

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mohamed Khider-Biskra

Faculté des Sciences et de Technologie

Département : Génie Mécanique

Réf. :



جامعة محمد خيضر – بسكرة

كلية العلوم و التكنولوجيا

قسم: الهندسة الميكانيكية

المرجع:

Thèse

Présentée pour l'obtention du diplôme de

Doctorat en Sciences en : Génie Mécanique

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Métallurgie

Présentée publiquement par :

Saïd BEROUAL

Étude de la coulée d'un alliage d'aluminium

Soutenue le : 27/02/2020

Devant le jury composé de:

Mohamed Nadir AMRANE	Professeur	Président	U. Mohamed Khider-Biskra
Zakaria BOUMERZOUG	Professeur	Rapporteur	U. Mohamed Khider-Biskra
Mabrouk BOUABDALLAH	Professeur	Examineur	ENP Alger
Djamel BRADAI	Professeur	Examineur	USTHB Alger

Année universitaire : 2019-2020

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier le Ministère Algérien de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique qui m'a offert une bourse de 18 mois et qui m'a permis de bénéficier d'un stage dans le cadre du Programme National Exceptionnel (PNE) afin de finaliser ma thèse de doctorat.

Je remercie chaleureusement mon Directeur de thèse Monsieur Zakaria BOUMERZOUG, Professeur à l'université Mohamed Khider de Biskra de m'avoir confié ce travail, pour son aide, son soutien et pour tout ce que j'ai appris de lui durant les années de thèse.

Je remercie également Monsieur Pascal PAILLARD, Professeur à l'école d'ingénieur de l'université de Nantes, Polytech Nantes, responsable de l'équipe : Ingénierie des Matériaux et Métallurgie (ID2M) de l'Institut des Matériaux Jean Rouxel, de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire, pour son aide, ses qualités humaines et surtout d'avoir mis à ma disposition l'ensemble d'équipements qui m'a permis de réaliser ce travail.

Je remercie Monsieur Mohamed Nadir AMRANE, Professeur à l'Université Mohamed Khider de Biskra, pour l'honneur qu'il m'a fait de bien vouloir accepter la présidence de ce jury. Je remercie aussi Messieurs : Mabrouk BOUABDALLAH, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, Djamel BRADAI, Professeur à l'Université des sciences et de la Technologie Houari Boumédiène d'Alger, d'avoir accepté de juger ce travail.

Je tiens à remercier particulièrement : Monsieur Yann BORJON-PIRON pour toutes les connaissances qui m'a apportées en microscopie électronique à balayage MEB, ainsi que pour ses qualités humaines et ses précieuses aides lors de mon séjour scientifique à l'IMN de Nantes.

Je voudrais remercier toutes les équipes du laboratoire IMN présentes sur le site de la Chantrerie pour l'atmosphère de travail parfaite, détendue et professionnelle, en particulier l'équipe Ingénierie des Matériaux et Métallurgie (ID2M). Je souhaite ici apporter ma gratitude à Emmanuel BERTRAND, Alexandre BENOIT, Fabrice CHAUSSÉ, Arnaud GIRAUDET pour leur aide, leur professionnalisme et la qualité de leur accueil. Je souhaite aussi remercier tous le personnel technique du laboratoire IMN Messieurs : Fanch GUILLOU, Jean-Francois BERTHELOT et Dominique LAFON pour toute aide qui m'ont apportées. Merci également à

mes collègues de bureau Sameer JOMA, et Valentin PIGOREAU pour ses nombreuses blagues et discussions sur les droits des échantillons.

Je souhaiterais aussi exprimer ma gratitude aux responsables de l'entreprise ETRAG de Constantine, Messieurs Yazid MAHROUG et Abdennour YAHYOUCHE, et aux responsables de la fonderie DEJOIE à Nantes pour m'avoir fourni gracieusement les échantillons des alliages d'aluminium.

Je tiens également à remercier tous les membres des laboratoires de recherche de Métallurgie, DRX et MEB de l'université de Biskra et du laboratoire des Composants Actifs et Matériaux d'Oum El Bouaghi qui m'ont accueilli au sein de leur groupe de recherche.

Enfin, je tiens à remercier ma famille pour son soutien et tout particulièrement ma mère qui a toujours été de bons conseils et a fait tout ce qu'il fallait pour me mettre sur les rails. C'est certainement à ma femme bien aimée Sara, à mes perles rares Ala Lyna, Loudjeine, Djouri et Lilia que je suis le plus redevable. Elles ont su faire preuve d'une patience infinie. Et tous mes remerciements n'y suffiraient pas.

A toutes les personnes qui, de près comme de loin, ont contribué à réaliser ce travail.

À la mémoire de mon père BEROUAL Boudjamaa, qui malgré son absence physique ne cesse d'être à mes côtés et de me soutenir pour m'orienter vers un idéal . . .

ملخص:

تتناول هذه الدراسة دراسة تجريبية بحثية عن تأثير عمليات الصب من ناحية والتركيب الكيميائي للسبائك من ناحية أخرى ، على الخواص المجهريية وصلابة سبائك الألومنيوم-سيليكون الخاصة بصناعات السيارات و صناعات الفضاء. تتألف دراستنا من جزأين رئيسيين تضم ثلاثة سبائك، هما $Al_{12}SiCu$ و $Al_{12}Si$ و Al_{7SiMg} ، على التوالي تنتمي إلى أنظمة $Al-Si-Cu-Mg$ و $Al-Si-Cu$ و $Al-Si-Mg$ ، تم فحصها في الجزء الأول ، أجريت دراسة مقارنة على تباين البنية المجهريية والخواص الميكانيكية لسبائك $Al-Si-Cu-Mg$ المصبوبة في الرمال وتحت الضغط. في هذا المنظور، تم استخدام تقنيات مختلفة (المجهر الضوئي، MEB، DRX، والصلابة). تم تحديد التركيب الكيميائي للمراحل المختلفة من السبائك باستخدام كاشف EDS المدمج في جهاز MEB. في الجزء الثاني ، تمت دراسة تأثير المعالجات الحرارية والإضافات الصغيرة لعناصر Mg و Cu على تطور البنية المجهريية والخواص الميكانيكية لسبائك $Al-Si$ و $Al-Si-Cu$. Mg تميزت آثار المعالجات الحرارية والشيخوخة المختلفة بقياسات الصلابة الدقيقة وتحليلات حيود الأشعة السينية لرصدها بأكثر قدر ممكن من التفاصيل ، عملية تشكيل وحل المراحل والتغيرات في البنية المجهريية و الخواص الميكانيكية الناتجة. تم تفسير المورفولوجيا و صفات المراحل الناشئة في البنية المجهريية على أساس نتائج التحليل الذي تم إجراؤه باستخدام كاشف EDS. مكنت هذه الدراسة من استخلاص استنتاجات حول تطور البنية المجهريية والتغيرات في الخواص الميكانيكية للصلابة كدالة في تكوين السبائك والمعالجات الحرارية المطبقة. سمح لنا التباين في زمن الانحلال والشيخوخة من حيث الصلابة ، بإيجاد الطرق المثلى للمعالجات الحرارية لهذه السبائك. أكد تحليل نتائج الصلابة الدقيقة أن سبيكة $Al-Si-Mg$ تعرض صلابة هيكلية ملحوظة بالنسبة إلى سبيكة $Al-Si-Cu$. تتطور نتائج الصلابة وتحليلات XRD بنفس الطريقة وتتفق جيداً مع بعضها البعض.

الكلمات المفتاحية: الألومنيوم ، سبائك الصب ، البنية المجهريية ، عمليات الصب ، المعالجة الحرارية.

Résumé:

La présente étude porte sur une investigation, purement expérimentale, de l'influence des procédés de coulée d'une part et de la composition chimique d'autre part, sur les propriétés microstructurales et la dureté des alliages Al-Si, destinés à l'industrie automobile et aérospatiale. Cette étude comprend deux parties principales dans lesquelles trois alliages, à savoir Al-12Si-Cu, Al-12Si et Al-7Si-Mg, appartenant respectivement aux systèmes Al-Si-Cu-Mg, Al-Si-Cu et Al-Si-Mg, ont été examinés. Dans la première partie, une étude comparative sur la variation de la microstructure et la dureté d'un alliage Al-Si-Cu-Mg coulé en sable et sous pression, a été réalisée. Dans cette optique, différentes techniques ont été utilisées (microscopie optique, MEB), DRX et microdureté. La composition chimique des différentes phases de tous les alliages a été déterminée à l'aide du détecteur EDS intégré à l'appareil du MEB. Dans une deuxième partie, l'influence des traitements thermiques et des petits ajouts d'éléments Cu et Mg sur l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques des alliages Al-Si-Cu et Al-Si-Mg a été étudiée. Les effets des traitements thermiques et de la cinétique des précipitations au cours des différents temps de mise en solution et de vieillissement ont été caractérisés par des mesures de microdureté et des analyses de diffraction des rayons X pour surveiller, de manière aussi détaillée que possible, les processus de formation et de dissolution des phases et les changements des propriétés mécaniques qui en résultent. La morphologie et la qualité des intermétalliques formées dans les différents alliages ont été interprétées sur la base des résultats de l'analyse métallographique réalisée. Cette étude a permis de tirer des conclusions sur l'évolution de la microstructure et les variations des propriétés mécaniques de dureté en fonction de la composition des alliages et des traitements thermiques appliqués. La variation dans les temps de mise en solution et de vieillissement nous a permis d'établir, en termes de dureté, les paramètres optimaux des traitements thermiques de ces alliages. L'analyse des résultats de la microdureté a affirmé que l'alliage Al-Si-Mg présente un durcissement structural appréciable par rapport à l'alliage Al-Si-Cu. Les résultats des analyses de microdureté et de DRX évoluent de la même manière et sont en bon accord les uns aux autres.

Mots clés : aluminium, alliage de fonderie, microstructure, procédés de coulée, traitement thermique.

Abstract:

This study is a purely experimental investigation of the influence of casting processes on the one hand and the chemical composition on the other hand, on the microstructural properties and hardness of Al-Si alloys for the automotive and aerospace industries. Our study includes two main parts in which three alloys, namely Al-12Si-Cu, Al-12Si and Al-7Si-Mg, belonging respectively to the Al-Si-Cu-Mg, Al-Si-Cu and Al-Si-Mg systems, were examined. In the first part, a comparative study on the variation of the microstructure and hardness of an Al-Si-Cu-Mg alloy cast in sand and in high pressure die casting machine (HPDC) was carried out. To this end, different techniques were used (optical microscopy, SEM), DRX and microhardness. The chemical composition of the different phases of all alloys was determined using the EDS detector integrated into the SEM apparatus. In a second part, the influence of heat treatments and small additions of Cu and Mg elements on the evolution of the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Cu and Al-Si-Mg alloys was studied. The effects of heat treatments and precipitation kinetics during the different solution and ageing times were characterized by microhardness measurements and X-ray diffraction analyses to monitor, in as much detail as possible, the processes of phase formation and dissolution and the resulting changes in mechanical properties. The morphology and quality of the intermetallics formed in the different alloys were interpreted on the basis of the results of the metallographic analysis performed. This study made it possible to draw conclusions on the evolution of the microstructure and the variations in mechanical hardness properties as a function of the composition of the alloys and the heat treatments applied. The variation in solution heat treatment and ageing times has allowed us to establish, in terms of hardness, the optimal parameters for the heat treatments of these alloys. The analysis of the microhardness results showed that the Al-Si-Mg alloy exhibits significant structural hardening compared to the Al-Si-Cu alloy. The results of the microhardness and DRX analyses evolve in the same way and are in good agreement with each other.

Keywords: aluminum, casting alloy, microstructure, casting processes, heat treatment.

Table des matières

Remerciements	
Résumé	
Table des matières	i
Liste des figures	iv
Liste des tableaux	x
Introduction générale	1
Chapitre I : Alliages d'aluminium de fonderie	5
I.1 Généralités sur l'aluminium	5
I.1.1 Définition	5
I.1.2 Propriétés de l'aluminium pur	6
I.2 Classification des alliages d'aluminium	6
I.2.1 Caractéristiques de la coulée des alliages d'aluminium	8
I.3 Description des procédés de moulage	9
I.3.1 Moulage au sable	9
I.3.1.1 Moulage au sable lié à l'argile	10
I.3.1.2 Liants et produits chimiques	11
I.3.1.3 Moulage et noyautage au sable lié chimiquement	12
I.3.2 Moulage en coquille par gravité	13
I.3.3 Moulage sous pression	15
I.4 Effet des éléments d'addition	19
I.4.1 Silicium	20
I.4.2 Cuivre	20
I.4.3 Magnésium	20
I.4.4 Fer	21
I.4.5 Manganèse	21
I.4.6 Chrome	21
I.4.7 Zinc	22
I.4.8 Nickel	22
I.4.9 Strontium	22
I.4.10 Titane	22
I.4.11 Bore	22
I.4.12 Zirconium	23
I.5 Alliages Al-Si de fonderie	23
I.5.1 Caractéristiques microstructurales des alliages Al-Si de fonderie	25
I.5.2 Effet de la vitesse de refroidissement	26
I.5.3 Affinage de grain	30
I.5.4 Modification chimique du silicium eutectique	32
I.6 Solidification et développement de microstructure dans les alliages Al-Si	34
I.6.1 Solidification des alliages Al-Si-Mg	34
I.6.2 Solidification des alliages Al-Si-Cu-Mg	35
I.7 Principales phases intermétalliques dans les alliages Al-Si	36
I.7.1 Phases intermétalliques riches en fer	36
I.7.1.1 Effet de la composition chimique sur la formation des composés intermétalliques	41
I.7.1.2 Effet de la température sur la formation de composés intermétalliques	43

I.7.1.3	Effet de la vitesse de refroidissement sur la formation et la morphologie des composés intermétalliques	45
I.7.2	Phases intermétalliques contenant du cuivre.....	46
I.7.3	Phases intermétalliques contenant du magnésium	47
I.7.4	Phases intermétalliques contenant du cuivre et du magnésium	49
I.8	Imperfections de fonderie.....	51
I.8.1	Défaut des films d'oxyde	51
I.8.2	Porosité.....	52
I.8.3	Effet des intermétalliques de fer β et α sur les pores.....	54
I.9	Influence de la teneur des éléments d'addition sur les caractéristiques mécaniques des alliages Al-Si	55
I.9.1	Influence de silicium	56
I.9.2	Influence du fer et du manganèse.....	57
I.9.3	Influence du cuivre.....	59
I.9.4	Influence du magnésium	60
I.10	Application des alliages commerciaux Al-Si	61
	Référence bibliographiques.....	67

Chapitre II : Traitements thermiques des alliages d'aluminium..... 74

II.1	Solubilité des éléments d'alliage dans l'aluminium	74
II.2	Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	75
II.3	Système de désignation des états métallurgiques	77
II.4	Mécanismes de durcissement des alliages d'aluminium	79
II.4.1	Durcissement par écrouissage	79
II.4.2	Durcissement par formation de solution solide.....	80
II.4.3	Durcissement structural.....	80
II.4.3.1	Mise en solution	81
II.4.3.2	Trempe	82
II.4.3.3	Vieillessement.....	84
II.5	Séquences de précipitation des alliages d'aluminium.....	90
II.5.1	Durcissement des alliages Aluminium-Silicium-Cuivre-Magnésium.....	90
II.5.2	Durcissement des alliages Aluminium-Silicium-Magnésium.....	91
II.6	Changements microstructuraux dus au traitement thermique	92
II.6.1	Sphéroïdisation du silicium eutectique	93
II.6.2	Dissolution des phases riche en fer	95
II.7	Propriétés mécaniques.....	98
II.7.1	Effet de la concentration du cuivre et du magnésium sur la dureté	99
II.7.2	Évolution de la dureté en fonction du temps du vieillissement.....	100
	Référence bibliographiques.....	102

Chapitre III : Procédés, matériaux et techniques de caractérisation 106

III.1	Introduction	106
III.2	Elaboration des Alliages étudiés	107
III.2.1	Moulage au sable.....	107
III.2.2	Moulage en coquille.....	107
III.2.3	Moulage sous pression	108
III.3	Matériaux étudiés	109
III.4	Traitements thermiques	112
III.4.1	Mise en solution	112
III.4.2	Trempe	113

III.4.3 Revenu.....	113
III.5 Techniques de caractérisation	114
III.5.1 Préparation des échantillons.....	114
III.5.2 Microscopie optique.....	115
III.5.3 Microscopie électronique à balayage	116
III.5.4 Diffraction des rayons X (DRX)	118
III.5.5 Essai de la microdureté.....	119
Référence bibliographiques.....	122
Chapitre IV : Résultats expérimentaux et discussions.....	124
IV.1 Introduction	124
IV.2 Effet des procédés de coulée sur la microstructure des alliages d'aluminium.....	124
IV.2.1 Introduction	124
IV.2.2 Microstructures générales.....	125
IV.2.3 Identifications des intermétalliques.....	127
IV.2.3.1 Microscopie optique.....	127
IV.2.3.2 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	129
IV.2.3.3 Analyse spectrométrique à dispersion d'énergie (EDS)	134
IV.2.3.4 Analyse cartographique.....	137
IV.2.4 Diffraction des rayons X	142
IV.2.5 Morphologie des intermétalliques en trois dimensions.....	145
IV.2.6 Morphologies spéciales du silicium primaire.....	148
IV.2.7 Essais de dureté	152
IV.3 Effet des éléments d'addition et les traitements thermiques sur le durcissement des alliages d'aluminium.....	154
IV.3.1 Introduction	154
IV.3.2 Microstructures à l'état de coulée	155
IV.3.3 Identification de phase.....	158
IV.3.4 Effet de la mise en solution	161
IV.3.5 Résultats des tests de microdureté.....	163
IV.3.5.1 État tel que coulé	163
IV.3.5.2 État de mise en solution	163
IV.3.5.3 État de vieillissement	164
IV.3.6 Analyses DRX.....	165
IV.3.6.1 État tel que coulé	165
IV.3.6.2 Comportement des précipitations.....	166
Référence bibliographiques.....	168
Conclusion générale et Perspectives.....	172

Liste des figures

Figure I.1: La structure cristalline de l'aluminium - Structure cubique à faces centrées (cfc) : (a) maille élémentaire de l'aluminium, (b) empilement compact d'atomes [2].	5
Figure I.2 : Procédé typique de moulage au sable :(a) Moulage au sable vert, dans lequel le sable lié à l'argile est tassé autour d'un modèle, (b) les noyaux de sable peuvent produire des cavités internes dans le moulage [7].	10
Figure I.3: Procédé de moulage en coquille (moulage permanent), dans lequel le métal est versé dans un moule en fer ou en acier [7].	13
Figure I.4 : (a) Coulée de l'alliage d'aluminium en fusion, (b) sortie de la pièce de la coquille après solidification, images Fonderie Aluminium Sesam [11].	14
Figure I.5 : Moulage sous pression à chambre chaude [13].	16
Figure I.6 : Moulage sous pression à chambre froide [13].	17
Figure I.7 : Cycle de production sous pression [13].	18
Figure I.8 : Diagramme de phase du système binaire Al-Si avec effet de la teneur de silicium sur la microstructure : (I) alliages hypo-eutectiques, (II) alliages eutectiques, (III) alliages hyper-eutectiques [17].	24
Figure I.9 : Images: (a) MEB d'une structure dendritique en trois dimension [19], (b) microscopie optique d'une dendrite en vue de coupe montrant des exemples de mesure de la DAS et de la SDAS [20].	25
Figure I.10 : Effet de la vitesse de refroidissement sur variation de (a) la taille des grains, SDAS et UTS de l'alliage d'aluminium AlSi9Cu [21] ; (b) la micro-dureté d'un alliage A356 [24].	27
Figure I.11 : Arrêts thermiques «.», avec une vitesse de refroidissement rapide de 1 à 2 °C/sec. Les lignes pleines montrent le diagramme d'équilibre [26].	27
Figure I.12 : Alliage Al-12,5%Si (a) refroidi lentement avec une vitesse de croissance de ~ 5 µm/sec × 200 et (b) le même alliage refroidi rapidement avec une vitesse de croissance de ~ 1 mm/sec × 500 [26].	28
Figure I.13 : Séquence suggérée montrant comment l'aluminium peut occlure le silicium sur un front solide-liquide en croissance dans les alliages Al-Si refroidis rapidement [30].	29
Figure I.14 : Macrostructure des grains observée dans l'alliage 413 suite à l'ajout de : (a) 0.07% de Ti, (b) 0.3279% de Ti et 0.0360% de B [41] ; (c) variation de la taille de grain de l'alliage A356 avec les 3 raffineurs [39].	32
Figure I.15 : Comparaison de la morphologie du silicium dans un alliage d'aluminium-silicium hypo-eutectique: (a) non modifié, (b) modifié par Sr (300 ppm Sr) et (c) modifié par Sb (2400 ppm Sb) [42].	33
Figure I.16 : Micrographies MEB montrant les morphologies des composés intermétalliques de fer : (a) la phase β -Al ₃ FeSi en deux distributions de tailles différentes, « P » indique pré-eutectiques et « O » co-eutectiques dans un alliage Al-10,7Si-0,8Fe modifié au Sr [56] ; (b) la phase α -Al ₁₅ (FeMnCr) ₃ Si ₂ en forme d'écriture chinoise [70] ; (c) et (e) Morphologie des particules α -Fe polyédriques dans les alliages AlSi9Cu3(Fe) après attaque chimique profonde avec 0,057 et 0,153 % en poids de Cr, respectivement [66] ;	

(d) morphologie typique de la phase α -Fe en étoile ramifiée dans un alliage Al-12,5Si avec 1,2% Fe, 0,3% Mn, et 0,1% Cr [71] ; (f) coexistence des aiguilles β -Fe avec des particules α -Fe polyédriques primaires (sludge) et secondaire (pro-eutectique) en raison du faible rapport Mn/Fe ($\sim 0,17$) dans l'alliage AlSi9Cu3(Fe) [67].	41
Figure I.17 : Facteur de température/composés intermétalliques calculés selon l'équation (I.1) après Jorstad et Gobrecht. La zone de précipitation des composés intermétalliques est représentée sur la figure [74].	42
Figure I.18 : L'effet du manganèse à chaque teneur en fer dans l'alliage Al-12,7 % Si-0,1 % Cr [76].	43
Figure I.19 : Température de formation des composés intermétalliques dans les alliages contenant 0,4 ; 0,8 et 1,2 % Fe [76].	44
Figure I.20 : Effet de la vitesse de refroidissement (a) sur le pourcentage de volume des intermétalliques, (b) sur le nombre de particules formées dans une unité de surface et (c) composés intermétalliques en forme d'étoile et en forme explosée d'un alliage Al-12.7% Si contenant 0.8 % de Fe) [73].	46
Figure I.21 : Images MEB montrant la phase de cuivre: (a) en bloc θ -Al ₂ Cu et (b) en eutectique (Al+Al ₂ Cu) [77] ; (c) précipitation des particules intermétalliques Al ₂ Cu sur les aiguilles β -Fe dans un alliage AlSi10.8Cu2 [78].	47
Figure I.22 : Images d'électrons secondaire rétrodiffusés par MEB-(BSE) montrant (a) l'étroite association entre la phase π et la phase β dans un alliage Al-7,2Si-0,51Mg [81], (b) occurrence de la phase π et des phases d'écriture chinoise Mg ₂ Si dans un alliage 413 [82].	49
Figure I.23 : (a) Image MEB-(BSE) prise à partir d'un alliage Al-10,8%Si qui contient 2,13% Cu et 0,37% Mg, montrant les particules de phase Al ₂ Cu et Q-Al ₅ Mg ₈ Cu ₂ Si ₆ [78] ; (b) Précipitation coopérative de (A) β -Al ₅ FeSi, (B) particules de Si, (C) Mg ₂ Si, (D) Al ₂ Cu en bloc et (E) la phase Q-Al ₅ Mg ₈ Cu ₂ Si ₆ pendant le processus de solidification d'un alliage Al-11,5% Si contenant 0,90% Cu et 0,44% Mg. La flèche indique la transformation partielle de la phase β -Al ₅ FeSi à la phase π -Al ₈ Mg ₃ FeSi ₆ [48].	50
Figure I.24 : Micrographies des particules riches en fer dans des alliages Al-11.5Si-0.4Mg se développant sur des bi-films d'oxyde : (a) image MEB-(BSE) des films d'oxyde comme origine des fissures dans les phases β -Fe et Si [86], (b) Micrographie optique du même alliage coulé et sédimenté à 600°C pendant 4 h montrant les films d'oxyde et les particules primaires α -Al(FeMn)Si à la base de la coulée [87].	52
Figure I.25 : (a) Solubilité de l'hydrogène dans des alliages d'aluminium de fonderie [25], (b) un pore de retrait et de gaz formant un seul pore dans un alliage AlSi9Cu3 [89].	54
Figure I.26 : Micrographies d'un alliage 319 montrant: (a) les particules en plaquettes associées aux pores sont les plaquettes β -Fe qui limitent l'apport en métal liquide, (b) association des particules en écriture chinoise α -Fe avec les pores [90].	55
Figure I.27 : Graphiques montrant l'influence du niveau de fer et de la vitesse de refroidissement sur les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium A380 [96].	58
Figure I.28 : La variation des propriétés de traction avec l'ajout du manganèse à différentes vitesses de refroidissement pour des alliages Al-9Si-0,3Fe [63].	58

