of deviations in the pouring temperature of the aluminum, the mass of the poured aluminum, the initial temperature of the crucibles and the thickness of the coating at the internal crucible wall were investigated. Table 2 lists how these were varied with respect to the standard process parameters. Typically, 10 tests were carried out to determine the confidence intervals in the measured responses with the standard process parameters and 5 for the nonstandard conditions.

Table 2 – Experimental conditions

| Process parameters | Standard conditions | Modified conditions | |
|-------------------------------------|---------------------|---------------------|------|
| Pouring temperature (°C) | 645 | 630 | 665 |
| A356 alloy poured (kg) | 2.2 | 2.0 | 2.4 |
| Crucible initial temperature (°C) | 25 | 45 | |
| Coating thickness (μm) | standard | -50% | +50% |

RESULTS AND DISCUSSION

Figure 3 illustrates the temperature evolution of the external wall of the crucible at a height of 127 mm and for three different aluminum pouring temperatures. It is noticed that a rapid rise in temperature occurs during which the crucible absorbs most of the heat from the aluminum. The temperature then stabilizes, indicating that the crucible and the aluminum are at, or are nearly at, thermal equilibrium. The 95 % confidence interval for the standard pouring temperature of 645°C is shown in the hatched grey zone. The pouring temperature of 630°C was detected as it lies outside this interval. This is however not the case for the aluminum poured at 665°C. For clarity, only the average temperature evolutions are shown for the measurements at 630 and 665°C but their confidence intervals had similar magnitudes to that obtained at 645°C. Due to the probabilistic nature of the statistical analysis, a pouring temperature of 630°C may thus be undetected.

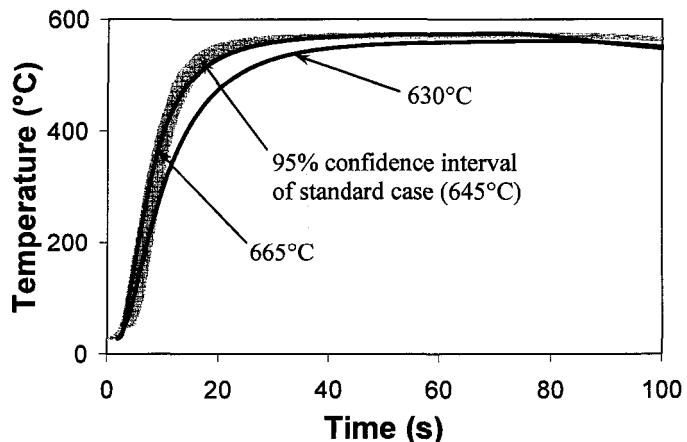


Figure 3 – Effect of the pouring temperature of the aluminum on the crucible wall temperature at a height of 127 mm

Figures 4 and 5 respectively illustrate the evolution of the drained liquid aluminum and the slicing force of slugs produced at the standard temperature of 645°C and the two nonstandard temperatures of 630 and 665°C. In these two graphs, the results for the slugs produced at 665°C are outside the confidence intervals of the standard temperature but the results at 630°C are just at the limits of the confidence intervals and would therefore often be undetected. The larger amount of drained metal for the curve at 665°C is considered to be caused by the lower solid fraction in the slug. In Figure 5, the larger slicing force for the curve at this temperature is considered to be caused by a larger proportion of dendrites as the results to follow will show. Graphs similar to those depicted in Figures 3, 4 and 5 were generated for variations in the masses of poured aluminum, initial crucible temperatures, and thickness of the internal crucible coating.

The ability of the three methodologies to detect these process variations are summarized in Table 3.

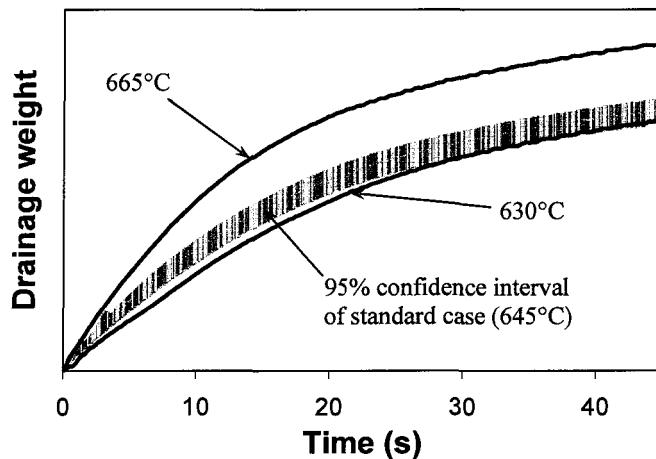


Figure 4 – Effect of pouring temperature on the evolution of the drained metal.