Figure I.29 : (a) Résistance à la traction des alliages Al-7Si-0,35Mg en fonction de la teneur de Cu [97], (b) la variation des propriétés de traction en fonction de la teneur en Cu des alliages Al-11Si-0,3Mg [98], (c) Les courbes d'essai de traction révèlent que les niveaux de Cu dans une plage de 0 à 5 % continuent d'augmenter la résistance à la traction au détriment de la ductilité [99].	60
Figure I.30 : Effet de la teneur en Mg sur : (a) les propriétés mécaniques des alliages Al-7Si-xMg [100], (b) la résistance à la traction et l'allongement des alliages Al-11,5%Si à différentes teneurs de Cu [48]. (Les deux alliages ont été coulés par gravité en coquille).	61
Figure I.31 : Le groupe sculpté en aluminium du musée de Compiègne réalisé par l'orfèvrerie Christofle pour le compte de Napoléon III [101].	62
Figure I.32 : (a) Un bloc-moteur diesel typique avec culasse, (b) les jantes en alliage A356.0 produites par la coulée basse pression, (c) mat extérieur de l'avion Alpha Jet en alliage A 357 coulé en sable, (d) structure centrale NIB de l'avion MRCA Tornado en alliage A 357 moulage en sable, (e) support de verrouillage de la porte du train d'atterrissage principal en D357.0 pour l'avion 767, (f) moyeu de rotor d'hélicoptère coulé de première qualité en A357.0, (g) culasse V8 d'un moteur à essence, (h) boîtier de transmission en 380.0, (i) piston en aluminium, (j) bloc moteur BMW 6L V10 en alliage 390, (k) carter du volant moteur d'un camion (Brabant Alucast).	65
Figure II.1 : Solubilité solide binaire à l'équilibre en fonction de la température pour les éléments d'alliage les plus fréquemment ajoutés à l'aluminium.	74
Figure II.2 : Illustration des intervalles de température utilisés pour le traitement thermique des alliages de la famille Al-Cu [5].	77
Figure II.3 : Principe des traitements thermiques de durcissement d'un alliage d'aluminium par précipitation.	80
Figure II.4 : Courbes de refroidissement obtenues à l'aide de différents médias.	83
Figure II.5 : Schéma de subdivisions des états T6 et T7.	85
Figure II.6 : Schémas des différentes étapes de la séquence de précipitation du système Al-Cu : (a) solution solide sursaturée, (b) zones de Guinier-Preston ou précipité cohérent, (c) précipités semi-cohérent, (d) précipités incohérent.	86
Figure II.7 : Variation de la limite élastique des alliages Al-Cu 4% trempés en fonction du temps de revenu à 150°C [9].	87
Figure II.8 : (a) cisaillement d'un précipité cohérent par les dislocations, (b) contournement des précipités par mécanisme d'OROWAN.	89
Figure II.9 : Réponses de durcissement par vieillissement pour l'alliage Al-9,37Si-0,73Cu-0,41Mg-0,31Zn-0,79Fe-0,21Mn vieilli à 150°C, 180°C et 220°C après traitement thermique de mise en solution à 505°C pendant 15 minutes et trempé.	90
Figure II.10 : Micrographies en microscopie électronique à transmission (MET) de l'alliage Al-Si-Cu-Mg (B319) traité thermiquement à l'état T7 (mise en solution à 498°C pendant 2 h et vieilli à 240°C pendant 4h) montrant la distribution des précipités (a) près de la périphérie de la dendrite d'aluminium et (b) au centre de la dendrite d'aluminium [25].	91
Figure II.11 : Images électroniques rétrodiffusées MEB des précipitations observées dans les barres de traction de l'alliage A356.0 : (a) condition T4 et (b) condition T6.	92

Figure II.12 : Caractérisation schématique des trois étapes de fragmentation, sphéroïdisation et de grossissement de la phase Si.....	94
Figure II.13 : Taille et répartition des particules de silicium eutectique dans un alliage 356 attaqué profondément en fonction du traitement thermique de mise en solution : (a) et (c) tel que coulé, (b) et (d) après 200 heures de mise en solution à 550°C; (a) et (b) alliage non modifié, (c) et (d) alliage modifié par le Sr [32].	95
Figure II.14 : Comparaison de la morphologie de la phase α -Fe riche en fer de l'alliage A356 modifié, SDAS de 30 à 45 μ m, mise en solution à 538 °C pendant : (a) 30 min et (b) 10 h [4].	96
Figure II.15 : (a) Température de la mise en solution à l'équilibre et hors-équilibre d'un alliage Al-Si-Cu, (b) Le mécanisme de fragmentation de la phase β -Fe.	97
Figure II.16 : Evolution de la dureté en fonction du temps de vieillissement pour des alliages à différente concentration: (a) de Cu pendant le vieillissement à 175°C, (b) de Mg pendant le vieillissement à 150°C.	100
Figure II.17 : Les courbes d'évolution de la dureté en fonction du temps de vieillissement de l'alliage A357 à différentes températures de vieillissement artificiel comprises entre 22 et 250°C.....	101
Figure II.18 : Evolution de la dureté Vickers en fonction de la durée de vieillissement (h): (a) à 165°C pour l'alliage Al-14,5%Si 0,65%Mg, (b) à 205°C (carrés) et 220°C (croix) de l'alliage Al-14,5%Si-2%Cu.	102
Figure III.1 : (a) Coquille ouverte, (b) coquille fermée.....	108
Figure III.2 : Four de maintien utilisé lors des coulées sous pression à ETRAG.	109
Figure III.3 : La presse sous pression TRIULZI et (b) le moule utilisé pour la coulée sous pression.....	109
Figure III.4 : Schémas de la section transversale des pièces étudiées : (a) pour la coulée en sable et sous pression, (b) pour la coulée en coquille montrant les zones où les mesures de dureté et les examens microstructuraux ont été effectués.	111
Figure III.5 : Fours programmables pour traitements thermiques : (a) four tubulaire RT 50-250/13, (b) four de Linn High Therm de modèle LM-312.....	114
Figure III.6 : Microscope optique Zeiss Axio Imager M2.....	115
Figure III.7 : Diverses émissions d'un échantillon en réponse à une excitation par un faisceau d'électrons.	116
Figure III.8 : Microscope électronique à balayage MEB-FEG Merlin (Zeiss).....	117
Figure III.9 : Diffractomètre de rayon X de type Bruker D8 advance.....	118
Figure III.10 : Diffraction d'une onde incidente par une famille de plans atomiques d'un cristal [11].	119
Figure III.11 : (a) Microduromètre Vickers Struers DuraScan, (b) empreinte de la microdureté HV.	120
Figure IV.1 : Micrographies montrant la morphologie des dendrites α -Al et du silicium eutectique de l'alliage Al-Si-Cu-Mg coulé par deux moyens : (a) et (c) en sable ; (b) et (d) sous pression. (a)-(b) Microscopie optique ; (c)-(d) Microscopie BSE-MEB.....	126

Figure IV.2 : Micrographies optiques d'échantillons attaqués chimiquement par un réactif sulfurique H_2SO_4 montrant les principaux intermétalliques observés : (a) et (c) dans la coulée en sable ; (b) et (d) dans la coulée sous pression.	128
Figure IV.3 : Images BSE-MEB montrant les microstructures du même alliage obtenues par les deux procédés de coulée : ((a), (c), (e), (e), (g) et (h)) pour la coulée en sable et (b), (d) et (f) pour la coulée sous pression, où les principaux intermétalliques sont indiqués.	133
Figure IV.4 : Superposition de spectres EDS des composés intermétalliques analysés dans les coulées en sable et sous pression: (a) θ - Al_2Cu , (b) β -Fe et (c) α -Fe ; Spectre EDS correspondant aux phases spécifiées uniquement pour la coulée en sable: (d) Q- $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$, (e) π - $Al_8Mg_3FeSi_6$, et (f) M- Mg_2Si	136
Figure IV.5 : Micrographie MEB et analyses EDS des plaquettes β -Fe dans la coulée en sable: (a) image d'électrons secondaires (SE), (b) cartes EDS correspondant aux éléments Si, Fe, Mg, Mn, Cu et Cr et (c) cartes à fort grossissement montrant les phases mixtes θ et Q.	138
Figure IV.6 : Micrographies MEB et cartographie EDS de la phase α -Fe en écriture chinoise dans un alliage coulé en sable : (a) Image BSE montrant la morphologie des particules en écriture chinoise α -Fe, (b) image SE montrant un polyèdre α -Fe au début de son évolution en écriture chinoise ; (c) image BSE montrant les phases α -Fe, π et θ ; (d) leurs cartes EDS correspondant aux éléments Si, Cu, Mg, Fe, Mn et Cr.	139
Figure IV.7 : Micrographies MEB et cartographie EDS de la phase α -Fe polyédrique dans l'alliage coulé sous pression: a) Image BSE montrant les morphologies des particules pro-eutectiques α -Fe et des plaquettes courbées β -Fe ; b) Image InlensDuo montrant le polyèdre primaire α -Fe, et c) leurs cartes EDS correspondant aux éléments Si, Cu, Mg, Fe, Mn et Cr.	142
Figure IV.8 : (a) Superposition de diagrammes DRX normalisés obtenus à partir des analyses effectuées sur des échantillons coulés en sable et sous pression, (b) expansion des pics correspondant à l'intensité maximale Al (111).	144
Figure IV.9 : Superposition des diagrammes DRX normalisés d'échantillons attaqués profondément montrant les phases intermétalliques mineures identifiées.	145
Figure IV.10 : Images 3-D (BSE-MEB) d'échantillons attaqués chimiquement en profondeur montrant la morphologie de : (a)-(b) θ - Al_2Cu , (c)-(d) particules primaires de Si, (e)-(f) β -Fe plaquettes et particules primaires polyédriques α -Fe, (g)-(h) écriture chinoise α -Fe ; en ((a), (c), (e) et (g)) la coulée en sable et ((b), (d), (f) et (h)) la coulée sous pression.	147
Figure IV.11 : (a) Image BSE-MEB d'une plaque de Si primaire de forme hexagonale parfaite formée dans la coulée en sable [32]; (b) schéma de cristaux multiples en forme de plaques de maclage montrant des arêtes et des rainures rentrantes alternées [30]; (c) cristal avec un seul plan maclé, (d) arrêt de la croissance et fermeture des plans maclés en raison de la formation des crêtes, (e) évolution du cristal avec plusieurs plans de maclage [31].	150

Figure IV.12 : (a) Forme hexagonale d'une plaque observée dans la coulée sous pression, (b) les trois stades de croissance du silicium primaire en fonction de surfusion [32], (c) plaque idéale avec des plans de maclage [35].	152
Figure IV.13 : Représentation graphique des valeurs de dureté de l'alliage produit par les coulées en sable et sous pression.	153
Figure IV.14 : Micrographies optiques montrant (a-b) la taille des dendrites α -Al marquées (1) ; (c-d) la morphologie des particules de silicium eutectique marquées (2) ; et (e-f) (BSE)-(MEB) images correspondant respectivement aux alliages E1 et E2 tels que coulés. Les phases marquées par (3) et (4) se réfèrent respectivement aux phases α - $\text{Al}_{15}(\text{FeMnCr})_3\text{Si}_2$ en morphologie étoilée et aux écritures chinoise dans l'alliage E1 ; ainsi que par (6), (7) et (8) pour les phases β - Al_5FeSi , π - $\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$ et $\text{M-Mg}_2\text{Si}$, respectivement dans l'alliage E2.	156
Figure IV.15 : Micrographies (BSE)-MEB des alliages E1 et E2 (a-b) à l'état coulé ; et (c-d) après une MES de 16 h à 525 °C suivie de 50 h de vieillissement à 210 °C.	157
Figure IV.16 : Spectre EDS correspondant à (a) α - $\text{Al}_{15}(\text{FeMnCr})_3\text{Si}_2$ en morphologie étoilée; (b) β - Al_5FeSi ; (c) α - $\text{Al}_{15}(\text{FeMnCr})_3\text{Si}_2$ en morphologie d'écriture chinoise ; (d) π - $\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$; (e) θ - Al_2Cu et (f) $\text{M-Mg}_2\text{Si}$.	160
Figure IV.17 : Microstructures des alliages E1 (a), (c), (e), (g) et E2 (b), (d), (f), (h) montrant la fragmentation, la sphéroïdisation et le grossissement du silicium eutectique après différents temps de mise en solution à 525 °C.	162
Figure IV.18 : Microdureté des alliages mise en solution à différents temps de maintien : (a) E1 à 500 et 525 °C et (b) E2 à 525 °C.	164
Figure IV.19 : Courbes de microdureté en fonction du temps de vieillissement après différents temps de MES pour : (a)-(b) alliage E1, (c) alliage E2 et (d) différence entre les pics de durcissement les plus élevés pour les deux alliages.	165
Figure IV.20 : Diagrammes DRX des alliages E1 et E2 montrant les phases intermétalliques mineures identifiées.	166
Figure IV.21 : Diagrammes XRD des alliages E1 et E2 (a-b) avec leur diagramme XRD expansés (c-d) au pic Al (111).	167

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Principales propriétés de l'aluminium.	6
Tableau I.2 : Désignation des alliages d'aluminium selon l'Aluminium Association.	7
Tableau I.3 : Avantages et inconvénients du moulage au sable.	12
Tableau I.4 : Avantages et inconvénients du moulage en coquille par gravité.....	15
Tableau I.5 : Avantages et inconvénients du moulage sous pression.	19
Tableau I.6 : Réactions pendant la solidification de l'alliage A357 [52].	35
Tableau I.7 : Réactions produites pendant la solidification de l'alliage 413.1 en présence des éléments chimiques Cu, Mg, Fe et Mn dans la coulée.....	35
Tableau I.8 : Propriétés mécaniques des alliages Al-Si coulés en coquille [93].	56
Tableau I.9 : Compositions des alliages Al-Si commerciaux les plus utilisés [3].	63
Tableau II.1 : Solubilité de quelques éléments d'alliage dans l'aluminium à l'état solide....	75
Tableau II.2 : Séries des traitements thermiques standards.	78
Tableau II.3 : Subdivision des traitements thermiques T.	78
Tableau III.1 : Résultats de l'analyse chimique du lingot tel que délivré (% en masse).	110
Tableau III.2 : Résultats de l'analyse chimique des alliages E1 et E2 (% en masse).....	110
Tableau IV.1 : Comparaison de la taille des intermétalliques de la coulée en sable avec celle de la coulée sous pression.....	129
Tableau IV.2 : Analyses EDS des phases intermétalliques mesurées dans des échantillons coulés en sable et sous pression.	135
Tableau IV.3 : Analyses EDS des phases intermétalliques mesurées dans les alliages E1 et E2.	159

Introduction générale

L'industrie automobile cherche constamment à réduire le poids des véhicules afin d'augmenter le rendement des moteurs et limiter les émissions des gaz. La coulée d'alliages d'aluminium, comme substitut de l'acier, peut réduire le gain de poids d'environ 55% pour de bonnes propriétés mécaniques. Depuis les années 1970 de plus en plus de véhicules sont équipés de moteurs contenant des pièces totalement coulées en alliage d'aluminium. Avec les progrès de la recherche et la création de nouveaux alliages capables de supporter de plus hautes températures, l'application aux moteurs diesels est désormais possible. En plus de la réduction du poids des véhicules l'utilisation des alliages d'aluminiums apporte d'autres avantages comme la bonne conductivité thermique par rapport à l'acier. Compte tenu de cet avantage non négligeable les têtes de pistons, les culasses, les blocs moteurs et les cylindres sont entièrement produits en alliage d'aluminium. Ces différentes pièces ayant des fonctions et des conditions de fonctionnement en service différentes, le choix rigoureux de la composition de l'alliage, les traitements thermiques et les méthodes permettant d'assurer la qualité des surfaces sont très importants.

L'entreprise de fabrication des moteurs et tracteurs agricoles ETRAG ex- (CMT) à Constantine utilise les alliages aluminium-silicium eutectique pour la réalisation de diverses pièces de moteurs diesel. Ces pièces sont fabriquées par trois principaux types de coulée : la coulée en sable, la coulée en coquille et la coulée sous pression. Les propriétés mécaniques de ces alliages sont déterminées principalement par les constituants microstructuraux de leur structure après la coulée dont les morphologies et les quantités de leurs phases intermétalliques.

Les alliages Al-Si coulés en sables ou en coquille montrent généralement un silicium eutectique ayant une forme aciculaire ou lamellaire, de ce fait, ces alliages ont tendance à montrer de faibles résistances et ductilité. Ainsi, les alliages avec une structure principalement eutectique doivent subir la modification afin d'assurer des propriétés mécaniques adéquates. La modification du silicium eutectique peut se faire par deux méthodes : i) modification par refroidissement rapide, appelée aussi modification par trempe, ii) modification chimique où des traces d'éléments spécifiques, comme le strontium, le sodium et l'antimoine sont ajoutés. A des vitesses de refroidissement rapides, telles que celles rencontrées dans la coulée sous pression, la structure devient beaucoup plus fine et le silicium eutectique prend une morphologie fibreuse. La coulée sous pression réduit la taille des grains primaires de la phase

α -Al qui se solidifie autrement dans une structure à gros grains comme dans la coulée en coquille ou en sable. La vitesse de refroidissement élevée augmente ainsi la solubilité maximale des intermétalliques dans la matrice d'aluminium et limite le temps de croissance, ce qui entraîne la formation de phases très fines bien réparties dans la microstructure.

Les propriétés des alliages contenant des éléments tels que le Cu et le Mg peuvent être également améliorées par un traitement thermique. Un traitement thermique typique se compose d'un traitement de mise en solution, suivi d'une trempe et d'un vieillissement artificiel. Le traitement thermique de mise en solution est effectué pour réaliser une dissolution maximale du cuivre et du magnésium dans la matrice en aluminium. La précipitation d'une nouvelle phase fine de type Al_2Cu et Mg_2Si , de manière extrêmement fine, à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural des alliages d'aluminium. La taille, la cohérence, la morphologie et la densité des particules des phases précipitées contrôlent le durcissement de l'alliage, alors que la taille de grains de la matrice contrôle sa ductilité. Ces caractéristiques microstructurales peuvent être affectées essentiellement par la température du vieillissement.

Dans cette étude, on cherchera dans une première partie à déterminer l'influence de la vitesse de refroidissement sur l'alliage $AlSi10.6CuMg$ coulé en sable et sous pression. L'objectif est de fournir une étude comparative sur la variation de la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage tel que coulé par ces deux procédés. Parmi les techniques mises en œuvre pour l'identification des phases, on trouve le microscope optique et le microscope électronique à balayage MEB couplé un spectromètre à dispersion d'énergie EDS. Grâce à l'utilisation des analyses EDS, la composition chimique des différentes phases des alliages a pu être déterminée.

Dans une deuxième partie, on s'intéresse particulièrement à l'influence de la composition chimique et les traitements thermiques de mise en solution et du vieillissement sur l'évolution de la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. Parmi les alliages d'aluminium, nous avons choisi deux alliages : $AlSi10.8Cu0.3$ au cuivre et $AlSi7Mg0.6$ au magnésium. Pour l'identification des différentes phases dans ces alliages, des observations sous microscopie optique et MEB avec des analyses EDS ont été réalisées également. L'évolution de la microdureté a été mesurée ensuite en fonction des temps de mise en solution à $525^\circ C$ et $500^\circ C$ et de vieillissement à $210^\circ C$.

Nous avons également procédé à des analyses de diffraction des rayons X pour tous les échantillons mise en solution et vieillis pour les deux alliages étudiés. Les résultats obtenus

dans cette partie permettent de déterminer la meilleure combinaison de facteurs temps et température pour la mise en solution et le vieillissement conduisant à la dureté maximale de ces alliages.

La thèse est organisée autour de quatre chapitres.

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique concernant les procédés de la coulée, l'effet des différents éléments d'addition, la microstructure, le comportement mécanique et à la résistance des alliages d'aluminium. Cette étude bibliographique a permis de mettre en évidence les multiples aspects de la métallurgie et de la mécanique mise en œuvre dans notre étude.

Le deuxième chapitre, traite les effets des traitements thermiques industriels de mise en solution et de vieillissement sur les propriétés microstructurales et mécaniques des alliages d'aluminium.

Le troisième chapitre fait l'objet de la présentation de la méthodologie que nous avons suivie pour les différentes techniques et procédures expérimentales de caractérisation des alliages.

Une synthèse des résultats obtenus au cours de cette étude fait l'objet du dernier chapitre.

Enfin, on termine par une conclusion générale et des perspectives.



Chapitre I

Alliages d'aluminium de fonderie

Chapitre I : Alliages d'aluminium de fonderie

I.1 Généralités sur l'aluminium

I.1.1 Définition

L'aluminium est un élément chimique, de symbole Al et de numéro atomique 13. C'est un métal pauvre, malléable, de couleur argent, qui est remarquable pour sa résistance à l'oxydation et sa faible densité. C'est le métal le plus abondant de l'écorce terrestre et le troisième élément le plus abondant après l'oxygène et le silicium ; il représente en moyenne 8 % de la masse des matériaux de la surface solide de notre planète. L'aluminium est trop réactif pour exister à l'état natif dans le milieu naturel, son minerai principal étant la bauxite, où il est présent sous forme d'oxyde hydraté dont on extrait l'alumine. Il peut également être extrait d'autres minéraux : néphéline, leucite, sillimanite, andalousite, muscovite. Il cristallise dans le réseau (cfc), et son paramètre de maille « a » est de 0.404 nm comme indiqué dans la Figure I. 1 [1].

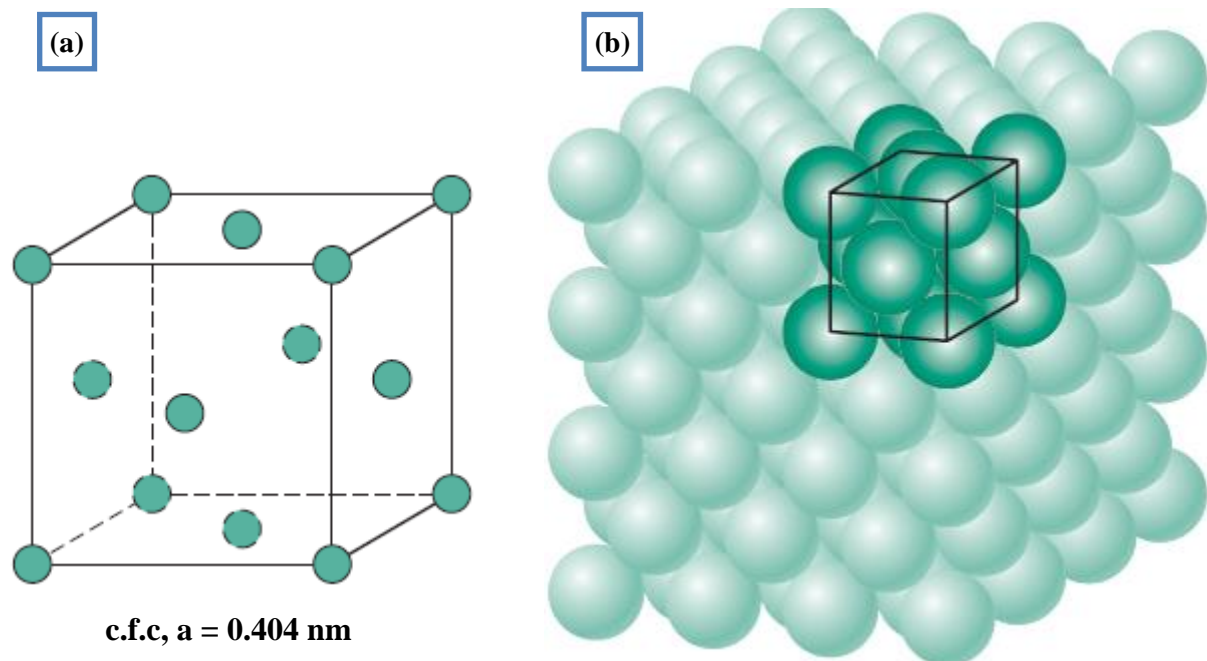


Figure I.1: La structure cristalline de l'aluminium - Structure cubique à faces centrées (cfc) : (a) maille élémentaire de l'aluminium, (b) empilement compact d'atomes [2].

I.1.2 Propriétés de l'aluminium pur

L'aluminium métallique est très oxydable, mais il est immédiatement passivé par une fine couche d'alumine Al_2O_3 imperméable de quelques micromètres d'épaisseur qui protège la masse métallique de la corrosion. Cette résistance à la corrosion et sa remarquable légèreté en ont fait un matériau très utilisé industriellement. Ses principales propriétés sont présentées dans le Tableau I.1.

Propriétés atomiques	
Numéro atomique	13
Rayon atomique	142 pm
Masse molaire	27 g/mole
Structure cristalline	cfc
Groupe d'espace	Fm3m
Paramètre de maille	0.404 nm
Propriétés physiques	
Masse volumique	2698 kg/m ³
Point de fusion	660 °C
Retrait volumique	5.6% en cours de solidification
Capacité thermique massique	950 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
Coefficient de dilatation	2.5 x 10 ⁻⁵ / °C
Conductivité thermique	237 W/m.K

Tableau I.1: Principales propriétés de l'aluminium.

Les faibles propriétés mécaniques de l'aluminium non allié font qu'il ne présente pratiquement aucun intérêt industriel. En effet l'aluminium est un métal extrêmement ductile (A% jusqu'à 70% pour l'aluminium pur à 99,99% à l'état recristallisé) et possède une limite d'élasticité très basse ($R_{p0.2}$ de 15 à 20 MPa pour l'aluminium pur) [1]. Cependant, l'intérêt suscité par la légèreté de ce métal a conduit les métallurgistes à développer des alliages d'aluminium plus résistants.

I.2 Classification des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium se classent en deux grandes familles : les alliages corroyés (ou de forgeage) et les alliages de fonderie (ou de moulage). Les alliages corroyés sont mis en forme mécaniquement par des procédés tels que le laminage, l'extrusion, le forgeage, l'étirage ou le tréfilage. Les alliages de fonderie sont coulés par différents procédés comme le moulage par gravité en coquille, le moulage sous-pression, le moule permanent, le moule au sable, la

cire perdue, le moule au plâtre, le moule sous vide ou à basse pression ou par coulée centrifuge.

Les systèmes de désignation et la nomenclature des alliages d'aluminium ne sont pas normalisés à l'échelle internationale. De nombreux pays ont élaboré et publié leurs propres normes. En Amérique du Nord, le système le plus couramment utilisé est celui développé et maintenu par l'Aluminium Association (AA), qui est décrit ci-dessous (Tableau I.2) [3].

Alliages de fonderie		Alliages corroyés	
Série	Alliage	Série	Alliage
100.0	Al commercialement pur	1000.0	Al > 99%
200.0	Al-Cu	2000.0	Al-Cu et Al- Cu-Mg
300.0	Al-Si-Mg et Al-Si-Cu	3000.0	Al-Mn
400.0	Al-Si	4000.0	Al-Si
500.0	Al-Mg	5000.0	Al-Mg
700.0	Al-Zn	6000.0	Al-Mg-Si
800.0	Al-Sn	7000.01	Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu
900.0	Al et autres éléments	8000.0	Al et autres éléments

Tableau I.2: Désignation des alliages d'aluminium selon l'Aluminium Association.

Les alliages corroyés ont un code à quatre chiffres. Le premier chiffre permet d'identifier l'élément chimique ajouté à l'alliage. Le deuxième chiffre permet d'identifier la version de l'alliage (première modification). Les deux derniers chiffres indiquent le numéro de l'alliage excepté pour l'alliage 1XXX où les deux derniers chiffres représentent les centièmes de pourcent de la pureté de l'aluminium (ex : 1050 est un alliage avec 99,50% d'aluminium).

Les alliages de fonderie, selon la désignation américaine, ont un système à trois chiffres. Le premier chiffre permet d'identifier l'élément chimique ajouté à l'alliage. Les deux derniers chiffres représentent le numéro de l'alliage de la série excepté pour l'alliage 1XX.X où les deux derniers chiffres représentent, comme dans l'alliage corroyé, le centième pourcent de pureté de l'alliage (ex : 180.0 est un alliage avec 99,80% d'aluminium). Le chiffre après le point détermine s'il s'agit d'une spécification de lingot ou de pièce:

- .0 signifie que c'est une spécification de pièce moulée au sable, en coquille ou sous-pression,
- .1 signifie que c'est une spécification de lingot,

- .2 signifie que c'est une spécification de lingot ayant des tolérances de composition plus étroites que pour le lingot de spécification de type .1 [3,4]. Ces alliages ne subissant par définition aucun traitement de forgeage, l'obtention de leurs caractéristiques mécaniques est toujours le fruit d'un durcissement structural.

I.2.1 Caractéristiques de la coulée des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium de fonderie sont les plus versatiles de tous les alliages de fonderie. Ils ont une fluidité élevée et une faible masse volumique (trois fois plus léger que l'acier). La température de solidification, la viscosité, la tension de surface fondue et la quantité d'inclusion présentent les principaux facteurs qui déterminent la fluidité d'un alliage. Le maximum de fluidité est atteint généralement lorsque l'alliage est un métal pur ou un mélange uniformément eutectique. D'après la littérature [5], la fluidité des alliages Al-Cu et Al-Mg diminue rapidement avec l'augmentation de la concentration des principaux éléments d'alliage et augmente ensuite pour atteindre le maximum avec leurs compositions eutectiques. La famille des alliages Al-Si réagit probablement de la même manière, bien que la fluidité maximale ne soit pas atteinte avec la composition eutectique (12% Si), mais avec une concentration en silicium de 18%.

L'aluminium et ses alliages prennent encore aujourd'hui une place importante dans les différents domaines de l'industrie. Son utilisation s'accroît de jour en jour grâce à ses bonnes propriétés particulières suivantes :

- Bonne fluidité pour remplir les sections minces,
- Bas point de fusion comparé à plusieurs autres métaux,
- Transfert de chaleur élevé entre le métal et le moule qui permet un refroidissement plus rapide et des temps de cycle plus courts,
- L'hydrogène est le seul gaz soluble dans l'aluminium et peut être contrôlé par des procédés de dégazage,
- Plusieurs alliages d'aluminium n'ont pas tendance à déchirer à chaud,
- Stables chimiquement,
- Bon fini de surface avec surface brillante et peu ou pas de défauts,
- Très bonnes propriétés de conductivité électrique,
- Résiste naturellement à la corrosion de l'air et de l'eau,
- 100 % recyclable.

I.3 Description des procédés de moulage

Le moulage consiste à fabriquer un moule dans lequel le métal fondu sera coulé. Certains moules peuvent avoir besoin des propriétés particulières pour produire des pièces coulées de haute qualité. Le choix du moulage (au sable, par gravité en coquille, coulée sous pression, coulée sous basse pression, cire perdue, etc.) est aussi dicté par des considérations économiques liées à la taille, à la forme des pièces ainsi qu'à l'importance des séries. Les abréviations suivantes sont utilisées pour désigner les différents procédés de moulage selon la norme NF EN 1706 [6]:

- S moulage au sable
- K moulage en coquille
- D moulage sous pression
- L moulage de précision (cire perdue)

Dans cette section, nous allons concentrer sur les trois principaux types de moulage qui sont utilisés dans l'entreprise ETRAG: le moulage au sable, le moulage en coquille par gravité et le moulage sous pression.

I.3.1 Moulage au sable

Dans ce procédé, le matériau est coulé dans un moule en sable qui sera ensuite détruit après l'élaboration de chaque pièce. Ce moule est fabriqué en une ou plusieurs parties, chacune d'elles dispose d'une empreinte donnant la forme de la pièce tracée par un modèle (en bois, métallique, etc.) enfoncé dans le sable (Figure I.2(a)). Lorsque la pièce a des formes intérieures comme des trous, un noyau de sable est inséré entre les parties du moule, qui y sera maintenu, puis détruit une fois la pièce démoulée (Figure I.2(b)).

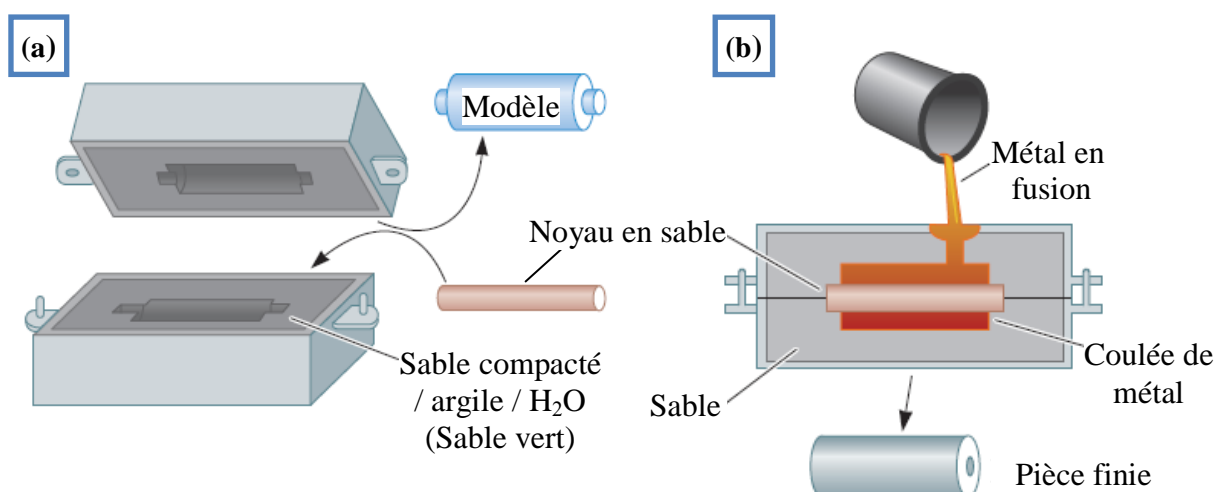


Figure I.2 : Procédé typique de moulage au sable :(a) Moulage au sable vert, dans lequel le sable lié à l'argile est tassé autour d'un modèle, (b) les noyaux de sable peuvent produire des cavités internes dans le moulage [7].

Pour un moulage en sable, le moule peut être produit par des serrages manuels ou mécaniques, tels que par secousses, par pression, par chocs pneumatiques, par vibrations, etc. Les dimensions des moules tiennent compte du retrait de la pièce, des surépaisseurs d'usinages, de la dépouille, des congés et des portées de noyau. Le retrait lors du refroidissement est une diminution du volume de la pièce pendant le passage de l'état liquide à l'état solide, obligeant ainsi le modelleur à fournir un modèle de dimensions plus grandes que la pièce. Les surépaisseurs de matière sont nécessaires pour l'usinage, elles dépendent du nombre de passes effectuées et du nombre minimum de copeaux (ébauche, semi-finition, finition). Les formes du modèle doivent permettre son extraction du sable sans dégradation du moule. Une certaine inclinaison de dépouille est donnée aux parois du modèle, prises dans le sens du démoulage. Les congés sont les rayons arrondis qui permettent d'éviter les tensions internes et de faciliter le démoulage. Les portées de noyau sont les parties référencées sur les modèles pour maintenir les noyaux, les soutenir et les positionner [8].

Le moulage en sable nécessite l'utilisation de volumes considérables de sable, le rapport sable/métal liquide étant généralement compris entre 1:1 et 20:1. Le sable utilisé peut être régénéré, réutilisé, ou mis au rebut en cas de résidus minéraux supplémentaires tels que des scories et des laitiers. Les quantités et les types de liants, de substances chimiques et de sable utilisés dépendent fortement du type de pièce moulée fabriqué, et notamment de sa taille et de sa forme, et du type de production (en série ou en discontinu). Les différents types de sables réfractaires utilisés dans la fonderie sont les sables silicieux (SiO_2), les sables de chromite ($\text{FeO.Cr}_2\text{O}_3$), les sables de zircon (ZrSiO_4) et les sables d'olivine qui sont un groupe minéral comprenant la forstérite, la fayalite et d'autres [9].

I.3.1.1 Moulage au sable lié à l'argile

I.3.1.1.1 Moulage au sable naturel

Certaines fonderies utilisent du sable lié naturellement. Il s'agit d'un sable qui contient un pourcentage naturel d'argile. L'ajout d'eau est la seule opération nécessaire pour activer la capacité de liage. Si nécessaire, certains additifs peuvent être mélangés également. La composition approximative du sable naturel est constituée d'environ 80 % de sable quartzeux, 15 % d'argile et de 5 % d'eau.

I.3.1.1.2 Moulage au sable vert

Le moulage en sable vert est le procédé de moulage le plus courant. Le sable vert n'est généralement pas utilisé pour fabriquer des noyaux. Le sable vert est le seul procédé qui utilise un mélange de sable humide. Le mélange est constitué d'environ 85 à 95 % de sable silicieux (ou d'olivine ou de zircon) ; de 5 à 10 % d'argile de bentonite ; de 3 à 9 % de matériaux carbonés tels que du charbon (de mer) en poudre, des produits pétroliers, de l'amidon de maïs et de la farine de bois ; et 2 à 5 % d'eau. L'argile et l'eau agissent comme liant et maintiennent ensemble les grains de sable. Les matériaux carbonés brûlent lorsque le métal fondu est coulé dans le moule, créant une atmosphère réductrice qui empêche le métal de s'oxyder au fur et à mesure qu'il se solidifie. Un des avantages majeurs de l'utilisation du moulage en sable vert est que le sable provenant des moules peut être régénéré pour de multiples réutilisations. La bentonite est généralement utilisée comme additive pour la préparation de sable vert pour la coulée de métal léger et d'aluminium [9].

I.3.1.2 Liants et produits chimiques

Quel que soit le liant utilisé, les propriétés physiques et chimiques du matériau réfractaire utilisé pour la fabrication des moules et des noyaux affectent leurs caractéristiques et leur comportement au cours la coulée.

I.3.1.2.1 Bentonite

La bentonite est une argile smectique qui a une structure lamellaire. Par l'ajout d'eau, la structure argileuse gonfle en raison de l'absorption des molécules d'eau. L'argile devient alors exploitable et peut être étalée de façon à revêtir les grains de sable au cours de l'opération de mélange. Le fait de couler un métal fondu dans un moule en sable vert a pour effet de soumettre le sable de moulage à une chaleur considérable. Cette chaleur élimine l'humidité du sable et détruit la structure liée à l'argile et les additifs. Si au cours de la coulée et du refroidissement la bentonite reste en dessous de la température de désactivation, la structure lamellaire est maintenue ainsi que son aptitude au gonflement et au développement de la cohésion. La température de désactivation varie en fonction du type de bentonite.

I.3.1.2.2 Résines

Au cours des dernières décennies, une gamme de liants chimiques a été développée. Il s'agit de systèmes à composant unique ou à plusieurs composants qui sont mélangés au sable de fonderie jusqu'à ce que les grains soient enduits d'une pellicule mince. Après mélange, une réaction de durcissement débute, liant ensemble les grains de sable et développant la solidité

du moule. Les résines peuvent être des résines à durcissement à froid, des résines à durcissement au gaz et des résines à durcissement à chaud telles que furanniques, phénoliques, isocyanate phénolique, résol alcalin phénolique-ester liquide. L'ajout d'un catalyseur acide à une résine provoque une polycondensation exothermique qui a pour effet de durcir le liant. Les catalyseurs sont de puissants acides sulfoniques, tels que des acides paratoluènes, xylène ou benzène-sulphoniques, parfois avec un ajout d'acide sulfurique ou phosphorique, habituellement utilisé sous forme diluée [9].

I.3.1.3 Moulage et noyautage au sable lié chimiquement

Pour le noyautage, des systèmes de liaison chimique sont principalement utilisés. Les noyaux requièrent des caractéristiques physiques différentes de celles des moules. Les noyaux doivent être capables de supporter les puissantes forces pouvant apparaître lorsque le métal fondu remplit le moule, et doivent souvent être retirés ultérieurement des petits passages de la pièce solidifiée. Donc, les noyaux sont habituellement formés à partir de sable silicieux (et occasionnellement de sable d'olivine, de zircon ou de chromite), et de puissants liants chimiques. Le mélange sable-liant est placé dans une boîte à noyau où il durcit en adoptant la forme souhaitée pour être ensuite retiré. Le durcissement, ou l'étuvage, est accompli au moyen d'une réaction chimique ou catalytique ou grâce à la chaleur.

Le tableau suivant dresse une courte liste des avantages et des inconvénients du moulage au sable [8,9].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Elaboration de tous types de matériaux métalliques : métal ferreux et non ferreux, ➤ Poids des pièces: 200 grammes à plusieurs tonnes, ➤ Si un compactage uniforme du sable et un contrôle précis des propriétés du sable sont maintenus, des tolérances très étroites peuvent être obtenues, ➤ Temps relativement court pour produire un moule par rapport aux nombreux autres procédés. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ La surface de la pièce moulée contient du sable ce qui cause l'usure rapide des outils de coupe, ➤ Tolérances dimensionnelles de ± 0.5 à ± 10 mm, ➤ Epaisseur minimale des parois: 2.5 mm.

Tableau I.3 : Avantages et inconvénients du moulage au sable.

I.3.2 Moulage en coquille par gravité

Le moulage en coquille consiste à obtenir une pièce à partir d'un moule métallique, appelé coquille, constitué d'éléments assemblés dans lesquels une cavité ayant la forme extérieure de la pièce à réaliser (Figure I.3). Dans cette cavité dénommée empreinte, l'alliage liquide est versé par l'intermédiaire d'un orifice de remplissage. Le remplissage de la coquille se fait sous la seule action du poids de l'alliage par la coulée directe, de haut en bas, dite en chute ou par gravité. Aucune autre force n'est appliquée pour faciliter l'écoulement du métal en fusion. Ce procédé de fabrication de pièces métalliques est adapté aux alliages non ferreux.

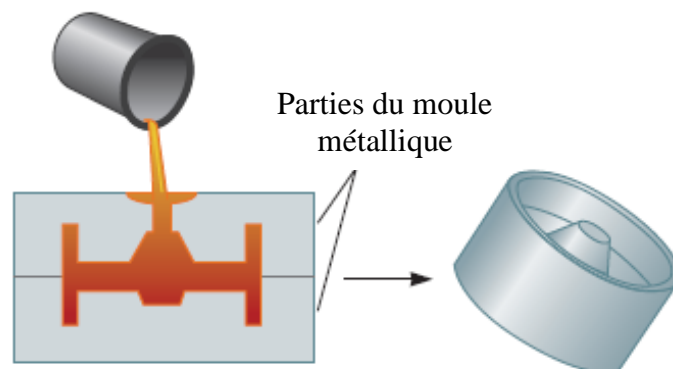


Figure I.3: Procédé de moulage en coquille (moulage permanent), dans lequel le métal est versé dans un moule en fer ou en acier [7].

La technique de la coulée par gravité a été adoptée par la plupart des entreprises parce qu'elle permet de réduire les coûts de production. L'outillage utilisé dans la coulée par gravité est moins cher que celui utilisé dans la coulée sous pression. Le moule métallique en coquille doit être chauffé à une température d'environ 200 à 350°C selon le matériau coulé avant de pouvoir être utilisé. Cela diminue les risques des chocs thermiques et prévient le refroidissement hâtif que peut subir le métal pendant le remplissage du moule [10].

Une étape assez importante du procédé de moulage en coquille consiste à éviter l'attaque du moule par le métal en fusion, les surfaces en contact avec l'alliage coulé sont enduites d'un produit appelé "poteyage" [11]. Ce produit est porté sur les surfaces du moule par pulvérisation ou par pinceau. Son rôle, se présente sous quatre aspects :

- Protection de la coquille,
- Ajustement du refroidissement,
- Amélioration de l'état de surface,
- Lubrification et agent de démoulage.

Les poteyages, généralement de couleur blanche (Figure I.4), possèdent un pouvoir isolant élevé, ils sont employés dans les parties de l’empreinte où le métal a tendance à figer trop rapidement ainsi que pour la protection générale de l’empreinte. Ils sont à base de blanc de Meudon, de kaolin, de silicate de soude, d’eau et parfois d’éthanol. En jouant sur la quantité d’eau, on ajuste la fluidité du poteyage.

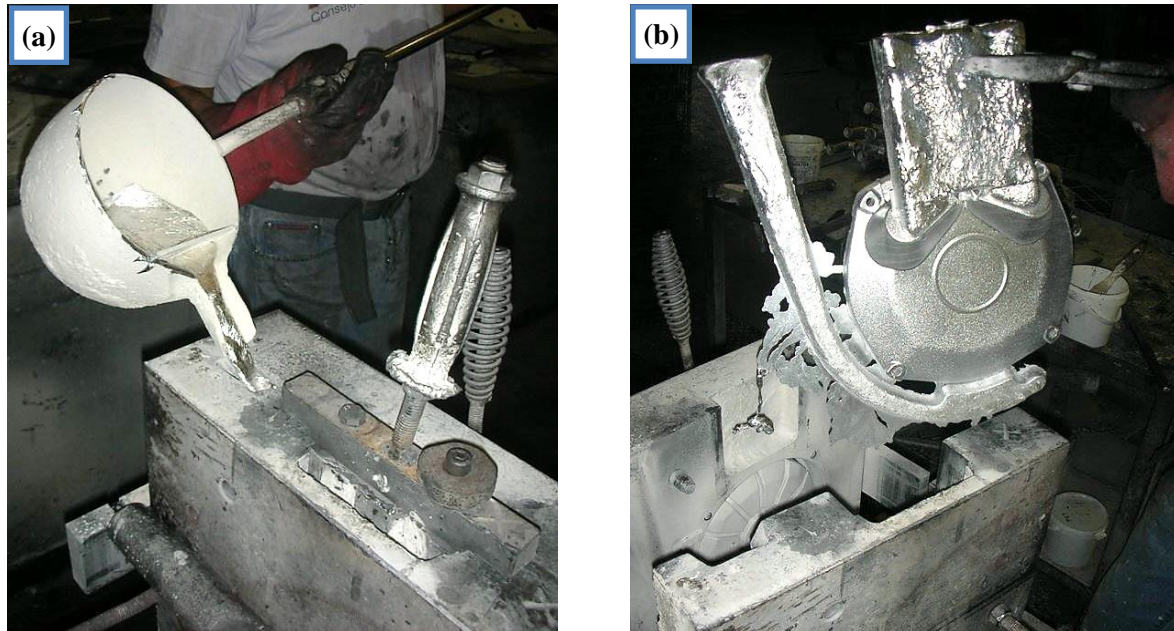


Figure I.4 : (a) Coulee de l’alliage d’aluminium en fusion, (b) sortie de la pièce de la coquille après solidification, images Fonderie Aluminium Sesam [11].

L’aluminium et ses alliages sont les matériaux les plus employés pour le moulage en coquille par gravité. Les alliages présentant une bonne aptitude au moulage sont obtenus par l’apport de silicium comme par exemple : Al-Si13, Al-Si10-Mg, Al-Si5-Cu. Les alliages traités thermiquement à hautes caractéristiques mécaniques sont obtenus par l’apport de magnésium comme: Al-Cu5-Mg-T1, Al-Si7-Mg, Al-Si10-Mg. La coulée par gravité peut être utilisée pour fabriquer des pièces de formes complexes. Parmi les exemples de produits qui peuvent être fabriqués à l’aide de cette technique : les pièces de moteur diesel, les systèmes de climatisation, la culasse et le bloc moteur, etc.

Le tableau qui suit dresse une courte liste des avantages et des inconvénients du moulage en coquille par gravité [12].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Des caractéristiques mécaniques améliorées dues au refroidissement plus rapide de l'alliage coulé contre les parois métalliques du moule, ➤ Pièces présentent un très bon fini de surface, ➤ Les parois plus minces peuvent être coulées, elles peuvent être plus petites que celles du procédé de coulée sous pression, ➤ Une simplification et une réduction de l'usinage (même s'il est difficile de le supprimer complètement), ➤ La possibilité d'utiliser des noyaux en sable afin de réaliser les pièces de formes internes complexes. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Coût élevé des moules restreint l'utilisation du procédé à une production élevée, ➤ Cette technique ne permet pas de réaliser des formes très complexes, on ne peut pas concevoir des trous de diamètre inférieurs à 6 mm, des filets extérieurs ou intérieurs ainsi que des rainures, ➤ Écoulement turbulent du métal en fusion peut causer des inclusions.

Tableau I.4 : Avantages et inconvénients du moulage en coquille par gravité.

I.3.3 Moulage sous pression

La coulée sous haute pression est l'une des technologies de traitement des métaux les plus compétitives utilisées aujourd'hui dans l'industrie. On peut parfois l'appeler le moulage sous pression. Dans ce procédé, le métal en fusion est injecté dans une empreinte d'un moule métallique sous haute pression. Le processus se déroule à une vitesse et une pression élevées. Dans la plupart des cas, la température de la coulée sous pression est toujours de l'ordre de 700°C. La pression est maintenue pendant la solidification, ensuite le moule est ouvert et la pièce est injectée. Cette technologie a été adoptée par un certain nombre de sociétés de fabrication. Cela est dû à la qualité supérieure des pièces coulées sous pression à parois minces.

Il existe deux types de machines sous pression :

- Machines à chambre chaude,
- Machine à chambre froide.

Dans le moulage sous pression en chambre chaude. Le métal est fondu dans un conteneur et un piston injecte le liquide sous pression dans l'empreinte (Figure I.5). Lorsque les coquilles sont fermées et que le piston est remonté le métal liquide remplit la chambre. Le vérin force le métal à remplir les coquilles et maintient la pression durant le refroidissement et

la solidification. La cadence de production est élevée, environ 500 pièces par heure. Il est appliqué aux alliages à faible température de fusion comme le zinc, l'étain et le magnésium. Les métaux à température de fusion plus élevée, y compris les alliages d'aluminium, provoquent une dégradation rapide du système d'injection du métal.

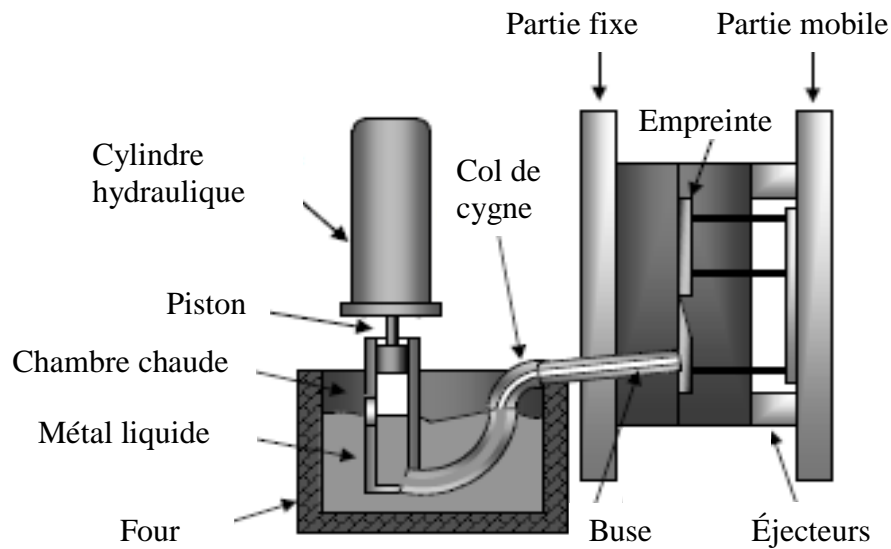


Figure I.5 : Moulage sous pression à chambre chaude [13].

Dans le moulage sous pression en chambre froide, le métal en fusion versé dans la chambre d'injection est poussé dans l'empreinte du moule en utilisant un piston cylindrique à commande hydraulique. La Figure I.6 donne un exemple du moule utilisé en moulage à chambre froide. La cadence de production est élevée mais moins qu'en chambre chaude à cause de la phase de remplissage de la chambre froide. Il est mieux adapté aux alliages à plus haute température de fusion qu'en chambre chaude comme les alliages d'aluminium, et de magnésium.

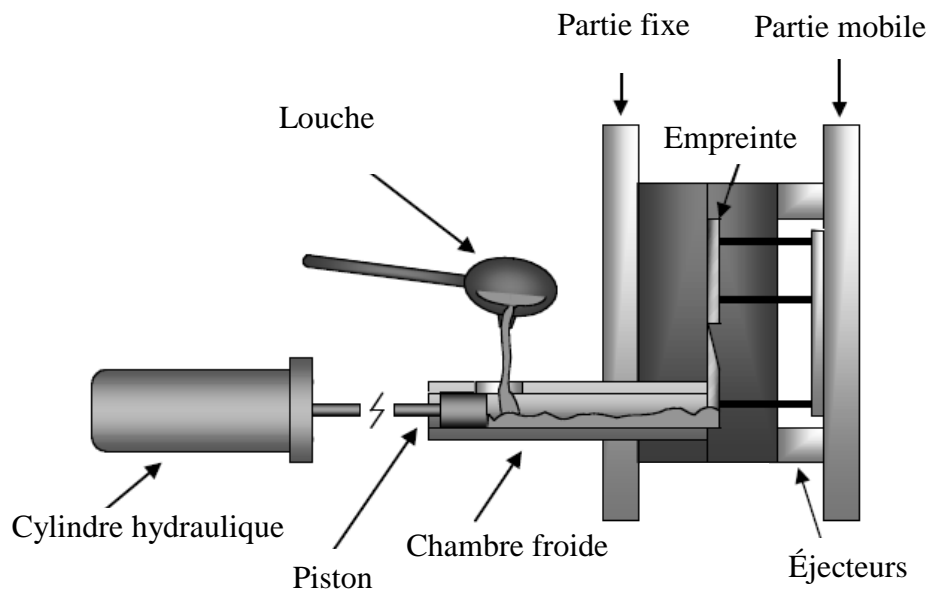


Figure I.6 : Moulage sous pression à chambre froide [13].