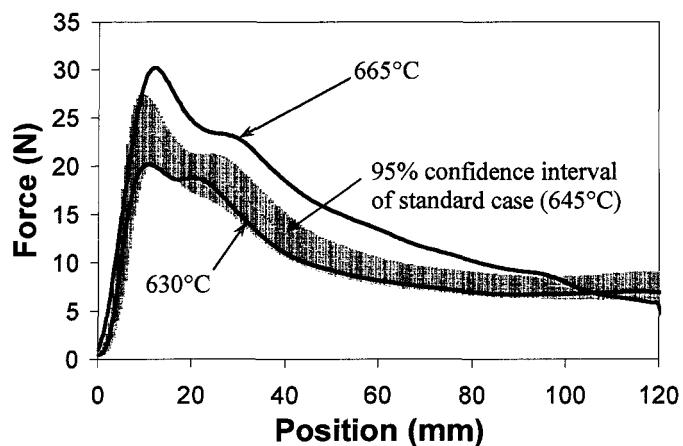


Figure 5 – Effect of pouring temperature on the force to slice the slug. The slug was sliced from top to bottom and the initial position refers to the top

Table 3 – Summary of the experimental results

| Modified parameters | Non-destructive evaluations | | | Destructive evaluation Force | α -grain morphologies |
|-------------------------------------|------------------------------------|-------------------------------------|--------------|---------------------------------|------------------------------|
| | Crucible wall temperature 63 mm | Crucible wall temperature 127 mm | Drained mass | | |
| Pouring temperature (°C) | 630 | – | – | nd | nd |
| | 665 | + | nd | + | + |
| A356 alloy poured (kg) | 2.0 | nd | – | – | r + d |
| | 2.4 | nd | nd | + | nd |
| Crucible initial temperature (°C) | 45 | + | nd | + | nd |
| | -50% | nd | nd | + | nd |
| Coating thickness (μm) | +50% | nd | – | nd | r + d |
| | | | | + | |

– : below standard response, + : above standard response, nd : not detected,
g = globules, **r** = rosettes, **d** = dendrites, predominant morphology put in first

The examination of Table 3 teaches that among the three methods used to detect the process deviations, the measurement of the drained metal was the most reliable. This was followed by the temperature and the force measurements. In addition, the combination of the temperature and mass measurements succeeded at detecting all the process deviations. Also listed in Table 3 are the structures (dendrites, rosettes or globules) that were observed from the metallographic examinations of the quenched samples. The results show that the force measurements can be a useful tool to determine optimal production parameters for the semi-solid aluminum since they can quickly assess the state of the grain morphologies. Examples of these morphologies are provided by the photomicrographs in Figure 6. In some instances, the rapid cooling during quenching of the samples produced internal cracks and the examination of their interfaces provided structures with the depth of field shown in Figure 7.

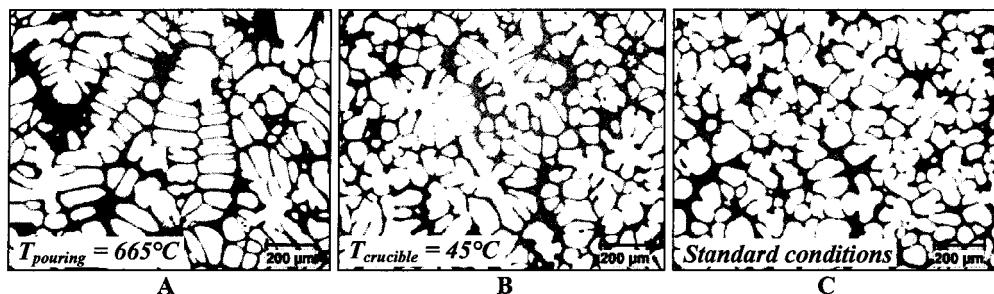


Figure 6 – Grain morphologies of quenched samples observed with an optical microscope at 50X showing: a) dendrites, b) rosettes, c) globules.

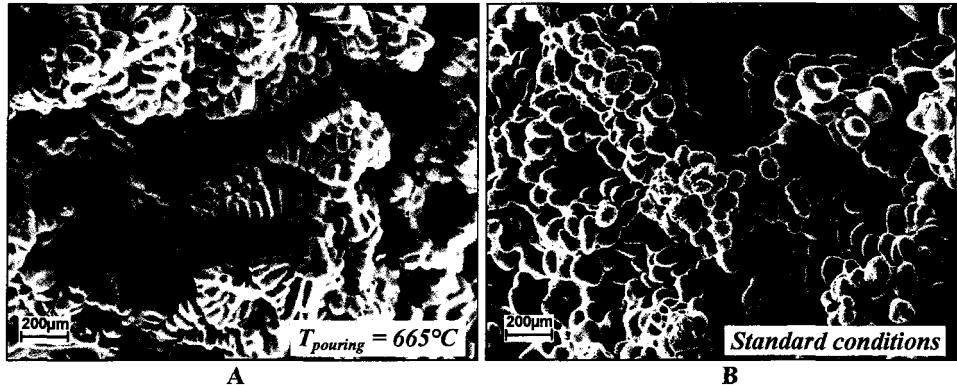


Figure 7 – Grain morphologies of quenched samples observed with a scanning electron microscope showing: a) dendrites at 60X, b) globules at 80X

The relationship between the grain structures and the slicing force is illustrated in Figure 8. It is seen that the force decreased according to the ripening state of the grains (dendrites → rosettes → globules).