Les systèmes d'injection, les pressions et les forces de fermeture des machines, dépendent de nombreux facteurs, notamment de l'alliage coulé, de la forme et du volume de la pièce. Le cycle de production pour les alliages d'aluminium sous pression est scindé en trois principales phases (figure I.7). Au cours de la coulée sous pression quand le moule est fermé, le métal en fusion est versé grâce à une poche de coulée dans le conteneur de la chambre froide qui est ensuite immédiatement poussé par un piston d'injection avec une vitesse lente jusqu'aux attaques de coulée (phase I : (a)-(b)). Le piston injecte le métal en fusion dans l'empreinte du moule, où il est maintenu sous pression jusqu'à ce qu'il se solidifie. La vitesse du piston pendant cette phase augmente très rapidement puis se stabilise et diminue au fur et à mesure que l'empreinte se remplit (phase II : (c)-(d)). Le moule s'ouvre et le piston avance pour s'assurer que la pièce coulée reste prise du côté du bloc mobile. Les éjecteurs poussent la pièce coulée hors du demi-moule mobile et le piston revient à sa position initiale (phase III : (e)-(f)).

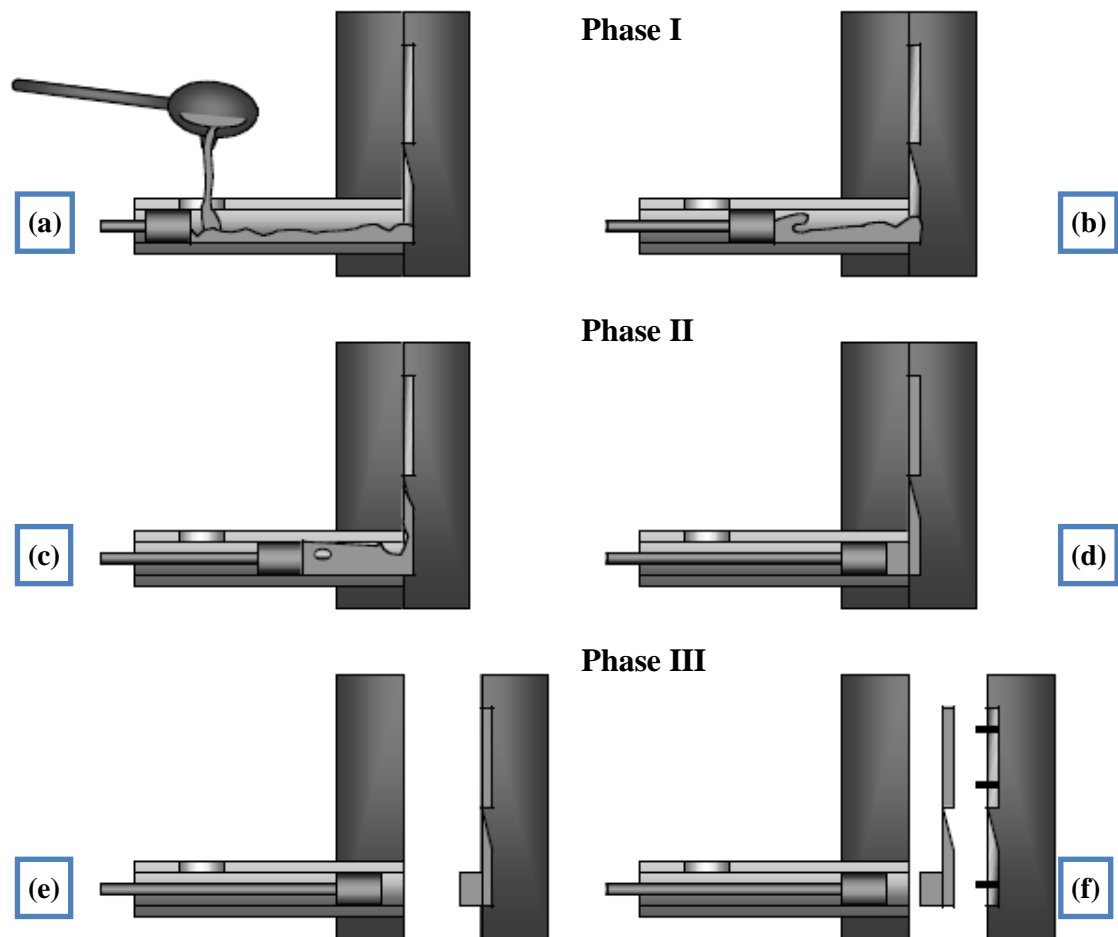


Figure I.7 : Cycle de production sous pression [13].

Avant la mise en fonctionnement de la presse de moulage, un réchauffement à une température suffisamment élevée des deux parties de moule est également utilisé pour ne pas subir de choc thermique lors de l'introduction du métal chaud dans la cavité. Dans les procédés de moulage à haute pression, le poteyage ne peut résister à la grande pression imposée et c'est pourquoi une mince couche de lubrifiant est plutôt appliquée sur le moule. Le cycle du procédé commence donc par l'application d'une couche de lubrifiant sur la surface de chacune des parties de moule. Le lubrifiant permet de refroidir partiellement le moule entre chaque essai de moulage afin d'atteindre une cadence de production élevée et de retirer plus aisément la pièce à la fin de l'opération. Une fois que le lubrifiant est appliqué, les deux parties de moule sont refermées et maintenues ensemble afin que le métal puisse être injecté dans la cavité. Pour l'aluminium, la gamme de pressions d'injection se situe entre 20 à plus de 70 MPa [12].

Le tableau suivant présente quelques avantages et inconvénients du moulage sous pression.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Fabrication d'un produit à partir d'une seule coulée plutôt qu'à partir d'un assemblage de composants de coulée ; ➤ Pièces moulées présentent des dimensions dans les tolérances (minimise ou élimine les opérations d'usinage) ; ➤ Permet le moulage de sections minces (de 1 à 2.5 mm) ; ➤ Il peut être utilisé pour fabriquer des pièces complexes ; ➤ Cadence de production très élevée ; ➤ Ce procédé peut se faire sans dépouille. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Les coûts d'outillage sont plus élevés que les procédés de coulée par gravité ; ➤ Il peut ne pas être économique pour la production de pièces à petite échelle ; ➤ Écoulement turbulent du métal dans la cavité du moule piège de l'air dans la pièce (problèmes de porosité) ; ➤ Requiert des machines complexes ; ➤ Émissions de gaz, d'oxydes métalliques et de produits chimiques provenant du lubrifiant lorsqu'il est pulvérisé sur la matrice métallique chaude ou lorsqu'il est en contact avec le métal fondu.

Tableau I.5 : Avantages et inconvénients du moulage sous pression.

I.4 Effet des éléments d'addition

Les éléments d'addition sont ajoutés à l'aluminium pour augmenter les propriétés mécaniques du métal pur. Les principaux éléments ajoutés dans les alliages de fonderie commerciaux sont le silicium, le magnésium, le cuivre, le manganèse et le zinc. Ces éléments sont solubles en partie dans l'aluminium liquide, mais aucun n'est miscible complètement avec l'aluminium à l'état solide. Suivant leur proportion dans les divers alliages, ils contribuent en général à augmenter la résistance à la traction et la limite d'élasticité. Par contre, ces modifications engendrent généralement une diminution de la déformation à la rupture. En effet, plus la résistance à la traction et la limite élastique sont élevées, moins la déformation à la rupture est grande. Par conséquent, des compromis sont constamment faits entre la nécessité d'obtenir des valeurs élevées de la résistance à la traction et la limite élastique, et l'obtention d'une ductilité suffisante.

Cependant, certains éléments d'alliage peuvent faire diminuer la résistance, car les composés intermétalliques qui se forment peuvent être plus fragiles que les particules de silicium. La rupture de l'alliage est alors initiée à partir de ces composés intermétalliques. En pratique, les alliages Al-Si eutectiques sont caractérisés comme étant des matériaux qui, une fois traités thermiquement, possèdent une résistance mécanique et une dureté relativement élevées, mais qui ont une ductilité faible à des températures ambiantes et moyennement élevées [14].

I.4.1 Silicium

Le silicium est ajouté à l'aluminium principalement pour augmenter ses caractéristiques de mise en forme. Il augmente de façon considérable la fluidité de l'aluminium ainsi que la résistance au craquage à chaud, et réduit le coefficient d'expansion thermique. Les alliages Al-Si ayant des teneurs en Si allant de 7 à 18%, c'est-à-dire la majorité des alliages de moulage sous pression, ont une excellente fluidité. C'est pour ces raisons que les alliages Al-Si représentent la majorité des alliages de fonderie. Les proportions de silicium varient beaucoup selon les propriétés désirées. Certains alliages peuvent en contenir jusqu'à 25% de Si. Il y a trois grandes catégories d'alliages Al-Si selon leur teneur en silicium, et chacune d'elle est destinée à un usage particulier. Les alliages destinés aux refroidissements lents (moulage en sable) ont généralement une composition de silicium d'environ 5% à 7% ; pour les moulages en coquille, on utilise des alliages de 7% à 9% ; et de 8% à 12% de silicium pour les moulages sous pression [14].

I.4.2 Cuivre

Les alliages d'aluminium les plus largement utilisés sont ceux contenant de 4 à 10 % de cuivre. Le cuivre améliore sensiblement la résistance et la dureté des alliages après l'opération de mise en forme et de traitement thermique. Les alliages contenant de 3 à 5 % de cuivre, sont ceux qui répondent le plus fortement aux traitements thermiques. L'addition du cuivre réduit généralement la résistance à la corrosion, la résistance à la fissuration à chaud et la coulabilité. Les autres effets du cuivre sont l'augmentation de l'usinabilité et la température d'utilisation, ainsi que la réduction du retrait lors de la coulée [15].

I.4.3 Magnésium

Les alliages binaires Al-Mg sont largement utilisés dans des applications qui requièrent une combinaison intéressante de résistance et de ductilité, un bon fini de surface, une excellente résistance à la corrosion même en atmosphère marine et en eau de mer. Les alliages corroyés ont généralement moins de 4% de Mg, tandis que les concentrations pour les alliages de fonderie varient entre 4% et 10% et les compositions contenant plus de 7 % de magnésium peuvent subir un traitement thermique. L'instabilité ainsi que les caractéristiques de vieillissement à la température ambiante de ces alliages font en sorte qu'on doit leur faire subir un traitement thermique. Le rôle du magnésium est de durcir et d'améliorer la résistance mécanique par la précipitation de la phase Mg_2Si lors des traitements thermiques. Il est

couramment utilisé dans les alliages Al-Si plus complexes contenant du cuivre, du nickel et d'autres éléments dans le même but [15].

I.4.4 Fer

Le fer améliore la résistance aux criques à chaud et réduit la tendance de l'alliage à se coller aux parois du moule. L'augmentation de la proportion de fer est cependant accompagnée d'une réduction de la ductilité. Le fer réagit pour former plusieurs phases insolubles dans les alliages d'aluminium, les plus communes sont Al_3Fe , Al_6FeMn et $\alpha-AlFeSi$. Ces phases insolubles sont responsables de l'amélioration de la résistance, spécialement à température élevée. Comme le pourcentage de phases insolubles augmente avec l'augmentation de la proportion de fer, les caractéristiques de l'écoulement du métal liquide sont affectées, on doit alors tenir compte de ce facteur lors de la procédure de mise en forme. Le fer participe également à la formation de plaquettes ségréguées (en anglais : sludge) avec le manganèse, le chrome et d'autres éléments. Ces particules, présentant une forme de polyédrique $\alpha-Al_{12}(MnFeCr)_3Si_2$, sont très dures et néfastes à la ductilité et aux propriétés mécaniques. Ils diminuent sensiblement la durée de vie des outils dans les opérations d'usinage des pièces [15].

I.4.5 Manganèse

Le manganèse est habituellement considéré comme une impureté dans les compositions de fonderie, il est contrôlé afin d'obtenir de très bas niveaux. Dû à l'absence d'opérations de durcissement mécanique dans les alliages de fonderie, le manganèse n'offre pas d'effets bénéfiques pour ces derniers. Toutefois, un rôle important du manganèse dans ces alliages est de modifier les composés de fer de la forme $\beta-Fe$ à $\alpha-Fe$. Également, un pourcentage élevé en volume de Al_6Mn dans les alliages contenant plus de 0.5 % de manganèse peut influencer favorablement l'équilibre interne de la pièce après la mise en forme [15].

I.4.6 Chrome

Le chrome est également considéré comme une impureté (5 à 50 ppm) dans l'aluminium commercial pure. Il a un grand effet sur la résistivité électrique. Le chrome est couramment ajouté aux alliages des groupes aluminium-magnésium, aluminium-magnésium-silicium et aluminium-magnésium-zinc, dans lesquels il est ajouté en quantités n'excédant généralement pas 0,35%. Au-delà de ces limites, il tend à former des particules primaires avec d'autres impuretés ou additions telles que le manganèse, le fer et le titane. Cette limite est

diminuée au fur et à mesure que la teneur en élément de transition augmente. Ces particules primaires (sludge) précipitant directement du liquide. [15].

I.4.7 Zinc

Le zinc n'a aucun effet bénéfique lorsqu'il est ajouté à l'aluminium. Cependant, quand il est additionné avec du cuivre et/ou du magnésium, le zinc donne une microstructure très intéressante après traitement thermique. Dans un tel système (Al-Zn-Mg-Cu), le zinc et le magnésium contrôlent le processus de vieillissement alors que le cuivre a comme effet d'augmenter le taux de vieillissement en augmentant le degré de supersaturation de la phase Al_2CuMg . Dans les alliages d'aluminium, le zinc peut être additionné dans des proportions très variées [15].

I.4.8 Nickel

Le nickel est habituellement employé avec le cuivre pour améliorer les propriétés à température élevée. Ce dernier réduit le coefficient d'expansion thermique des alliages d'aluminium [15].

I.4.9 Strontium

Le strontium est utilisé pour la modification de la phase de silicium eutectique des alliages Al-Si. Une modification efficace peut être réalisée par une addition très faible de strontium de l'ordre de 0.008 à 0.04 %. Une addition plus élevée entraîne la formation de porosités, spécialement dans les procédures de mise en forme où la solidification survient rapidement (moule avec sections minces). L'efficacité de l'opération de dégazage peut également être affectée par un trop haut niveau de strontium [15].

I.4.10 Titane

Le titane est intensivement utilisé pour affiner la structure des alliages d'aluminium de fonderie, souvent il est combiné avec une petite quantité de bore. Il est nécessaire que le titane soit en excès dans la stœchiométrie du composé TiB_2 pour obtenir un affinement du grain efficace. Le titane est également souvent utilisé dans des concentrations plus grandes que celle requise lors de l'affinage de grain afin de réduire la tendance aux criques à chaud des alliages [15].

I.4.11 Bore

Le bore se combine avec d'autres métaux pour former des borures, comme AlB_2 et TiB_2 . Le borure de titane forme des sites de nucléation stables qui interagissent avec des

phases actives d'affinage des grains telles que $TiAl_3$ pour le raffinage des grains. Le traitement au bore pour les alliages d'aluminium contenant des éléments comme le titane, le zirconium et le vanadium est utilisé pour améliorer la pureté et la conductivité dans les applications électriques [15].

I.4.12 Zirconium

Des ajouts de zirconium de l'ordre de 0,1 à 0,3 % sont utilisés pour former des fins précipités intermétalliques qui inhibent la recristallisation afin de contrôler la structure des grains dans les alliages corroyés. Dans les alliages de fonderie, les additions de zirconium sont utilisées pour réduire la taille des grains à l'état brut de coulée, mais leur effet est moindre que celui du titane. De plus, le zirconium tend à réduire l'effet d'affinage des grains du titane et du bore ajoutés, de sorte qu'il faut plus de titane et de bore pour affiner les grains des alliages contenant du zirconium [15].

I.5 Alliages Al-Si de fonderie

Les alliages aluminium-silicium de fonderie sont des matériaux polyvalents qui représentent 85% à 90% des composants de fonderie produits pour l'industrie automobile et avionique [16]. En fonction de la concentration de silicium en pourcentage massique, les alliages d'Al-Si peuvent être classés en trois catégories majeures : hypo-eutectique (< 12.6 % Si), eutectique (12-13% Si) et hyper-eutectique (> 12.6 %Si), comme il est montré dans la Figure I.8.

Les alliages les plus couramment utilisés dans l'industrie automobile sont ceux des séries 3xx.x et 4xx.x. Il s'agit d'alliages Al-Si auxquels on ajoute du cuivre et/ou du magnésium pour augmenter considérablement leurs propriétés mécaniques par durcissement structural (par exemple A319, A356, A357, A380, A390, 413.0 et A413.0). La composition chimique et les applications de ces alliages seront présentées dans la dernière section de ce chapitre. Les alliages hypo-eutectiques et eutectiques contenant des concentrations plus élevées de silicium sont les mieux adaptés à la coulée des pièces de forme plus complexes par les procédés de moulage en coquille ou sous pression.

Les alliages $AlSi10.6CuMg$, $AlSi10.8Cu$ et $AlSi6.5Mg$ étudiés dans ce travail sont des alliages de fonderie d'aluminium-silicium plus proche aux alliages hypo-eutectiques (à 7% Si) et eutectiques (à 12% Si), de désignation 357.0 et 413.0 selon les normes de l'Aluminium Association. Ces alliages correspondent à la zone I et II comme montré le diagramme de

phase Al-Si dans la Figure I.8. L'ajout de Cu, Mg et Zn permet de rendre ces alliages traitables thermiquement, fournissant ainsi les moyens d'améliorer leurs propriétés mécaniques grâce à l'utilisation de traitements thermiques appropriés. Le caractère irrégulier de cet eutectique, lié à la croissance non couplée de l'aluminium et du silicium, lui confère souvent l'appellation d'eutectique « divorcé ». L'eutectique aluminium-silicium se présente toujours sous la forme de cellules ou de plaquettes eutectiques lorsqu'il est vu en microscopie métallographique. Ces plaquettes, dont la germination et la croissance suivent des mécanismes pas encore bien connus, peuvent être de l'ordre du millimètre. Leur nombre et leur taille dépendent à la fois de la vitesse de refroidissement, aux éléments « modificateurs » comme le strontium et le sodium, ou aux éléments « raffineurs » comme le titane et le bore. À l'échelle microscopique, le silicium eutectique selon ces agents modificateurs peut se distinguer par des différentes structures telles que : eutectique aciculaire, eutectique lamellaire ou eutectique fibreuse modifiée [3].

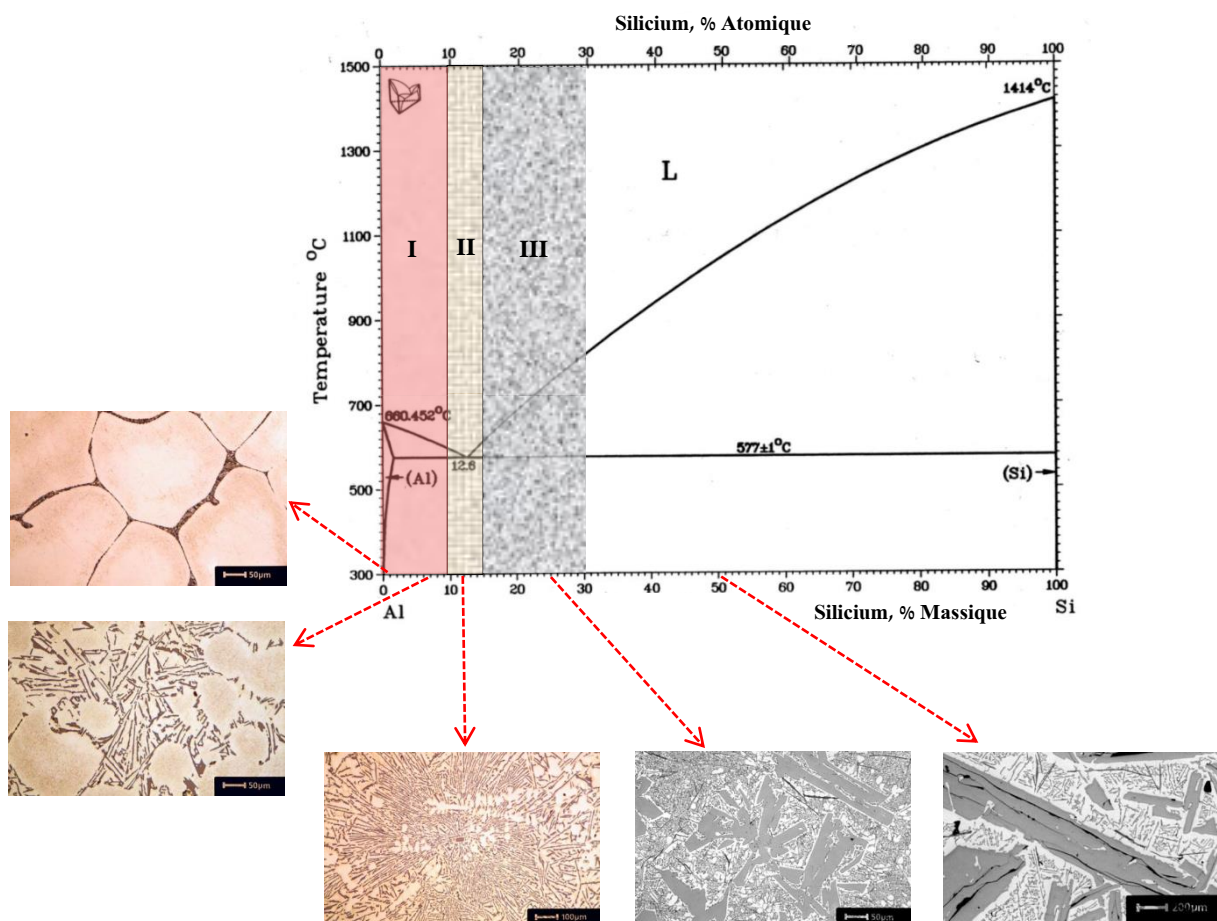


Figure I.8 : Diagramme de phase du système binaire Al-Si avec effet de la teneur de silicium sur la microstructure : (I) alliages hypo-eutectiques, (II) alliages eutectiques, (III) alliages hyper-eutectiques [17].

I.5.1 Caractéristiques microstructurales des alliages Al-Si de fonderie

Les microstructures des alliages d'aluminium Al-Si comprennent des grains α -Al sous forme de dendrites (cristaux d'aluminium), des eutectiques Si plus ou moins complexes et des constituants intermétalliques. Dans ce système, les cristaux solides d'aluminium se forment sur les parois du moule et croissent vers l'intérieur. Leur composition en Si est inférieure à celle du liquide qui les entoure car la solubilité de Si dans Al décroît avec la diminution de la température. Le silicium est donc rejeté à la surface des cristaux d'aluminium en cours de croissance et abaisse la température de solidification du liquide à cet endroit par effet de surfusion. Ceci ralentit la solidification car plus de chaleur doit être évacuée pour solidifier le liquide de cette couche. Cette protubérance est instable et croît rapidement, ce qui explique que les cristaux d'aluminium se développent non sous forme de sphères ou d'aiguilles mais sous forme d'arborescences appelées *dendrites* [18]. La dendrite vient du mot grec « dendron » qui signifie arbre; la Figure I.9(a) montre, en trois dimensions, la croissance d'une structure dendritique avec des ramifications semblables à des branches d'arbres avec des bras primaires et secondaires.

La croissance des dendrites et la contraction volumique du liquide due au changement de phase les conduisent à se rencontrer formant ainsi un réseau connecté. Les distances des bras primaires sont connues par le terme DAS (Dendrite Arm Spacing) qui désigne la distance moyenne entre deux bras dendritiques primaires. Le terme SDAS (Secondary Dendrite Arm Spacing) désigne la distance moyenne entre deux bras dendritiques secondaires. Ces deux paramètres sont souvent utilisés pour définir l'évolution et la finesse de la microstructure des alliages d'aluminium. Un exemple bidimensionnel (en vue de coupe) de cette dendrite est montré dans la Figure I.9(b) où les mesures des DAS et SDAS sont indiquées.

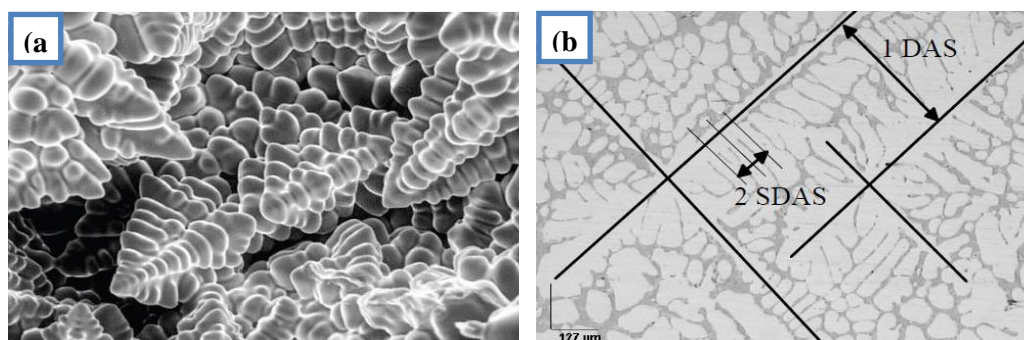


Figure I.9 : Images: (a) MEB d'une structure dendritique en trois dimensions [19], (b) microscopie optique d'une dendrite en vue de coupe montrant des exemples de mesure de la DAS et de la SDAS [20].

I.5.2 Effet de la vitesse de refroidissement

La vitesse de refroidissement est l'un des paramètres les plus importants en métallurgie pour déterminer les propriétés microstructurales et mécaniques des alliages. Elle influence l'espace interdendritique, la taille des grains, le degré de modification du silicium eutectique, la quantité de microporosité ainsi que la taille et la morphologie des phases intermétalliques. La réduction du temps de solidification induit une vitesse de refroidissement plus élevée de la coulée, ce qui reflète un raffinement de la SDAS. Dobrzanski *et al.* [21], sur un alliage AlSi9Cu, ont montré la corrélation remarquable entre la vitesse de refroidissement, l'évolution de la microstructure (taille des grains/SDAS) et la résistance maximale à la traction (UTS) de l'alliage AlSi9Cu (figure I.10(a)). Suite à cette étude, il s'avère que la SDAS est inversement proportionnelle à la vitesse de refroidissement et que la vitesse de refroidissement peut être un paramètre d'affinage des grains. Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium dépendent fortement de la SDAS ainsi qu'à la vitesse de refroidissement: plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus la résistance maximale à la traction (UTS) est élevée. Au fur et à mesure que la SDAS devient plus petite, la porosité et les constituants de la deuxième phase sont répartis plus uniformément. L'augmentation du taux de solidification affine toutes les caractéristiques microstructurales, y compris la SDAS, la taille des grains et les phases intermétalliques, ce qui conduit à une amélioration substantielle des propriétés mécaniques [22,23]. Les microstructures affinées dues aux vitesses de refroidissement ont également un effet sur la micro-dureté. Zhang *et al.* [24] ont mesuré la micro-dureté sur des échantillons produits avec des différentes vitesses de refroidissement (Figure I.10(b)). Leurs résultats montrent que la vitesse de refroidissement affine généralement la microstructure et augmente la solubilité des éléments d'alliage en solution solide, ce qui augmente nettement la dureté.

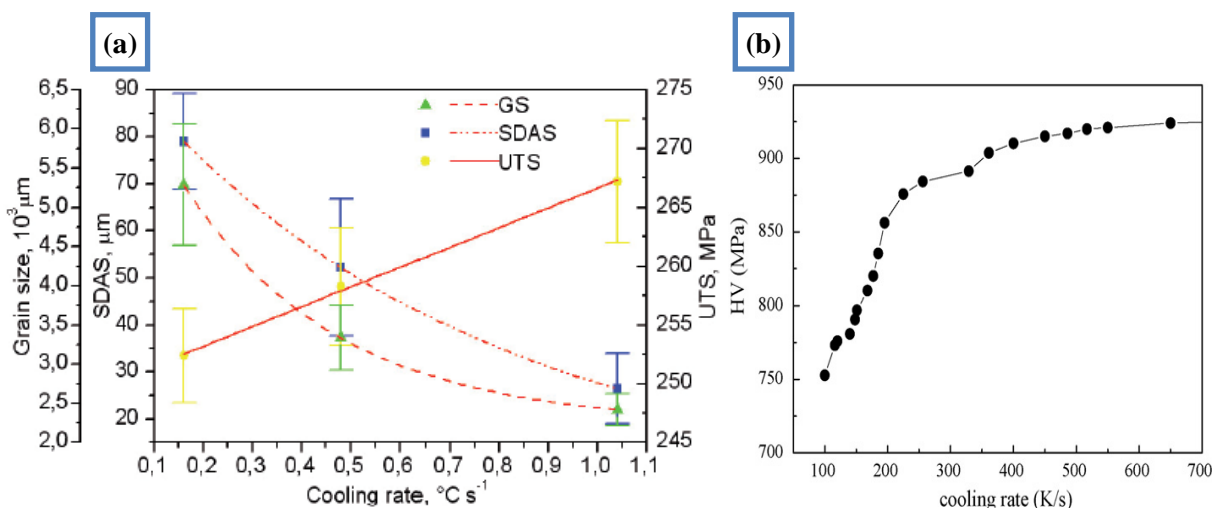


Figure I.10 : Effet de la vitesse de refroidissement sur variation de (a) la taille des grains, SDAS et UTS de l'alliage d'aluminium AlSi9Cu [21] ; (b) la micro-dureté d'un alliage A356 [24].

L'augmentation de la vitesse de refroidissement affine les particules eutectiques et modifie leur morphologie, passant de grosses plaquettes à des fibres fines. Cette modification d'eutectique Si peut être appelée modification par trempe (Quench modification). L'espacement entre les particules eutectiques diminue au fur et à mesure que la vitesse de refroidissement augmente. Dans le système binaire aluminium-silicium, il est intéressant de noter que la composition et la température de la réaction eutectique étaient respectivement de 11,7% en poids de Si et 577°C. Bien que la température eutectique soit conforme à la valeur actuellement acceptée, la composition eutectique a été ultérieurement modifiée à $12,2 \pm 0,1\%$ en Si. L'erreur initiale dans la détermination du point eutectique est due au fait que la température de formation des composants primaires (aluminium et silicium), ainsi que la température du plateau eutectique aluminium-silicium, est fonction de la vitesse de refroidissement [25]. Hellawell [26] rapporte que le silicium primaire refroidit plus vite que l'aluminium primaire ; il en résulte que la structure eutectique se forme entre 10 et 12 °C en dessous de la température eutectique sans recalescence appréciable. Par conséquent, à des vitesses de refroidissement plus élevées, le système se comporte comme si le point eutectique était décalé de 1 à 2% en poids vers des teneurs en silicium plus élevées, et la température eutectique est ainsi abaissée (figure I. 11).

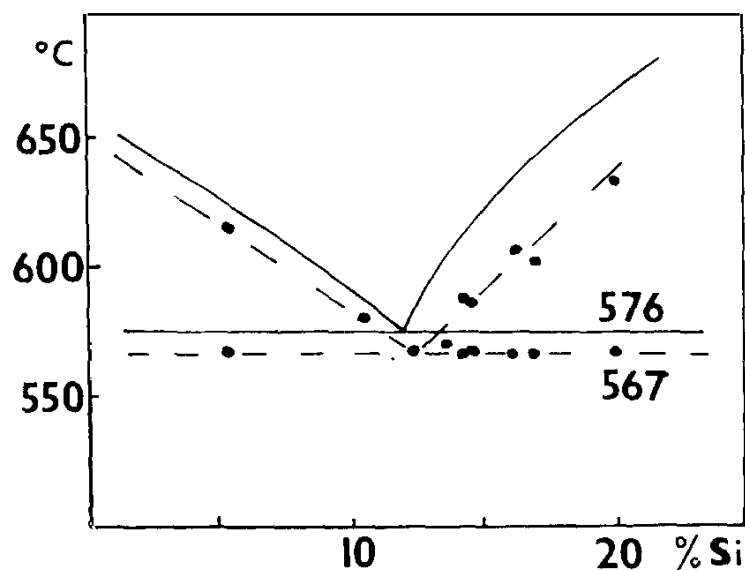


Figure I.11 : Arrêts thermiques «•», avec une vitesse de refroidissement rapide de 1 à 2 °C/sec. Les lignes pleines montrent le diagramme d'équilibre [26].

La figure I.12 illustre l'effet de ce déplacement apparent du point eutectique sur la microstructure d'un alliage d'aluminium-silicium typique Al-12,5%Si. La figure I. 12(a) illustre la microstructure d'un alliage d'aluminium-silicium eutectique qui est lentement refroidi et ne montre pas d'aluminium primaire ; par contre, la figure I. 12(b) illustre la microstructure du même alliage refroidi à une vitesse beaucoup plus rapide et montre des dendrites d'aluminium primaire et des particules de silicium plus fines.

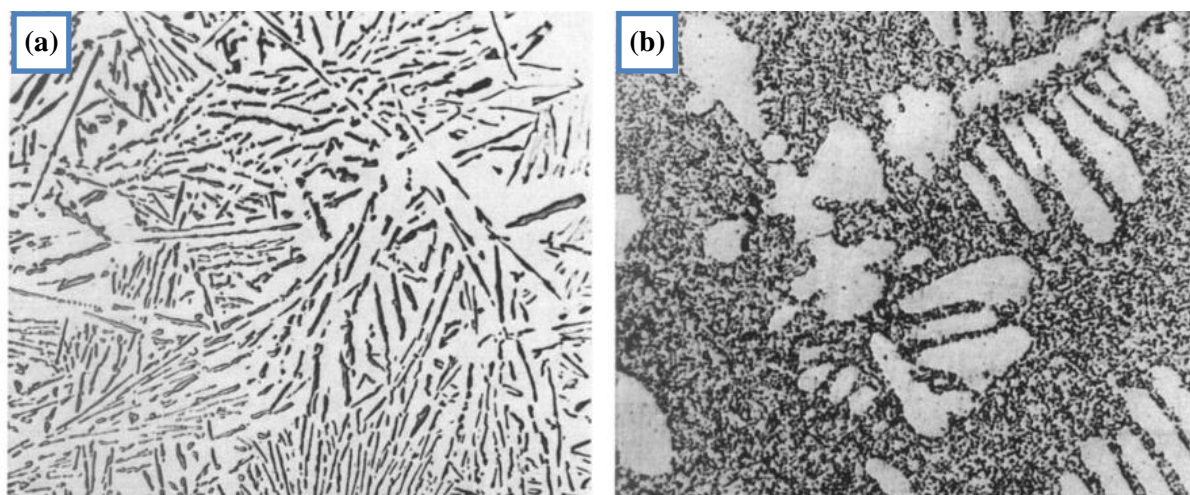


Figure I.12 : Alliage Al-12,5%Si (a) refroidi lentement avec une vitesse de croissance de $\sim 5 \mu\text{m}/\text{sec} \times 200$ et (b) le même alliage refroidi rapidement avec une vitesse de croissance de $\sim 1 \text{mm}/\text{sec} \times 500$ [26].

Steen et Hellawell [27] ont caractérisé la transition de la morphologie lamellaire à la morphologie fibreuse du silicium eutectique pour les alliages d'aluminium binaires purs, contenant 12 à 17 % de Si en poids, solidifié dans une direction avec des gradients de température entre 10 et 20°C/mm. Les auteurs constatent à partir des analyses thermiques que les échantillons refroidis à 0,3 mm/s ont des températures de surfusion proches de 20°C et que la transition de la morphologie lamellaire à fibreuse dépend du refroidissement et du gradient thermique, mais pas de la composition chimique. Mondolfo [28] rapporte que la structure des alliages proches de la composition eutectique dépend plus de la vitesse de refroidissement que de la teneur en silicium : le refroidissement rapide favorise la formation de silicium primaire tandis que le refroidissement lent augmente la quantité du silicium eutectique. Ainsi que le refroidissement rapide et les hautes pressions entraînent une croissance très rapide du silicium eutectique mais ne modifient pas l'équilibre des tensions superficielles ; le silicium est donc affiné mais pas arrondi. Dans le système aluminium-silicium, le silicium est considéré comme non-métal à liaisons covalentes orientées ; par conséquent, il tend à se transformer anisotropiquement en cristaux facettés, tandis que le silicium refroidi rapidement se

développe isotropiquement et présente souvent un contour assez arrondi, avec peu ou pas de facettes. Il convient toutefois de noter que le mécanisme de croissance du silicium dans les alliages modifiés chimiquement est très différent de celui des alliages modifiés par trempe, car les fibres modifiées par trempe ne sont pas souvent maclées contrairement aux fibres modifiées chimiquement. Ainsi, les fibres eutectiques résultant d'une modification par trempe peuvent être plus fines que celles des fibres chimiquement modifiée [29].

Le mécanisme de modification n'est pas bien compris jusqu'à présent. La théorie la plus fréquemment citée expliquant le phénomène de modification à des vitesses de refroidissement élevées est basée sur la théorie de "l'énergie de surface" dans l'interface solide aluminium/silicium. La théorie suggère que la vitesse d'avance de l'interface dépend d'un équilibre entre la vitesse du flux de chaleur du liquide vers le solide à travers l'interface et la chaleur latente de fusion libérée pendant la solidification. Les conductivités thermiques de l'aluminium et du silicium à l'état pur sont 0,53 et 0,20 cal/cm²/°C, et leurs températures latentes de fusion sont de 94,6 et 337 cal/g, respectivement. En raison de la grande différence entre la conductivité thermique et la chaleur latente de fusion de l'aluminium pur et du silicium pur, l'aluminium se solidifie beaucoup plus rapidement que le silicium. Ainsi, l'aluminium gagne une avance pendant la solidification de l'eutectique, comme le montre la figure I. 13(a). Au fur et à mesure que la vitesse de refroidissement augmente, l'avance de l'aluminium sur le silicium augmente et provoque l'enrobage complet du cristal de silicium en retard par rapport à l'aluminium en progression, comme montré dans la figure I. 13(b) et (c). Cette théorie explique la formation de la structure eutectique modifiée à des vitesses de refroidissement élevées [26,30].

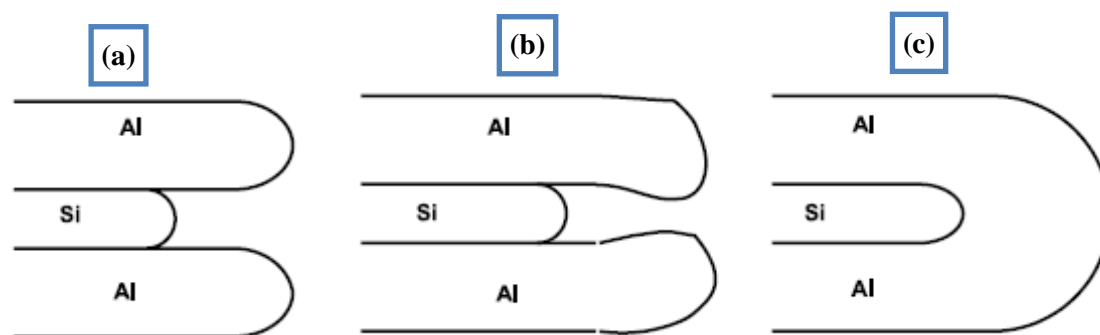


Figure I.13 : Séquence suggérée montrant comment l'aluminium peut occlure le silicium sur un front solide-liquide en croissance dans les alliages Al-Si refroidis rapidement [30].

La morphologie du silicium primaire dans les alliages aluminium-silicium, qui est basée sur celle d'un octaèdre régulier facetté sur des plans {111}, est souvent maclée. Dans les

alliages hyper-eutectiques, les sections à travers les cristaux de silicium primaires se présentent sous différentes formes complexes, mais parfois sous des formes hexagonales presque régulières qui correspondent à une section à travers un octaèdre. Le silicium primaire est supposé se développer par maclage à travers un mécanisme appelé TPPE (Twin Plane Re-entrant Edge). Le mécanisme TPPE a d'abord été introduit par Wagner [31] ainsi que par Hamilton et Seidensticker [32] pour expliquer la croissance des cristaux de germanium. Ils ont découvert que la condition nécessaire à la croissance dendritique des cristaux de germanium exigerait au moins deux plans parallèles de macles. Ce mécanisme a ensuite été étendu à la croissance du silicium [33,34].

Lorsque le refroidissement est lent, les intermétalliques de fer apparaissent sous une forme plus grossière et se concentrent principalement aux joints de grains ce qui rend l'alliage beaucoup plus fragile. Alors que le refroidissement rapide permet de garder une grande concentration d'éléments et d'impuretés en solution solide tels que le Fe, le Mn et le Cr. Les phases de fer présentes dans la microstructure deviennent plus fines et mieux dispersées dans la microstructure. En conséquence, des concentrations plus élevées en fer sont tolérées dans les alliages coulés sous pression comparativement aux alliages coulés en sable. Dans les alliages coulés sous pression, une teneur de fer de l'ordre de 0,7 à 1,3% est justifiée étant donné que cet élément agit comme un lubrifiant et qui diminue la tendance de la pièce solide à se souder aux parois du moule (Soldering) [35]. Ce phénomène s'explique par les interactions physico-chimiques complexes entre le matériau du moule et l'alliage de la pièce fondue. La coulée adhère au moule lorsque le courant métallique entre en contact, à grande vitesse, avec un obstacle dans le moule, tel qu'un noyau en acier. La couche protectrice de ce noyau est enlevée par essuyage de sorte que l'alliage de coulée puisse ensuite adhérer à l'acier du moule [36]. Shankar et Abélien [37] ont montré que le soudage aux parois du moule est un phénomène de diffusion qui entraîne la formation d'une série de composés intermétalliques binaires Fe-Al et ternaires Fe-Al-Si à la surface du moule. Le fer a un effet bénéfique lorsque ces quantités sont augmentées à 1% Fe. Il ralentit donc cette activité et réduit progressivement le soudage. Par conséquent, si l'alliage a une faible teneur en fer, le soudage aux parois du moule sera plus rapide.

I.5.3 Affinage de grain

La technique de refroidissement rapide est pratiquement difficile à réaliser, lorsqu'une pièce a une forme complexe et comporte des sections d'épaisseur différentes. Par exemple dans un moteur d'automobile, il est ardu de pouvoir lui appliquer un taux de refroidissement

uniforme. Les métallurgistes ont donc dû développer d'autres techniques, notamment l'ajout d'un autre substrat dit « raffineur » à la coulée pour favoriser la formation d'une structure de grain fine, uniforme et équiaxe [35]. En fait, l'affinage des grains dans les alliages d'aluminium était le centre d'intérêt de plusieurs études dans la littérature [38,39]. Généralement, les raffineurs de grain contiennent du titane (Ti) et/ou du Bore (B). Ils sont de type Al-Ti, Al-Ti-B et Al-B [40]. La Figure I.12(c) compare l'effet de ces trois raffineurs sur la taille des grains. Les résultats montrent que le bore est le raffineur le plus puissant qui produit la plus petite taille de grain. Cependant, l'utilisation à long terme de ce raffineur produit la sédimentation des gros précipités indésirables AlB_2 dans les fours. Bien que le bore soit le plus puissant des raffineurs de grains, il n'est pas recommandé pour les applications de fonderie [39]. Le plus consistant raffinage du grain est lorsque le titane et le bore sont utilisés en combinaison (Al-5Ti-1B). Comme le montre la figure I.12 (a)-(b)), en utilisant une faible concentration de TiB_2 pour l'alliage 413 (0.0701% Ti et 0.0004% B), une légère diminution de la taille des grains a été observée (de 2466 μm à 2156 μm). L'augmentation de la concentration de TiB_2 à 0.3279% Ti et 0.0360% B a réduit la taille des grains de 2466 à 275 μm (environ 90%) [41]. Dans tous les alliages d'aluminium, la meilleure pratique de raffinage du grain consiste à ajouter 10 à 20 ppm de bore, de préférence sous la forme de barres d'alliage mère Al-5Ti-1B ou Al-3Ti-1B. Pour cette raison, il est utile de fournir une petite quantité d'agitation douce dans les fours de maintien. Lorsque l'agitation est présente pendant de longues périodes, les di-borure de titane TiB_2 permettent un meilleur affinage de grain qui permet à son tour une distribution plus uniforme des intermétalliques, ce qui améliore considérablement les propriétés mécaniques des pièces coulées [25].

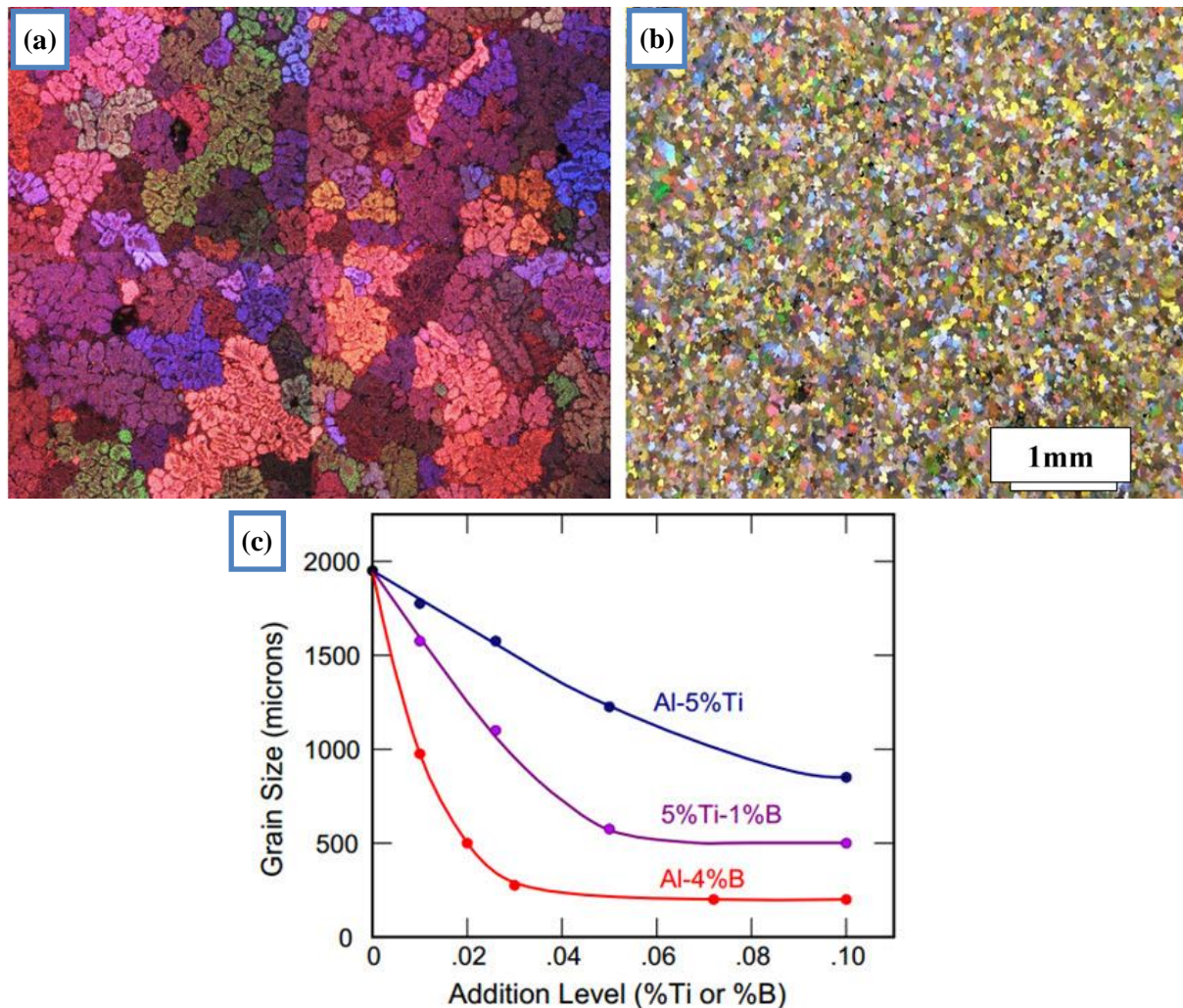


Figure I.14 : Macrostructure des grains observée dans l'alliage 413 suite à l'ajout de : (a) 0.07% de Ti, (b) 0.3279% de Ti et 0.0360% de B [41] ; (c) variation de la taille de grain de l'alliage A356 avec les 3 raffineurs [39].

I.5.4 Modification chimique du silicium eutectique

Même avec tous ces avantages que les affineurs de grains apportent aux alliages Al-Si de fonderie, les propriétés mécaniques ne sont pas seulement améliorées par cette procédure, mais aussi par l'addition des éléments modificateurs tels que l'antimoine (Sb), strontium (Sr) et le sodium (Na). Les particules de silicium d'un alliage non modifié semblent déconnectées lorsqu'elles sont observées sans attaque chimique en profondeur. Par conséquent, on croyait auparavant que chacune des grosses particules de silicium était un cristal isolé. Plus tard, avec la disponibilité de la microscopie électronique, il est confirmé que le silicium eutectique non modifié a une morphologie en flocons ou des plaquettes interconnectés et qui s'étendent dans trois dimensions (figure I.13 (a)). Le strontium est utilisé pour disperser finement le silicium dans les alliages Al-Si. De très petites quantités de strontium, de l'ordre de 0.008 à 0.04 %, peuvent apporter une modification remarquable, comme le montre la figure I.13 (b).

L'antimoine permet une modification lamellaire (figure I.13(c)) mais il n'est pas utilisé dans l'industrie en raison de sa toxicité pour la santé [42]. Comme mentionné précédemment le mécanisme de croissance du silicium dans les alliages modifiés chimiquement est très différent de celui des alliages modifiés par trempe, car les fibres modifiées par trempe sont souvent dépourvues de plans de maclage par rapport aux fibres modifiées chimiquement [30]. De même les fibres eutectiques résultant de la modification par trempe peuvent être plus fines que celles résultant d'une modification chimique [43].

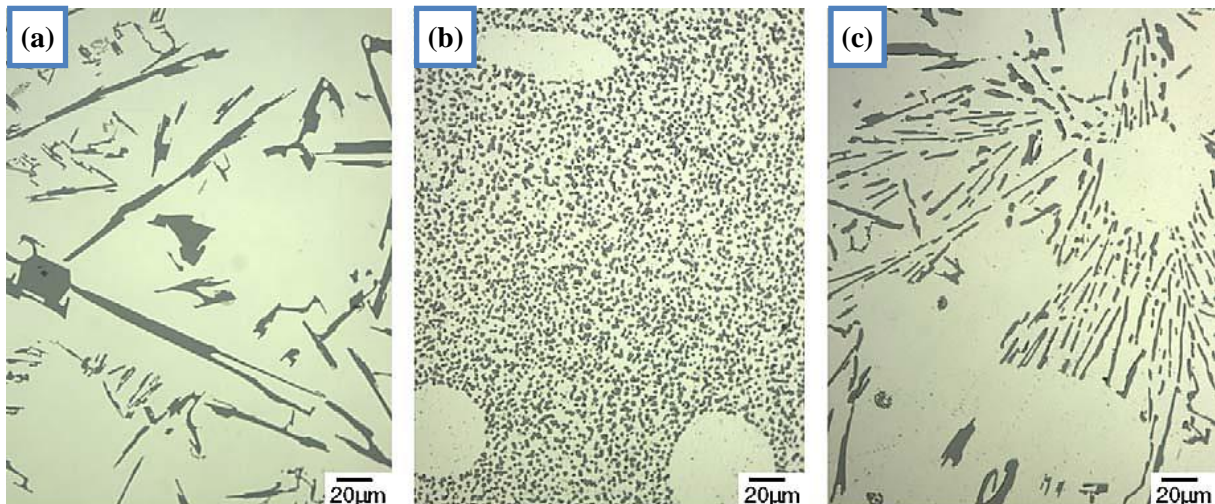


Figure I.15 : Comparaison de la morphologie du silicium dans un alliage d'aluminium-silicium hypo-eutectique: (a) non modifié, (b) modifié par Sr (300 ppm Sr) et (c) modifié par Sb (2400 ppm Sb) [42].