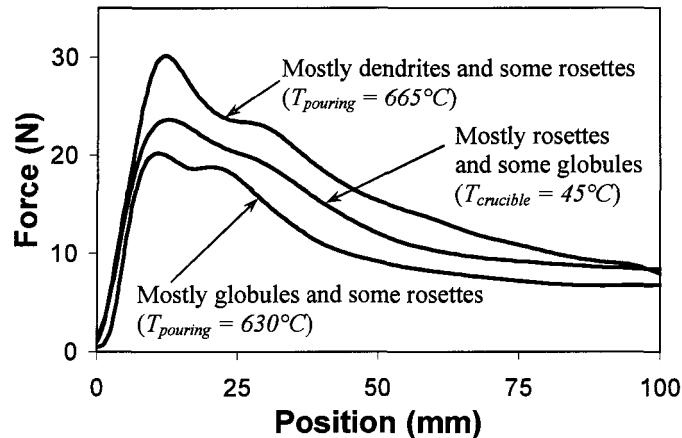


Figure 8 – Slicing force as a function of slug position for different grain morphologies

In Figures 5 and 8, it is seen that the maximum slicing force was typically detected at approximately 15 mm from the top surface of the slug. In principle this should have been measured at or closer to the surface since, due to exposure to the ambient conditions, the outermost layer of the slug had a higher solid fraction than the bulk. In addition, a ‘ripple’ in the force was often observed and this may have been caused by a readjustment in the velocity of the cutting tool as the slicing of this higher resistance layer was completed. The metallographic examination of the longitudinal sections of the slugs also revealed that aside from this outermost top layer, the microstructures were quite uniform. Therefore, the decrease in force as the slug was

being sliced may have been caused by an increase in the shear rate at the interface between the cutting tool and the slug. Since the semi-solid aluminum is pseudoplastic, this shear rate increase would yield a decrease in the apparent viscosity and thus a decrease in the force. Work is presently carried out to improve the slicing apparatus with different mechanical and electronic components to test these hypotheses. As far as the measurements of the crucible temperatures and the drained metal masses are concerned, additional work is being conducted to implement these approaches to an on-line process monitoring system to insure that slugs are produced under desired parameters.

CONCLUSIONS

Force measurements performed on semi-solid slugs provided valuable information on the grain morphology of the solid aluminum phase. This novel approach could therefore be a useful tool to quickly determine the optimal process parameters to produce slugs with the desired grain morphology. Additionally, the drained metal weight and crucible wall temperature measurements confirmed the impact of modified process parameters on the grain morphology.

ACKNOWLEDGMENTS

This work was funded by the Chaire industrielle sur la solidification et la métallurgie de l'aluminium (CISMA) of Université du Québec à Chicoutimi (UQAC) and the Aluminium Technology Centre (ATC). Technical assistance from Martin Bouchard and Gilles Lemire, from UQAC, as well as Hélène Grégoire and Christina Del Vasto from ATC are acknowledged. The authors are grateful to Alcan International Limited for allowing the publication of this work.

REFERENCES

1. D.B. Spencer, Ph.D. Thesis, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA, 1971.
2. S.P. Midson, "Rheocasting Processes for Semi-Solid Casting of Aluminum Alloys", Die Casting Engineer, Vol. 50, No. 1, 2006, 48-51.
3. D. Doutre, G. Hay, P. Wales, "Semi-Solid Concentration Processing of Metallic Alloys", US Patent, No. 6,428,636, 6 August 2002.
4. J. Langlais, A. Lemieux, D. Bouchard and C. Sheehy, "Development of a Versatile Rheocasting Technology", Proceedings of the SAE 2006 World Congress & Exhibition, Detroit, USA, 2006, *to be published*.

5. S. Midson, V. Rudnev, R. Gallik, "The Induction Heating of Semi-Solid aluminum Alloys", Proceedings of the 5th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Golden, USA, 1998, 497-504.
6. A. Bendada, K.T. Nguyen, C.A. Loong, "Application of Infrared Imaging in Optimizing the Induction Heating of Semi-solid Aluminum Alloys", Proceedings of Advanced Sensor for Metals Processing (CIM 1999), 1999, 331-342.
7. H. Müler-Späth, D. Bernhard, P.R. Sahm, "The Use of a Dynamic Penetration Method for the Characterization of Semi-Solid Alloys", Proceedings of the 5th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Golden, USA, 1998, 713-720.
8. R. Bigot, V. Favier, C. Rouff, "Characterisation of Semi-solid Material Mechanical Behaviour by Indentation test", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 160, 2005, 43-53.
9. M.C. Fleming, J. Yurko, R. Martinez, "Semi-solid forming: our understanding today and its implications for improved processes", Solidification Processes and Microstructures: A Symposium in Honor of Wilfried Kurz as held at the 2004 TMS Annual Meeting; Charlotte, NC, USA, 2004, 3-14.
10. D.C. Montgomery, "Introduction to Statistical Quality Control", 5th edition, John Wiley & Sons, New York, NY, USA, 1990, 262-265 and 679.