L'addition du magnésium aux alliages aluminium-silicium, quelle que soit la vitesse de refroidissement, modifie également la morphologie des particules de silicium. Aguilera-Luna *et al.* [44] ont observé cet effet très clair lorsque la teneur en Mg se situait entre 0.6% et 0.9%. Il a également été rapporté que lorsque la teneur en Mg est inférieure à 0,6%, le Mg tend à affiner les particules eutectiques de Si, tandis que la teneur entre 1,0 et 1,2% de Mg remplace la modification de l'eutectique Si par la formation de la phase Mg_2Si . L'augmentation supplémentaire du niveau de Mg produit à la fois la modification et des quantités supplémentaires de la phase Mg_2Si sous forme de larges écritures chinoises [45] (Han thèse 2007). Plusieurs travaux [46–48] ont reporté que le Mg comme modificateur entraîne généralement une réduction de la température eutectique. Dans les alliages 413, l'addition de Mg en quantités allant jusqu'à ~ 0,4 % en poids entraîne une dépression de la température eutectique de ~ 0,9 °C pour chaque 0,1 % en poids de Mg ajouté [48].

Pour les alliages hyper-eutectiques, le phosphore peut être ajouté comme agent de nucléation. Il a été rapporté [49] que les particules dures de silicium primaire, dans les alliages

de forte teneur de silicium (20 % Si), agissent comme abrasifs et ont tendance à réduire la durée de vie des outils de coupe. Par rapport à un état non affiné, l'affinage du silicium primaire réduit l'usure des outils de 70% dans les échantillons coulés au sable, de 50% dans les échantillons coulés en coquille et de 36% dans les échantillons coulés sous pression. Les quantités de phosphore pouvant affiner les particules de silicium primaire varient considérablement d'une source à l'autre, de 0,005 à 0,03 %. Jorstad et Apelian [50] rapportent que la vitesse de solidification seule peut être suffisante pour affiner le silicium primaire, bien qu'aux vitesses de refroidissement extrêmes habituellement rencontrées avec la coulée sous pression, AlP_3 ne semble pas nécessaire. Pour la coulée en sable et en coquille (y compris la coulée en coquille à basse pression), la nucléation artificielle du silicium primaire est absolument nécessaire pour éviter la formation de gros cristaux de silicium primaire irréguliers.

I.6 Solidification et développement de microstructure dans les alliages Al-Si

La solidification des alliages d'aluminium comporte trois étapes principales: le développement du réseau dendritique d'aluminium (α -Al), la réaction eutectique Al-Si et la précipitation des phases eutectiques secondaires. La présence de cuivre et de magnésium ainsi que certains éléments d'impuretés comme le fer et le manganèse engendre d'autres séquences de solidification. L'augmentation de la vitesse de refroidissement s'accompagne généralement d'une expansion de l'intervalle de solidification résultant d'une chute de la température eutectique finale [51].

I.6.1 Solidification des alliages Al-Si-Mg

Les alliages Al-Si-Mg les plus populaires sont les alliages 356 et 357. Ils ont été largement utilisés dans les applications automobiles et aérospatiales qui exigent une plus grande résistance et une ductilité acceptable. Ces deux alliages (356 et 357) contiennent 7 % de Si, et des teneurs en Mg d'environ 0,45 % et 0,7 %, respectivement. Leur composition chimique exacte est présentée dans le tableau I.9.

Les principales réactions de solidification qui peuvent être observé pour un alliage Al-7Si-0,56Mg (A357) contenant 0,14 % de Fe avec une vitesse de refroidissement de 0,7°C/s sont données dans le tableau I.6. Cet alliage appartenant à la famille Al-Si-Mg se distingue par la précipitation des phases eutectiques secondaires de magnésium Mg_2Si et $Al_8FeMg_3Si_6$.

Il y a deux réactions possibles requises pour la formation de la phase π -Al₈FeMg₃Si₆: la première est le résultat de la transformation de la phase β -Al₅FeSi à la phase π -Al₈FeMg₃Si₆ par la réaction péritectique N° 4; la seconde se forme à la suite de la réaction eutectique quaternaire N° 6 à la fin de la séquence de solidification (tableau I.6).

N° de la réaction	Réactions	Température (°C)
1	Développement d'un réseau de dendrites	611
2	Liq → Al + Si	577
3	Liq → Al + Si + Al ₅ FeSi	575
4	Liq + Al ₅ FeSi → Al + Si + Al ₈ FeMg ₃ Si ₆	567
5	Liq → Al + Si + Mg ₂ Si	555
6	Liq → Al + Si + Mg ₂ Si + Al ₈ FeMg ₃ Si ₆	550

Tableau I.6 : Réactions pendant la solidification de l'alliage A357 [52].

La microstructure générale des alliages Al-7%Si-Mg observée en microscopie optique se compose de α -Al primaire de forme dendritique, Si eutectique avec une couleur gris foncé, de la phase Mg₂Si montrant une morphologie en écriture chinoise noire, la phase β -Al₅FeSi avec une morphologie en aiguilles et la phase π -Al₈FeMg₃Si₆ en écriture chinoise gris clair [52].

I.6.2 Solidification des alliages Al-Si-Cu-Mg

Les différentes réactions de solidification pour un alliage 413.1, contenant le cuivre, le magnésium, le fer et le manganèse avec une vitesse de solidification de 0.8 °C/s, et une SDAS de 85µm, sont données dans le tableau I.7 [48].

N° de la réaction	Réactions	Température (°C)
1	Développement d'un réseau de dendrites	564.9
2a	Liq → Al + β -Al ₅ FeSi	562.0
2b	Liq → Al + α -Al ₁₅ (FeMn) ₃ Si ₂	562.0
2c	Liq → Al + Si + Al ₅ FeSi	562.0
3	Liq → Al + Si + Mg ₂ Si	536.8
4	Liq → Al + Si + Al ₂ Cu	509.4
5	Liq → Al + Si + Al ₂ Cu + Al ₅ Mg ₈ Cu ₂ Si ₆	506.4

Tableau I.7 : Réactions produites pendant la solidification de l'alliage 413.1 en présence des éléments chimiques Cu, Mg, Fe et Mn dans la coulée.

Wang *et al.* [51] ont rapporté que la solidification d'un alliage 413 (11,4%Si, 0,46%Fe, 0,09%Cu, 0,18%Mn, 0,03%Mg, 1,1%Zn) commence par la formation du réseau dendritique qui, en raison de sa cinétique de croissance, occupe un volume plus important dans

l'échantillon. Au cours de la croissance des dendrites, le Si s'enrichit dans les régions interdendritiques, ce qui conduit à la formation de particules primaires de Si dans la structure. La phase en aiguilles Al_5FeSi domine en tant que phase riche en fer à des faibles vitesses de refroidissement (par exemple 0.3 K/s), alors que la phase $\text{Al}_{15}(\text{FeMn})_3\text{Si}_2$ domine à des vitesses de refroidissement plus élevées (par exemple à 5 K/s).

Dans les alliages Al-Si-Cu-Mg, la phase principale du cuivre Al_2Cu (réaction n° 4) qui apparaît en particules roses en microscopie optique, est formée dans l'intervalle de température 525 à 500°C alors que les phases les plus complexes se développent généralement à la fin de la solidification telle que la phase $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ (réaction n° 5). Bien que les séquences de ségrégation des différentes phases pendant la solidification soient décrites à l'aide des diagrammes d'équilibre, les paramètres de solidification comme la vitesse de refroidissement et la composition chimique, doivent être convenablement considérés dans les situations réelles de la coulée, car ils affectent à la fois le processus de nucléation et la croissance des différentes phases précipitantes lors de la solidification. Cela signifie par exemple, est-ce que la phase $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ se développe comme phase pré-dendritique ou post-dendritique ou si elle remplace la phase Al_5FeSi coprécipitante dans la principale réaction eutectique Al + Si (réaction 2c dans le Tableau I.7). La forte teneur en Mg conduit à la formation de la phase Mg_2Si (réaction n° 3). L'augmentation du niveau de magnésium ne modifie pas de façon significative le processus de solidification, sauf qu'une quantité supplémentaire de la phase $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ est observée. Ainsi qu'à des concentrations élevées en fer, seule une augmentation de la phase Al_5FeSi est remarquée [53].

I.7 Principales phases intermétalliques dans les alliages Al-Si

L'aluminium forme une variété de composés intermétalliques avec ses éléments alliés tels que $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{FeMn})_3\text{Si}_2$, $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$, $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$, $\text{M-Mg}_2\text{Si}$ et $\pi\text{-Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$. Ces composés intermétalliques sont des solutions solides qui ont une capacité substantielle pour dissoudre d'autres éléments. Bien qu'ils soient exprimés par des formules chimiques définies, ces composés exhibent un large champ de compositions et de températures de précipitation [54].

I.7.1 Phases intermétalliques riches en fer

Le fer est l'une des impuretés les plus courantes dans les alliages Al-Si de fonderie. Il a une solubilité élevée dans l'aluminium fondu et donc il est facilement dissous à toutes les

étapes de la production. La solubilité du fer à l'état solide est cependant très faible, seulement 0,052% à 629°C et 0,002% à 400°C et encore moins à température ambiante [55]. Le fer fragilise la pièce produite par la formation des composés intermétalliques durs qui peuvent faciliter l'amorçage d'une fissure par décohésion lors d'une sollicitation mécanique.

Les conditions de solidification, les proportions et la solubilité de chaque élément sont des facteurs qui favorisent la formation d'une phase intermétallique par rapport à une autre. Plusieurs travaux [56,57] ont rapportés que dépendamment de la teneur en fer et en manganèse ainsi que du taux de refroidissement, les phases riches en fer peuvent se solidifier comme intermétalliques pré-dendritiques (primaires), pré-eutectiques, co-eutectiques et post-eutectiques aux différents stades de la solidification.

Ces phases se solidifient en trois morphologies distinctes:

- La phase β -Al₅FeSi en forme des aiguilles/plaquettes (figure I.16(a));
- La phase α -Al₁₅(FeMnCr)₃Si₂ en forme d'écriture chinoise, favorisée par un ratio Mn/Fe élevé et un faible taux de refroidissement (Figure I.16(b)) ;
- La phase α -Al₁₅(FeMnCr)₃Si₂ en forme polyédrique ou en forme d'étoile (phase α primaire ou sludge) qui existe selon la teneur du manganèse et du chrome dans l'alliage (figure I.16(c)-(f)).

La phase β -Al₅FeSi, désignée encore Al₉Fe₂Si₂, β (AlFeSi) ou β -Fe, prend la forme de plaquettes, qui apparaissent comme des aiguilles lors d'une coupe transversale, ce qui diminue fortement la ductilité de l'alliage. La composition de la phase β -Al₅FeSi est de 25,6% Fe, 12,8% Si, elle existe encore dans la gamme d'homogénéité de 25-30% Fe, 12-15% Si [55]. La cristallisation de cette phase peut être minimisée par la solidification rapide, l'ajout du manganèse ou la surchauffe de la coulée [58]. Les résultats trouvés par Belmares-Perales *et al.* [59] montrent que le choix de la composition chimique (rapport Fe/Mn~2) et le taux de refroidissement peuvent supprimer complètement la phase β -Fe. Ils ont observé que la phase β -Fe disparaissait lorsque des vitesses de refroidissement faibles et élevées étaient utilisées. Ils ont conclu que la suppression de β -Fe à faible vitesse de refroidissement (0,1 °C/s) peut être attribuée à une diminution de la micro-ségrégation alors que l'absence de cette phase à des vitesses de refroidissement élevées (3,5 °C/s) est reliée aux difficultés de sa croissance pendant la formation du Al-Si eutectique.

La solidification rapide permet au fer retenu dans la solution solide de fournir des phases finement réparties. La taille et la quantité des aiguilles dépendent fortement de la

teneur en fer et de l'historique de leurs formations pendant la solidification. Puisque la diffusivité au cours de la solidification diminue et est directement en fonction de la température, il s'ensuit que la phase β -Fe pré-eutectique possède une longueur et une épaisseur supérieure à la co-eutectique comme le montre la figure I.16(a). La nucléation du silicium eutectique sur les plaquettes β -Fe dans les alliages Al-Si, a été rapportée par Taylor *et al.* [60]. Ils ont constaté que la nucléation du silicium se produit à la fois sur les plaquettes "primaires" (β -Al₅FeSi) et "binaires" (Al- β Al₅FeSi), et éventuellement sur de petites plaquettes "ternaires" (Al-Si- β Al₅FeSi). Ils ont observé que le silicium se développe à partir de plusieurs endroits le long d'une seule plaquette β -Fe, la situation inverse de la nucléation des plaquettes β -Fe sur le silicium n'a jamais été observée. Liu *et al.* [61] dans leurs études sur les alliages 319 et 356 ont également classé les plaquettes β -Fe comme "pré-eutectiques" et "co-eutectiques". Les grandes plaquettes β -Fe indiquent qu'elles ont dû se former à une température plus élevée au cours de la réaction pré-eutectique, ce qui leur donne un temps plus long de croissance, alors que les petites plaquettes β -Fe indiquent que celles-ci sont probablement le produit d'une réaction co-eutectique.

La phase α -Al₁₅(FeMnCr)₃Si₂, appelée écriture chinoise, également désignée par α -Fe, ou Al₁₂Fe₃Si₂ (30,7% de Fe, 10,2% de Si) ou dans d'autres cas par Al₈Fe₂Si (31,6% de Fe, 7,8% de Si), existe en générale dans la gamme d'homogénéité de 30-33% Fe, 6-12% Si selon les éléments d'addition dans l'alliage. Cette phase montre une croissance cristalline irrégulière et courbée entre les espaces interdendritiques pendant la solidification [55]. Mondolfo [28] rapporte qu'il n'y a pas de miscibilité complète entre les phases α -Al₈Fe₂Si et α -Al₁₅Mn₃Si₂, la différence entre leurs structures cristallines exclut la possibilité de leur coexistence dans le même alliage. Dans la phase α -Al₁₅Mn₃Si₂, la plupart du manganèse peut être remplacé par le fer, jusqu'à une composition de 31% Fe, 1,5% Mn, 8% Si, et dans ce cas la phase α -Al₁₅(FeMn)₃Si₂ est la phase trouvée dans la plupart des alliages. Il rapporte aussi que les additions de chrome à la phase α -Al₁₅(FeMn)₃Si₂ remplacent le fer et le manganèse, les additions de cuivre remplacent principalement le silicium. Le vanadium est ajouté entre 0,1 et 0,2% pour le raffinage de ces composés. Le Fer avec le manganèse forme donc cette phase, souvent sous forme d'écriture chinoise (Figure I.16(b)), supprimant ainsi l'effet de fragilisation de la phase β -Fe. Certains auteurs [62] affirment que lorsque la teneur de fer dans un alliage excède 0,45%, il est conseillé d'ajouter une teneur en Mn égale à la demie de celle du fer (rapport Mn/Fe ~ 0,5). Cependant, Seifeddine *et al.* [63] ont rapporté que les taux de refroidissement élevés et les additions de Mn ne sont pas capables d'annuler complètement la

formation d'aiguilles β -Fe même avec un rapport Mn/Fe ~ 2 . D'après Mondolfo [28], si le manganèse total plus le fer est supérieure à 0,8 % ou lorsque le rapport Mn/Fe est plus élevé avec la présence de chrome, les cristaux de la phase α -Al₁₅(FeMn)₃Si₂ sont primaires et apparaissent sous forme de polyèdres complexes à plusieurs composants de forme hexagonales appelées « sludge » ou encore « plaquettes ségrégées » (Figure I.16(c)-(f)). Une fois formés à l'intérieur d'un alliage en fusion, elles restent solides car leurs points de fusion sont élevés. Ils agissent en effet comme des points durs et dégradent les propriétés mécaniques de l'alliage. Les composés polyédriques interviennent souvent dans la coulée sous pression où la température de la coulée est typiquement 610°C à 660°C [64].

Dans la coulée sous pression, le Fe et le Mn produisent une augmentation du nombre de particules polyédriques primaires riches en Fe, tandis que le Cr favorise la formation de grosses particules polyédriques, ainsi que certain nombre de petites particules polyédriques secondaires riches en Fe. Lorsque la teneur en Cr est faible, la forme des particules polyédriques primaires sera associée à un dodécaèdre rhombique régulier. Tandis que les morphologies en forme d'étoile et ramifiées (figure I.16(d)), formées lorsque la teneur en Cr est élevée, sont associées au dodécaèdre rhombique creux [65]. L'influence de la teneur en chrome sur la microstructure des alliages coulés sous pression AlSi9Cu3(Fe) a été étudiée par Timelli *et al.* [66]. Leurs observations MEB faites sur des échantillons profondément gravés révèlent plus clairement l'évolution morphologique de ces composés intermétalliques en fonction de la teneur de chrome. La figure I.16(c) montre les particules polyédriques, typiquement de l'alliage de base AlSi9Cu3(Fe) avec 0,057% en poids de Cr, correspondant à un dodécaèdre rhombique régulier tandis que les grosses particules polyédriques, ramifiées ou en étoile, plus visibles dans les alliages contenant plus de 0,153% en poids de Cr, sont associées à une structure dodécaèdre rhombique creux avec une cavité au milieu de chaque facette en losange (figure I.16(e)).

Les petites particules polyédriques riches en fer, également appelées particules pro-eutectiques secondaires [67,68], ont des dimensions de quelques micromètres. La morphologie et les dimensions de ces particules ne sont pas influencées par la teneur en chrome, mais sont principalement déterminées par la vitesse de refroidissement élevée. En raison des vitesses de refroidissement accrues, la taille des particules polyédriques primaires et secondaires diminue. Les phases secondaires pro-eutectiques riches en fer se forment dans les régions interdendritiques et deviennent si petites qu'elles ne contribuent pas à la formation de particules polyédriques primaires (sludge) [69]. La figure I.16(d) montre la microstructure

d'un alliage AlSi9Cu3(Fe) avec des teneurs de 1.22% Fe, 0.21% Mn et de 0.055 % Cr. La microstructure révèle la coexistence de particules polyédriques primaires (sludge), des aiguilles β -Al₃FeSi et de particules polyédriques secondaires fines de type α -Fe pro-eutectiques comme indiquer sur la figure [67].

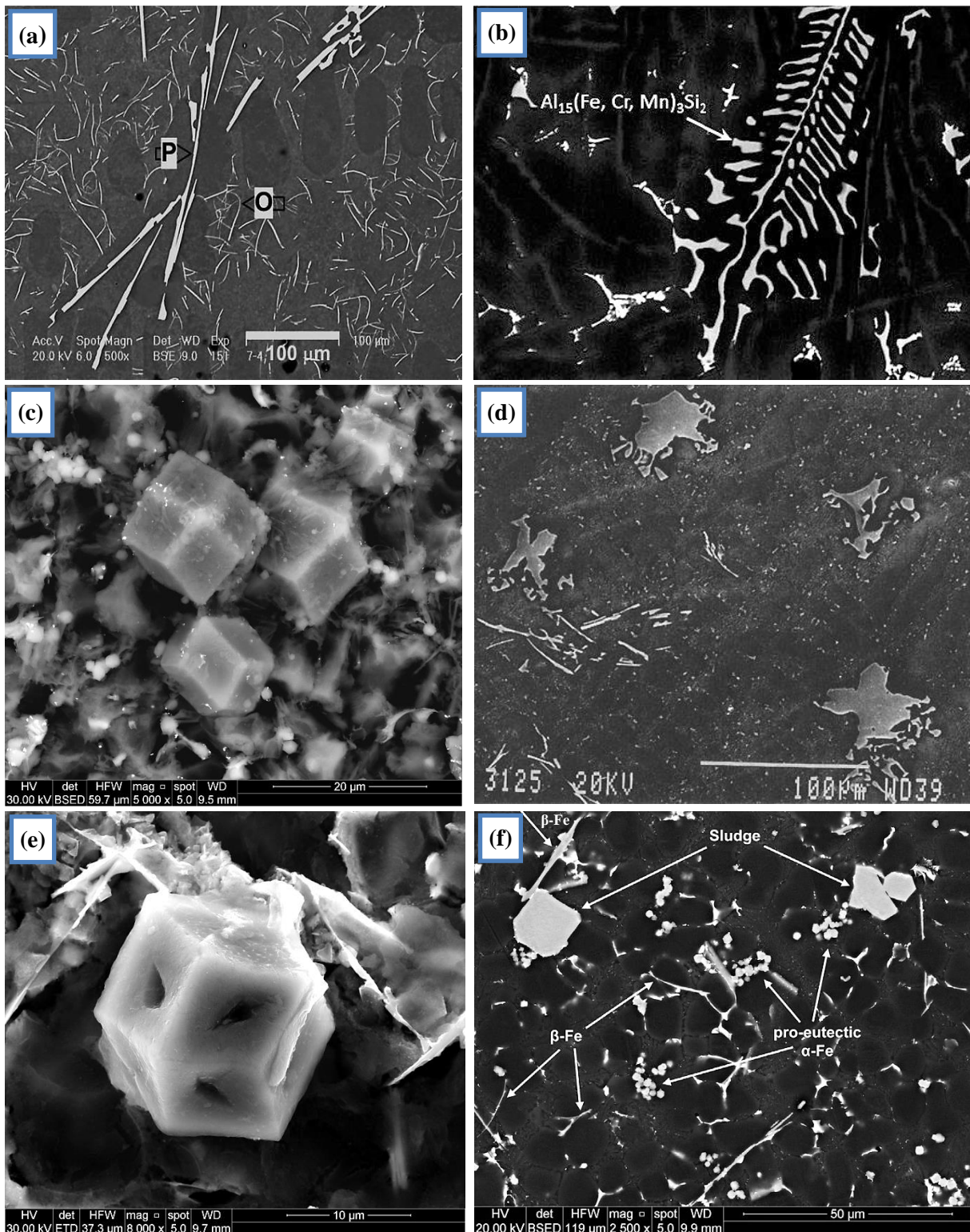


Figure I.16 : Micrographies MEB montrant les morphologies des composés intermétalliques de fer : (a) la phase β -Al₅FeSi en deux distributions de tailles différentes, « P » indique pré-eutectiques et « O » co-eutectiques dans un alliage Al-10,7Si-0,8Fe modifié au Sr [56] ; (b) la phase α -Al₁₅(FeMnCr)₃Si₂ en forme d'écriture chinoise [70] ; (c) et (e) Morphologie des particules α -Fe polyédriques dans les alliages AlSi9Cu3(Fe) après attaque chimique profonde avec 0,057 et 0,153 % en poids de Cr, respectivement [66] ; (d) morphologie typique de la phase α -Fe en étoile ramifiée dans un alliage Al-12,5Si avec 1,2% Fe, 0,3% Mn, et 0,1% Cr [71] ; (f) coexistence des aiguilles β -Fe avec des particules α -Fe polyédriques primaires (sludge) et secondaire (pro-eutectique) en raison du faible rapport Mn/Fe (~ 0,17) dans l'alliage AlSi9Cu3(Fe) [67].

I.7.1.1 Effet de la composition chimique sur la formation des composés intermétalliques

Comme le recyclage des alliages d'aluminium devient de plus en plus courant, les intermétalliques polyédriques seront un problème important en raison de la concentration de Fe, Mn, et Cr dans le cycle du recyclage. Le contrôle des intermétalliques complexes dans les structures coulées exigera une connaissance et une maîtrise accrues de la composition chimique de la coulée. Ces composés intermétalliques complexes enrichis en Fe, Mn et Cr se forment à des températures supérieures à la température du liquidus, et en raison de leur densité supérieure à celle du métal fondu, ils se séparent dans la masse fondue. La ségrégation dans le métal fondu peut se produire soit dans les moules à faible vitesse de refroidissement, soit dans les fours de maintien ou dans les poches de transfert du métal. Leur formation modifie non seulement la composition chimique du métal en fusion, mais peut aussi augmenter la tendance de l'alliage coulé sous pression à se souder à la matrice du moule comme mentionner précédemment. Plusieurs études de recherche [67,69,72–74] ont rapporté que Gobrecht et Jorstad ont suggéré un facteur de ségrégation (SF) pour la formation de composés intermétalliques dans les alliages Al-Si-Cu (figure I.17). Ce facteur est calculé à partir de la formule suivante:

$$\text{Facteur de ségrégation: SF} = (1 \times \text{Fe}\%) + (2 \times \text{Mn}\%) + (3 \times \text{Cr}\%) \dots\dots\dots (\text{I.1})$$

où les valeurs des éléments sont exprimées en pourcentage massique.

Les fondeurs sous pression connaissent bien les limites de la composition qui empêchent la formation des composés intermétalliques (sludge). La règle commune (I.1) signifie que la teneur en fer plus deux fois la teneur en manganèse plus trois fois la teneur en chrome ne doit pas dépasser la somme de 1,7% [3]. Cette limite est arbitraire et inexacte et on lui attribue souvent des valeurs de 1,5 à 1,9 %. Elle est soumise à l'approbation de la

composition spécifique de l'alliage et de la température minimale réelle du procédé de la coulée [75].

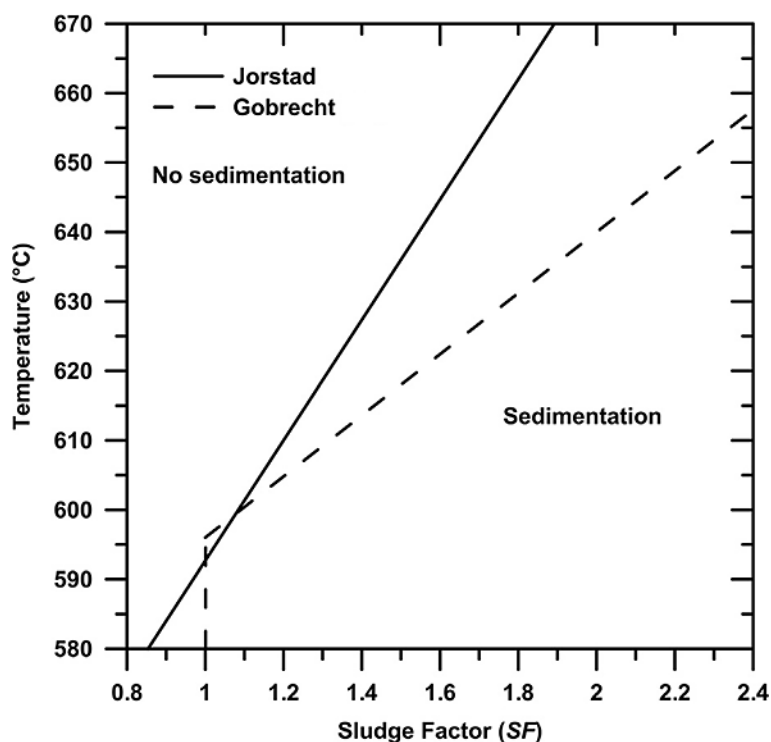


Figure I.17 : Facteur de température/composés intermétalliques calculés selon l'équation (I.1) après Jorstad et Gobrecht. La zone de précipitation des composés intermétalliques est représentée sur la figure [74].

Shabestari *et al.* [76] ont étudié l'effet de la composition chimique, en particulier les concentrations de Fe et de Mn, sur la formation des composés intermétalliques dans des alliages Al-12,7% Si. La figure I.18 montre l'effet de la teneur en manganèse à chaque teneur en fer sur la formation des composés intermétalliques. L'étude métallographique a révélé que les composés intermétalliques ne se forment pas lorsque les teneurs de fer, de manganèse et de chrome sont faibles. Dans les alliages contenant 0,4% Fe et 0,1% Cr, les composés en étoile sont formés à des concentrations plus élevées de manganèse ($Mn > 0,3\%$) avec un facteur de ségrégation supérieur à 1,35. Cependant, dans les alliages qui contiennent 0,8 % de Fe, les intermétalliques en forme d'étoile se forment à des niveaux inférieurs de manganèse (0,1 % Mn) avec un même facteur de ségrégation ($SF > 1,35$). Pour convertir toutes les plaquettes β -Fe en petites étoiles intermétalliques ($\sim 20 \mu m$), dans les alliages à haute teneur en fer ($\sim 1,2\%$ Fe), il faut plus de 0,2% de manganèse et 0,1% de chrome en poids dans l'alliage et le facteur de ségrégation requis est de 1,85 environ.

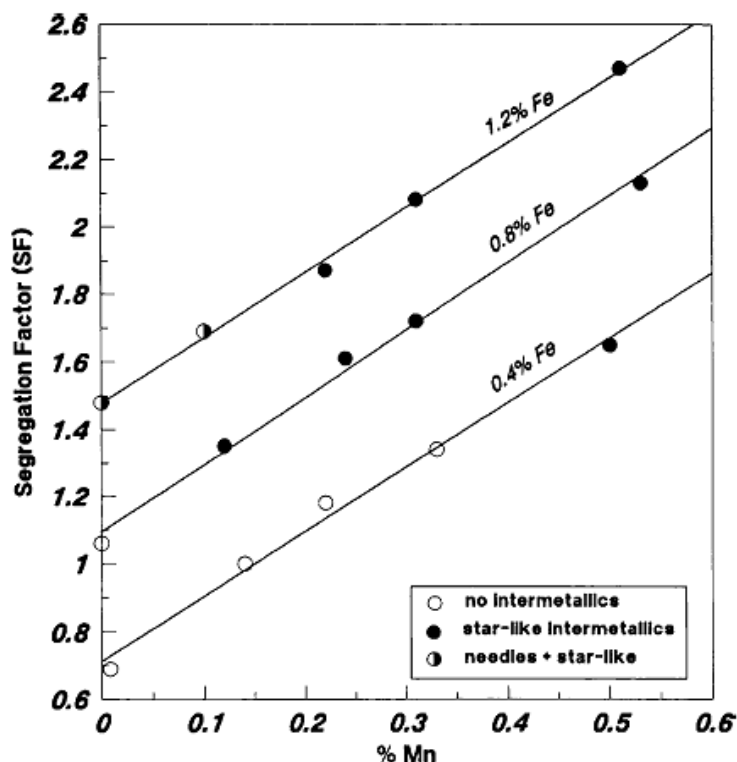


Figure I.18 : L'effet du manganèse à chaque teneur en fer dans l'alliage Al-12,7 % Si-0,1 % Cr [76].

I.7.1.2 Effet de la température sur la formation de composés intermétalliques

La formule (I.1) ci-dessus est utile pour prédire la tendance de la formation des intermétalliques polyédriques, bien que la température du métal fondu dans une certaine mesure, influencent également la sensibilité de la formation des composés intermétalliques. Shabestari *et al.* [76] ont également examiné l'effet de la teneur en fer sur la température de formation des composés intermétalliques.

Trois alliages avec des teneurs en fer différentes de 0,4; 0,8 et 1,2% ont été analysés pour des teneurs en Mn et Cr constantes (Mn ~ 0,3% ; Cr ~ 0,1%). Pour examiner la température de formation de ces composés, il faut assurer la dissolution des composés intermétalliques déjà formés dans l'alliage de départ. Pour ce faire, la masse fondue a été maintenue à 850°C pendant une longue durée (de 1,5 à 2h) afin de provoquer la dissolution complète de ces composés. Après dissolution, les trois alliages ont été maintenus à des températures différentes allant de 850 à 630°C pendant 20 minutes pour chaque tranche de température. L'objectif est de reproduire les conditions de maintien des alliages dans l'industrie de fonderie sous pression. Les observations métallographiques ont montré que le maintien de la masse fondue à des températures de 800-850°C pendant 1,5 heure était

suffisant pour dissoudre complètement tous les composés intermétalliques. La variation de la température de formation des composés intermétalliques en fonction de la teneur en fer est illustrée dans la figure I.19.

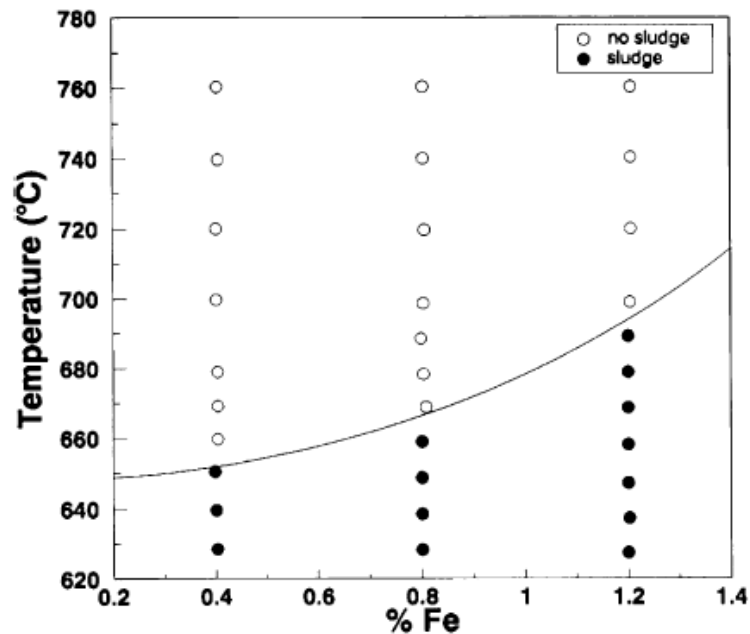


Figure I.19 : Température de formation des composés intermétalliques dans les alliages contenant 0,4 ; 0,8 et 1,2 % Fe [76].

Lorsque les composés intermétalliques sont dissous à 850°C, ils ne se reforment qu'à une certaine température caractéristique pour chaque alliage. Cette température augmente avec l'augmentation de la teneur en fer dans l'alliage comme le montre l'équation suivante [76]:

$$\text{Température (°C)} = 645,7 + 34,2 (\% \text{Fe})^2 \dots\dots\dots(\text{I.2})$$

Narayanan *et al.* [58] ont étudié le comportement de cristallisation de composés intermétalliques contenant du fer dans un alliage d'aluminium 319. Ils ont montré que, dans l'absence de manganèse, les composés du fer se cristallisent en phase β -Fe à toutes les vitesses de refroidissement allant de 0,1 à 20°C/s pour des températures normales de coulée (750°C). Cependant, lorsque la masse fondue est surchauffée à une température élevée (environ 200 à 300 degrés au-dessus de la température du liquidus), les composés de fer se cristallisent dans la phase α -Fe à des vitesses de refroidissement élevées. En présence de manganèse, les composés du fer se cristallisent dans la phase α -Fe à des vitesses de refroidissement faibles et dans les deux phases α -Fe et β -Fe à des vitesses de refroidissement élevées.

I.7.1.3 Effet de la vitesse de refroidissement sur la formation et la morphologie des composés intermétalliques

La plupart des intermétalliques existent sous forme de grosses particules lorsque le refroidissement est lent. La quantité et le pourcentage volumique des composantes augmentent significativement avec la diminution de la vitesse de refroidissement [73]. La figure I.20(a) illustre l'effet de la vitesse de refroidissement sur la morphologie et le pourcentage en volume des composés intermétalliques dans un alliage contenant 0.8% de Fe. Une grande quantité d'écriture chinoise, de grosses plaquettes pré-eutectiques β -Fe et de particules polyédriques primaires α -Fe sont formées à une très faible vitesse de refroidissement (0,1°C/s). La quantité et la taille de la phase d'écriture chinoise diminue à des vitesses moyennes de refroidissement (0,9°C/s), tandis que les composés polyédriques et les plaquettes β -Fe n'ont pas été observés. Dans cet alliage, lorsque la vitesse de refroidissement est élevée (10°C/s), seuls des intermétalliques en forme d'étoile se forment dans toute la microstructure, occupant au maximum 0,1% en volume. L'écriture chinoise, les plaquettes β -Fe et les composés polyédriques n'ont pas été observés à cette vitesse de refroidissement.

La figure I.20(b) montre les effets de la vitesse de refroidissement sur le nombre total de particules par unité de surface (mm^2). Au fur et à mesure que la taille des intermétalliques diminue avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement, le nombre de particules par unité de surface augmente aussi. Par conséquent, à des vitesses de refroidissement très faibles, les composés intermétalliques deviennent de grandes tailles et le nombre de particules formées dans une unité de surface diminue dans tous les cas.

La figure I.20(c) montre la forme des composés intermétalliques en forme d'étoile et en forme explosée. Ces particules primaires se trouvent souvent à l'intérieur des dendrites d'aluminium. Elles se forment à haute température de solidification et consomment une partie du silicium présent dans l'alliage qui l'entoure ce qui résulte leur formation dans des dendrites primaire d'aluminium dans des régions dénudée du silicium.

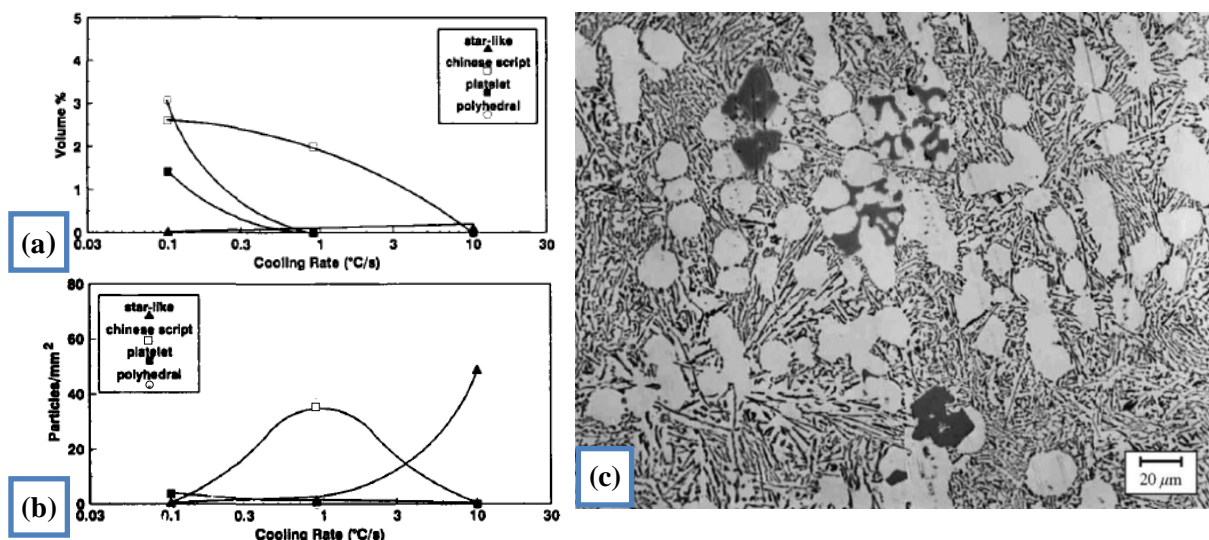


Figure I.20: Effet de la vitesse de refroidissement (a) sur le pourcentage de volume des intermétalliques, (b) sur le nombre de particules formées dans une unité de surface et (c) composés intermétalliques en forme d'étoile et en forme explosée d'un alliage Al-12.7% Si contenant 0.8 % de Fe [73].

I.7.2 Phases intermétalliques contenant du cuivre

Les alliages Al-Si-Cu qui contiennent le silicium et le cuivre, lorsqu'ils ont une composition en Si qui se rapproche de celle de l'eutectique, ont une bonne tenue à chaud et un faible coefficient de dilatation thermique. Aucun composé ternaire n'est formé dans les alliages Al-Si-Cu; les seules phases en équilibre avec l'aluminium sont les phases de silicium et de cuivre Al_2Cu .

La phase Al_2Cu peut se trouver sous la forme de deux précipités et ce dépendant de la vitesse de refroidissement. La première forme (figure I.21(a)) est une morphologie en bloc compact de stoechiométrie $\theta-Al_2Cu$ tandis que la seconde (figure I.21(b)) se présente sous forme des colonies eutectiques fines ($Al + Al_2Cu$) [77]. À des vitesses de refroidissement élevées, comme dans la coulée sous pression, la phase Al_2Cu se précipite sous la forme de phases eutectiques fines compacte dans les régions interdendritiques. Au fur et à mesure que la vitesse de refroidissement diminue, comme dans la coulée en sable, la phase Al_2Cu se précipite simultanément sous la forme de gros bloc compact ainsi que sous une forme de colonie eutectique. Le calcul de la stoechiométrie de la phase $\theta-Al_2Cu$ en bloc montre que le cuivre à des concentrations plus proches de 54,2% en poids. Selon Mondolfo [28], la concentration mesurée de cuivre de cette phase a une plage d'existence limitée entre 52,5 et 53,9%, ce qui ne couvre pas vraiment son contenu nécessaire à sa formule stoechiométrique. Pour la phase eutectique ($Al + Al_2Cu$), la concentration mesurée est inférieure à 33% Cu.

Mohamed *et al.* [78] ont observé que les phases Al_2Cu sont toujours juxtaposées avec les composés riches en fer $\beta\text{-Fe}$, mentionnant que les phases intermétalliques $\beta\text{-Fe}$ agissent comme des sites de nucléation de ces dernières, comme le montre la figure I.21(c). La modification par Sr ou par augmentation de la vitesse de refroidissement conduit à la ségrégation des particules Al_2Cu dans des régions éloignées des colonies de silicium eutectiques en croissance.

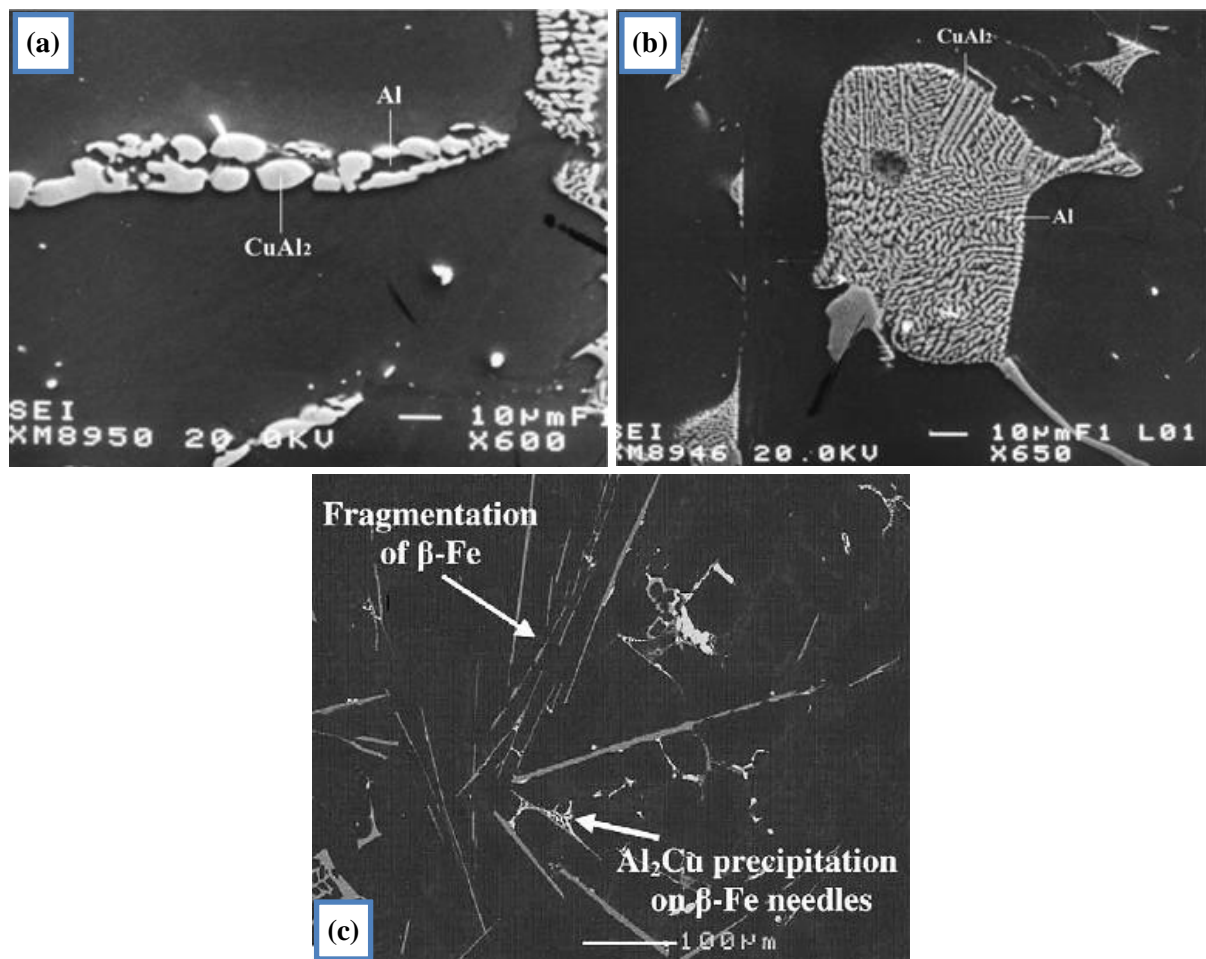


Figure I.21 : Images MEB montrant la phase de cuivre: (a) en bloc $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ et (b) en eutectique ($\text{Al} + \text{Al}_2\text{Cu}$) [77] ; (c) précipitation des particules intermétalliques Al_2Cu sur les aiguilles $\beta\text{-Fe}$ dans un alliage AlSi10.8Cu2 [78].

I.7.3 Phases intermétalliques contenant du magnésium

Les alliages d'aluminium-silicium qui contiennent d'additions de magnésium sont utilisés généralement lorsqu'une bonne coulabilité et une bonne résistance à la corrosion sont nécessaires. Le magnésium et le silicium peuvent former la phase de durcissement Mg_2Si qui précipite dans la matrice d'aluminium $\alpha\text{-Al}$. Le magnésium est la base de la résistance et de la dureté lors des traitements thermiques des alliages Al-Si-Mg . Il est utilisé dans des alliages

Al-Si qui contiennent du fer, du titan et d'autres éléments dont le but est également de durcir l'alliage. La phase durcissante Mg_2Si montre une solubilité limite de 0,70 % de magnésium, au-delà de cette limite il n'y pas davantage de durcissement et il peut même survenir un adoucissement de l'alliage. La composition habituelle du magnésium utilisé pour les alliages de la famille Al-Si varie généralement de 0,07 à 0,40 % [79].

Les alliages AlSi7Mg de fonderie les plus populaires, contenant du Mg comme élément principal d'addition, sont les alliages A356 (EN-42100) qui ont 0,3 à 0,4% Mg et les alliages A357 (EN-42200) qui ont 0,45 à 0,7% Mg. Dans ces alliages, le magnésium Mg qui ne se dissout pas dans la matrice α -Al forme divers composés intermétalliques avec Si et Fe tels que π - $Al_8FeMg_3Si_6$ et Mg_2Si . La phase π - $Al_8FeMg_3Si_6$, également dénommée π -Fe, π , $h(AlFeMgSi)$ ou $Al_9FeMg_3Si_5$, a une gamme de composition chimique de 10,9% Fe ; 14,1% Mg et 32,9% Si [28]. Des études expérimentales ont montré que la transformation de la phase β - Al_5FeSi à la phase π - $Al_8FeMg_3Si_6$ dépend du contenu du Mg. Caceres *et al.* [80] ont étudié l'effet du Mg sur la microstructure des alliages 356 (0,4%Mg) et 357 (0,7%Mg). Ils ont observé que la teneur plus élevée en magnésium des alliages 357 entraîne la formation de grosses particules π ($Al_9FeMg_3Si_5$) avec quelques petites plaquettes β (Al_5FeSi) ; cependant, seules les plaquettes β sont observées dans les alliages 356 avec faible teneur en magnésium.

La Figure I.22(a) montre la phase π en écriture chinoise qui croît souvent en association avec les aiguilles de la phase β . L'excès de Mg fait apparaître la phase Mg_2Si . Cette phase a une morphologie d'écriture chinoise et une composition chimique de 63,2% Mg et 36,8% Si [28]. Elle apparaît avec une couleur noire foncée dans les observations par microscopie électronique à balayage MEB. Il a été rapporté que l'excès d'eau pendant le polissage prolongé érode cette phase à un niveau inférieur à celui de la matrice et des autres phases ; par conséquent, la mise au point pour l'analyse stœchiométrique exacte n'est plus possible [75]. Très souvent cette phase précipite sur les bords de la phase préexistante π , comme illustré dans la figure I.22(b).

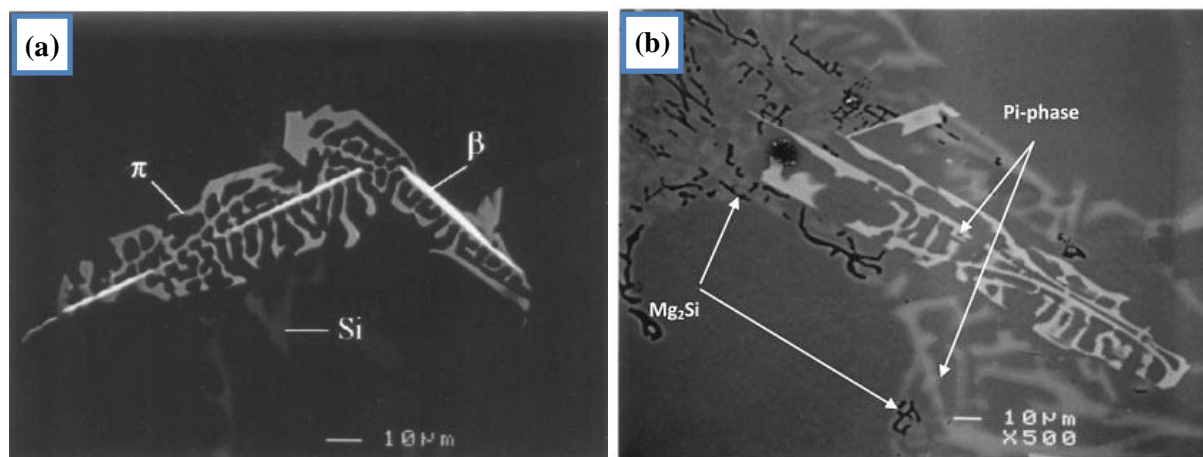


Figure I.22 : Images d'électrons secondaire rétrodiffusés par MEB-(BSE) montrant (a) l'étroite association entre la phase π et la phase β dans un alliage Al-7,2Si-0,51Mg [81], (b) occurrence de la phase π et des phases d'écriture chinoise Mg_2Si dans un alliage 413 [82].

I.7.4 Phases intermétalliques contenant du cuivre et du magnésium

Les alliages Al-Si-Cu-Mg contenant du cuivre et du magnésium présentent une grande réponse au traitement thermique en raison de la présence à la fois du Mg et du Cu. Dans ces alliages, la principale fonction des éléments Mg et Cu est de former les précipités Mg_2Si et Al_2Cu qui durcissent l'alliage après le traitement thermique de vieillissement artificiel. La présence du Cu et de Mg peut ainsi former la phase quaternaire Q- $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ dans les alliages Al-Si-Cu-Mg. Cette phase, indiquée dans la figure I.23(a), apparaît uniquement dans les alliages d'aluminium à haute teneur en Si. L'analyse stœchiométrique de ses cristaux primaires donne la composition de 20,6% Cu, 31,8% Mg, 31,4% Si [28]. Dans les alliages sans magnésium, le cuivre, s'il n'est pas en solution, il est présent toujours sous forme de la phase Al_2Cu . Si le magnésium est présent même en trop faibles quantités, il lie tout le cuivre sous forme de la phase Q- $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ [78]. Les phases Al_2Cu , ainsi que les phases Q- $Al_5Mg_8Cu_2Si_6$ qui se forment aux bords des phases Al_2Cu lors de la dernière étape de la solidification ségrégaient toujours dans des zones éloignées des régions eutectiques Si (figure I.23(a)).

Samuel *et al.* [83] ont étudié l'effet des additions de Mg sur la formation des intermétalliques dans un alliage 319. Ils ont montré que le magnésium conduit à la coexistence des intermétalliques Al_2Cu , π - $Al_8Mg_3FeSi_6$, Mg_2Si et Q- $Al_5Mg_8Cu_2Si_6$. Moustafa *et al.* [48] ont effectué des travaux sur des alliages Al-11,5% Si contenant du magnésium (Mg) dans la plage de 0,1 à 0,4% en poids et du cuivre (Cu) dans la plage de 1,0 à 3,0% en poids. Ils ont constaté que l'augmentation de la teneur en Cu et Mg entraîne une diminution de

la température eutectique, c'est-à-dire une addition de 1% de Cu provoque une réduction de la température eutectique d'environ $1,8^{\circ}\text{C}$ à toute concentration de Mg. L'addition de Mg a un effet similaire sur la température eutectique, c'est-à-dire que 0,1 % de Mg entraîne une baisse d'environ $0,9^{\circ}\text{C}$ de la température eutectique. Ils ont observé également que l'introduction de Mg et Cu dans les alliages eutectiques Al-Si entraîne la formation de nombreux composés intermétalliques. La figure I.23(b) montre les différentes phases qui précipitent dans un alliage Al-11,5% Si contenant 0,90% Cu et 0,44% Mg. Ces phases ont été identifiées comme suit : (A) $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, (B) particules de Si, (C) Mg_2Si , (D) Al_2Cu en bloc et (E) la phase Q- $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$. La flèche dans cette figure indique la transformation partielle de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ à la phase $\pi\text{-Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$.

Farkoosh *et al.* [84] ont étudié également l'influence de Mg (dans l'intervalle de 0,3 à 0,7 %) sur les caractéristiques de précipitation des phases β et π dans les alliages Al-7Si-0,5Cu-(Mg). Ils ont constaté qu'avec $\text{Mg} > 0,47\%$, une réaction péritectique transforme la phase β en phase π ($L + \beta \rightarrow \text{Al} + \text{Si} + \pi$), et qu'au-dessus de 0,6% de Mg, la phase β est complètement remplacée par la phase π , en raison de la consommation de tout le fer pour la formation de cette phase. Lorsque la phase β est complètement transformée en phase π , l'excès de Mg apparaît comme la phase Mg_2Si .

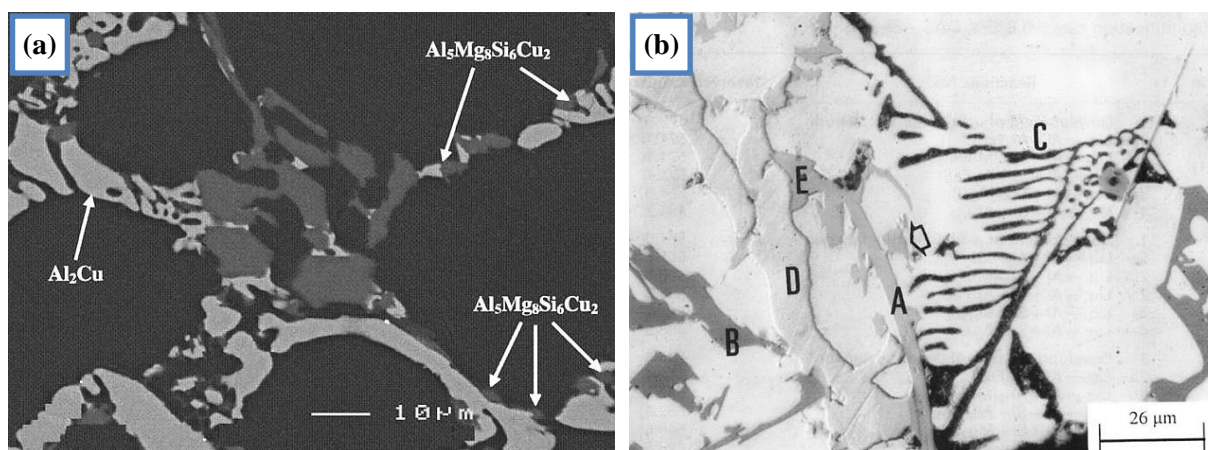


Figure I.23: (a) Image MEB-(BSE) prise à partir d'un alliage Al-10,8%Si qui contient 2,13% Cu et 0,37% Mg, montrant les particules de phase Al_2Cu et Q- $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ [78] ; (b) Précipitation coopérative de (A) $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, (B) particules de Si, (C) Mg_2Si , (D) Al_2Cu en bloc et (E) la phase Q- $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ pendant le processus de solidification d'un alliage Al-11,5% Si contenant 0,90% Cu et 0,44% Mg. La flèche indique la transformation partielle de la phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ à la phase $\pi\text{-Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ [48].

I.8 Imperfections de fonderie

L'oxydation à haute température, le retrait lié à la solidification, les soufflures et les gaz piégés entraînent des défauts qui nuisent aux propriétés mécaniques ainsi qu'aux propriétés physiques des alliages d'aluminium. Ces défauts induisent une zone de concentration des contraintes qui représente des sites favorables pour l'amorçage des fissures. Ces fissures favorisent l'amorce de la rupture dans une pièce soumise à un effort quelconque. Elles diminuent donc la résistance ultime en traction de l'alliage. De plus, elles influencent défavorablement l'allongement à la rupture du matériau. La résistance à la fatigue des pièces coulées est également influencée par leur présence, ce qui entraîne généralement des durées de vie plus faibles lorsque de gros défauts sont présents l'intérieur des pièces coulées.

I.8.1 Défaut des films d'oxyde

Une des principales sources d'inclusions dans les alliages sont les oxydes d'aluminium causés par le contact du métal liquide avec l'oxygène de l'air. Les oxydes se retrouvent sous la forme de films minces dans la matrice d'aluminium. Le film d'oxyde à la surface d'un liquide peut être entraîné à l'intérieur de la coulée. L'action d'entraînement est un pliage de la surface, conduisant automatiquement à l'immersion de son film de surface. Les turbulences de surface lors de la coulée conduisent à des événements d'entraînement des films qui sont généralement rapides et ne nécessitent que quelques millisecondes. La création d'une nouvelle surface et le temps de formation d'un nouveau film d'oxyde sur cette nouvelle surface est si limité que le film entraîné peut être très mince, de l'ordre du nanomètre. Les films d'oxyde, une fois entraînés, leurs surfaces sèches se replient vers l'intérieur, se font nécessairement face les unes aux autres et forment un double film, d'où le nom de " bi-films " [85].

Il semble que les films d'oxyde qui ont été principalement observés jusqu'à présent sont des sites privilégiés pour la nucléation et la croissance d'une grande variété d'intermétalliques. Cao et Campbell [86,87] ont été les premiers à signaler l'association entre les intermétalliques riches en fer et les bi-films dans les alliages d'aluminium Al-11,5Si-0,4Mg. Ils rapportent que les phases riches en fer peuvent nucléer sur les côtés humides des bi-films d'oxyde, tandis que l'espace entre les côtés secs des bi-films d'oxyde représente généralement la fissure observée dans les phases riches en fer. La figure I.24(a) montre un excellent exemple de la phase β - Al_5FeSi qui croît sur un substrat d'oxyde. Des particules de silicium eutectique dans cette image semblent également être formées sur des bi-films. Cette figure montre que les composés intermétalliques ne peuvent précipiter que sur les surfaces extérieures des bi-films

longitudinalement, bien que certaines fissures transversales qui ne coupent pas les bi-films puissent être dues à la fragilité des intermétalliques. Ils ont également étudié l'effet du Fe et du Mn sur la précipitation et la sédimentation dans les phases primaires α -Al(FeMn)Si et les films oxydes. Ils ont constaté que presque toutes les particules primaires de α -Al(FeMn)Si et certaines couches d'oxyde semblent se déposer complètement à la base du métal en fusion, comme le montre la figure I.23(b).

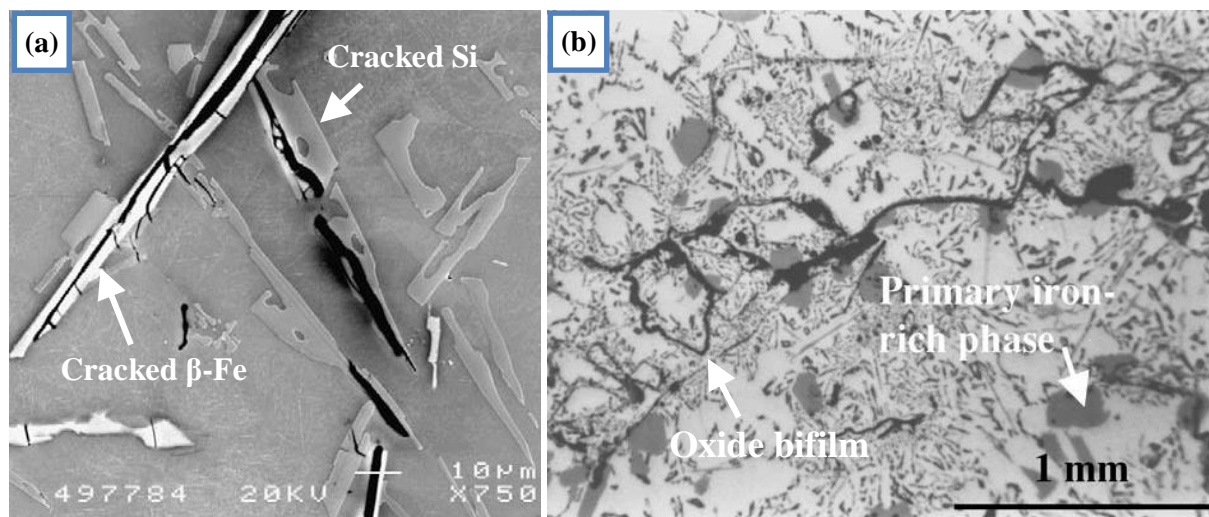


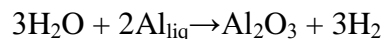
Figure I.24 : Micrographies des particules riches en fer dans des alliages Al-11.5Si-0.4Mg se développant sur des bi-films d'oxyde : (a) image MEB-(BSE) des films d'oxyde comme origine des fissures dans les phases β -Fe et Si [86], (b) Micrographie optique du même alliage coulé et sédimenté à 600°C pendant 4 h montrant les films d'oxyde et les particules primaires α -Al(FeMn)Si à la base de la coulée [87].

I.8.2 Porosité

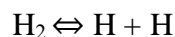
La porosité est un manque de matière solide. Elle a pour effet de rendre discontinue la phase solide. Ces discontinuités amènent à une dégradation des propriétés mécaniques et à une réduction de la durée de vie des pièces. En raison de ses effets néfastes, la porosité est un problème majeur pour l'industrie de l'aluminium. La réduction de la porosité permettrait à cette industrie d'améliorer les propriétés des matériaux. Dans les alliages d'aluminium, le seul gaz responsable de l'apparition de la porosité est l'hydrogène car sa solubilité est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à celle des autres gaz présents dans l'atmosphère comme l'argon, l'hélium et l'oxygène [88].

Il existe trois types de pores qui sont les pores de gaz, les pores de retrait et les pores dus à l'action combinée des gaz et du retrait [4].

Les pores de gaz proviennent principalement de l'hydrogène présent dans le métal liquide. L'aluminium réagit d'abord avec l'humidité ambiante de la pièce selon la réaction:



Il résulte de cette réaction une formation d'alumine Al_2O_3 et de dihydrogène H_2 . Par la suite, une partie de dihydrogène s'échappe dans l'atmosphère alors que l'autre partie se dissout dans le métal selon la réaction suivante :



L'hydrogène est le seul gaz soluble dans l'aluminium, sous forme d'hydrogène monoatomique. Les chercheurs ont mesuré sa solubilité en centimètres cubes par 100 g d'alliage ou en pourcentage en poids en équilibre avec les atomes d'hydrogène pour les plus courants alliages d'aluminium-silicium. Leurs résultats présentés à la figure I.25(a) montrent un saut dans la solubilité entre les phases liquide et solide. Comme la solubilité dans le solide est beaucoup plus faible que dans le liquide, il en résulte une augmentation de la concentration d'hydrogène dissous dans le liquide. La solubilité de certains alliages à 750°C, tels que l'aluminium pur, Al-7Si-0,3Mg (356) et Al-6Si-3,5Cu (319), est de 1,20 ; 0,81 et 0,67 ppm, respectivement. Les éléments d'alliage réduisent généralement la solubilité de l'hydrogène dans les alliages aluminium-silicium [25]. La forme des pores de gaz sera caractérisée par un contour circulaire.

Le pore de retrait est causé par la diminution de la densité de l'aluminium lors de son passage de l'état liquide à l'état solide. Lors de la solidification, les zones de métal qui se refroidissent aspirent le métal liquide des zones voisines. Pour les métaux comme l'aluminium ayant un fort intervalle de température de solidification, le liquide se trouvera aspiré par des petits canaux interdendritiques dans la zone pâteuse jusqu'à la solidification. La forme des pores de retrait sera déterminée par les dendrites qui entourent celles-ci. En fait, la figure I.25(b) montre une porosité qui suit très bien la structure interdendritique et qui est donc très probablement un pore de retrait, indiqué en anglais par « shrinkage ».

Les pores combinés que l'on obtient lors du refroidissement proviennent de l'action de la diffusion du gaz et du retrait du liquide à travers les canaux interdendritiques. Ainsi, la germination d'un pore sera possible par la combinaison de l'action du gaz qui pousse sur le métal liquide et du retrait qui tire sur le métal liquide. La figure I.25(b) montre la fusion de deux pores formant un seul pore, où un pore de gaz (rond) rejoint un pore de retrait (allongé) [89].

En générale, la présence et la taille des pores peuvent être considérablement réduites par des taux de solidification plus rapides et un dégazage soigneux de la masse fondue.

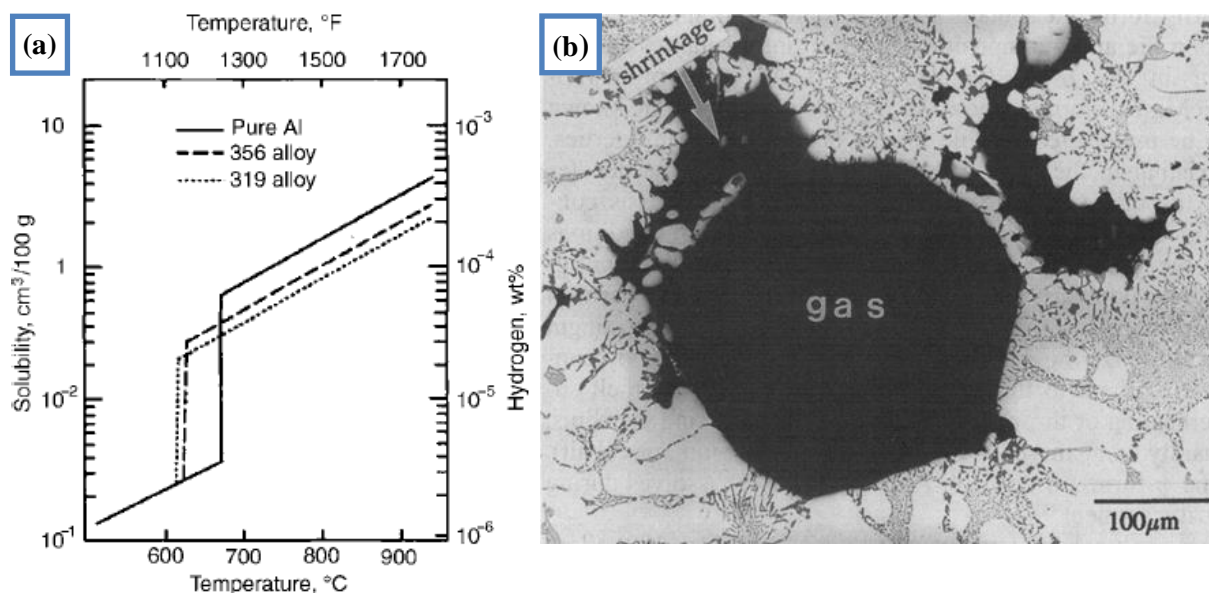


Figure I.25 : (a) Solubilité de l'hydrogène dans des alliages d'aluminium de fonderie [25], (b) un pore de retrait et de gaz formant un seul pore dans un alliage AlSi9Cu3 [89].

I.8.3 Effet des intermétalliques de fer β et α sur les pores

Les intermétalliques de fer β -Al₃FeSi, qui se retrouvent sous la forme des aiguilles, sont nocifs pour les propriétés mécaniques. Ces derniers constituent un obstacle pour le passage du métal liquide lors de la solidification, entraînant par conséquent la naissance de porosités dans la microstructure. Plusieurs chercheurs [89–91] ont observé que les particules β -Fe sont des sites potentiels de formation de porosité indépendamment de la composition de l'alliage étudié et la taille des particules β -Fe. La figure I.26(a) est un bon exemple qui montre comment les plaquettes β -Fe constituent des barrières potentielles pour l'alimentation en métal liquide dans une zone soumise à un port de retrait. Malgré l'effet nocif des aiguilles en tant que sites de nucléation des pores, leur présence semble limiter aussi la croissance des pores [89]. Khalifa *et al.* [90] ont montré que l'influence des plaquettes β -Fe dans la restriction de l'alimentation en métal liquide exclut le concept de la responsabilité des oxydes bi-films dans la formation des pores dans les alliages Al-Si. Les particules α -Fe ne semblent pas être associées à la porosité avec la même allure que les phases β -Fe. La figure I.26(b) montre un pore observé dans la microstructure en association avec la particule en écriture chinoise α -Fe.

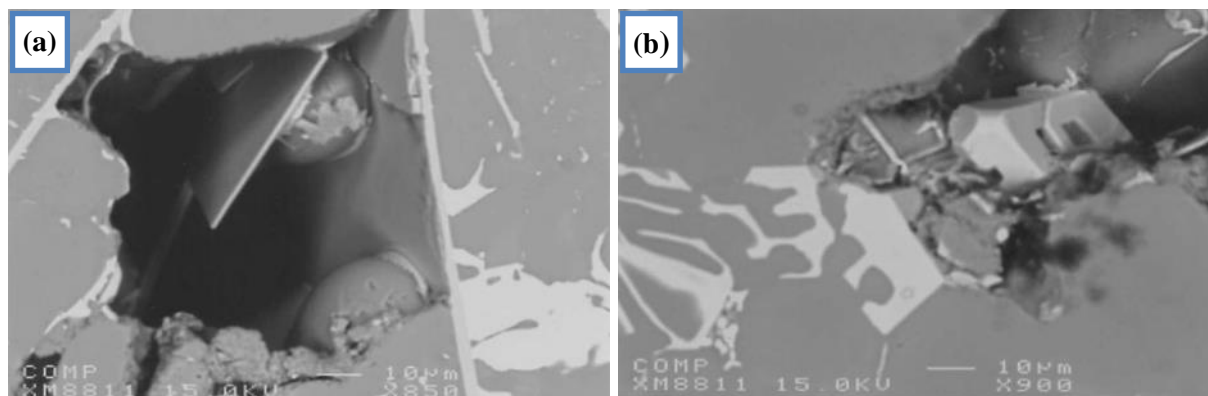


Figure I.26 : Micrographies d'un alliage 319 montrant: (a) les particules en plaquettes associées aux pores sont les plaquettes β -Fe qui limitent l'apport en métal liquide, (b) association des particules en écriture chinoise α -Fe avec les pores [90].

Taylor [92] a observé que l'augmentation de la teneur en silicium exerce une influence d'affinage et de dispersion sur les phases intermétalliques α -Fe, β -Fe et Al_2Cu dans les divers alliages Al-Si-Cu-Mg (Fe,Mn). Les niveaux de fer supérieurs doivent être évités, car ils peuvent entraîner une perte importante de la ductilité du produit final, ce qui provoque une diminution de la productivité en raison de l'augmentation de rejets des pièces coulées dus à la porosité de retrait. Si les taux de solidification sont très élevés comme dans la coulée sous pression, la teneur en fer supérieure peut ne pas être nocive, mais si le taux de refroidissement diminue comme dans la coulée en sable, la probabilité que les niveaux de fer posent des problèmes considérables augmente. Les vitesses de refroidissement très lentes entraînent la formation de très grosses plaquettes de β -Fe. Comme elle précipite dans la zone liquide-solide, la phase β -Fe pré-eutectique peut engendrer la formation de porosités dans l'alliage en bloquant l'écoulement du métal liquide pendant la suite de la solidification [35].

I.9 Influence de la teneur des éléments d'addition sur les caractéristiques mécaniques des alliages Al-Si

La connaissance de l'effet de la composition chimique sur les caractéristiques mécaniques préoccupe toujours les fondeurs et les chercheurs. Plusieurs études ont été menées pour déterminer l'influence des éléments d'alliage et les impuretés en moulage sur les propriétés mécaniques telles que la dureté (HB et HV), la limite d'élasticité ($YS_{0,2\%}$), la résistance à la traction (UTS) et l'allongement à la rupture (A%). Les plus importants éléments d'alliage qui influencent les propriétés mécaniques sont le silicium, le fer, le cuivre et le magnésium.

I.9.1 Influence de silicium

L'addition du silicium à l'aluminium produit un alliage avec des caractéristiques de coulée supérieures. Le silicium est relativement peu coûteux et est l'un des rares éléments qui peuvent être ajoutés à l'aluminium sans augmenter son poids. Le coefficient de dilatation thermique de l'aluminium est considérablement réduit par l'addition des quantités croissantes de silicium. Dans la plage 27-427°C, le coefficient de dilatation thermique linéaire de l'aluminium est de $25 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. En ajoutant 10% de Si, il est abaissé à $20 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et abaissé encore à $12 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ en ajoutant 40%Si [51].

Les effets du silicium sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si sont bien étudiés par Torabian *et al.* [93]. Ils rapportent que les propriétés mécaniques des alliages Al-Si dépendent plus particulièrement de la distribution et de la forme des particules Si que de la quantité du silicium. Les alliages dans lesquels les particules de silicium (eutectiques ou primaires) sont petites, rondes et uniformément distribuées sont généralement plus ductiles. L'effet de la teneur du silicium sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si est illustré dans le tableau I.8 ci-dessous.

Composition (% en poids)	Résistance à la traction (MN m^{-2})	0,2% de la résistance à la traction (MN m^{-2})	Allongement (A%)	Dureté (Vickers)	Densité ($\text{kg m}^{-3} \times 10^3$)
Al-2%Si	127,3	52,6	12,4	39,5	2,68
Al-4%Si	142,2	58,3	10,2	47,3	2,67
Al-6%Si	155,7	64,8	9,6	55,6	2,65
Al-8%Si	169,6	71,5	7,2	61,6	2,62
Al-11,6%Si	185,4	80,0	5,8	67,0	2,59
Al-12,5%Si	189,0	82,5	5,4	70,0	2,57
Al-15%Si	183,25	77,7	4,7	72,5	2,55
Al-17%Si	175,8	73,7	3,0	76,6	2,53
Al-20%Si	172,4	72,0	2,5	81,0	2,50

Tableau I.8 : Propriétés mécaniques des alliages Al-Si coulés en coquille [93].

On peut observer qu'au fur et à mesure que le taux de silicium dans les alliages Al-Si augmente, la résistance à la traction augmente également jusqu'au maximum à la composition eutectique Al-12,5%Si, après elles diminue avec l'augmentation de la teneur en silicium. La dureté augmente et l'allongement (A%) diminue continuellement avec l'augmentation de la teneur du silicium. Cela peut être attribué à la taille, la forme et la distribution des particules

de silicium dans les structures coulées. Le silicium est présent sous forme de particules fines et est uniformément réparti jusqu'à la composition eutectique, ce qui augmente les propriétés de la résistance. Lorsque la teneur en silicium augmente au-delà de la composition eutectique, le silicium se présente sous forme de particules polyédriques primaires, ce qui diminue les propriétés de la résistance, contrairement à la dureté, qui continue à augmenter avec l'augmentation du nombre des particules de silicium [93].

I.9.2 Influence du fer et du manganèse

Dans les alliages Al-Si de fonderie, les phases α et β de fer sont considérées comme les phases les plus importantes qui se forment pendant la solidification. La phase β -Fe diminue fortement la ductilité de l'alliage, elle est donc considérée la plus nuisible aux propriétés mécaniques par rapport à la phase α -Fe. La taille et la quantité des aiguilles de la phase β dépendent fortement du contenu de fer et du taux de solidification. L'influence du fer sur la résistance à la traction et l'allongement est plus marquée lorsque la solidification est lente [64]. L'effet de la teneur en fer sur les propriétés mécaniques de l'alliage Al-Si a été l'objet d'études de plusieurs chercheurs. Zhang [94] et Niu *et al.* [95] ont montré que les propriétés mécaniques (la résistance à la traction et l'allongement) diminuent progressivement avec l'augmentation de la teneur du fer, puis chute rapidement lorsque la teneur du fer est supérieure à 1 %. Ils rapportent aussi que l'amélioration des propriétés mécaniques se fait par l'addition de Mn qui peut changer la morphologie de la phase β -Fe en aiguilles à la phase α -Fe en écriture chinoise. Seifeddine *et al.* [96] ont étudié également les propriétés de traction des alliages d'aluminium coulés sous pression (A380), en fonction de la teneur en fer, manganèse et de la vitesse de solidification. La figure I.27 montre les propriétés mécaniques obtenues à partir des échantillons produits par trois vitesses de refroidissement avec trois microstructures différentes et une grande variation dans les concentrations de fer. Comme le montre la figure I.27(a), l'allongement à la rupture semble subir une perte principalement due à la teneur élevée en fer, et ce indépendamment des conditions de refroidissement. L'augmentation de la teneur en fer à des niveaux de 0,6 % a eu un impact significatif sur la résistance maximale à la traction, et les composés de fer sont susceptibles d'agir comme particules de renforcement, voir figure I.27(b). Avec une teneur plus élevée en fer, la longueur et la fraction volumique des composés de fer ont diminué négativement la résistance maximale à la traction. Par ailleurs, la limite d'élasticité est influencée positivement par l'augmentation des taux de Fe et de refroidissement (figure I.27(c)).

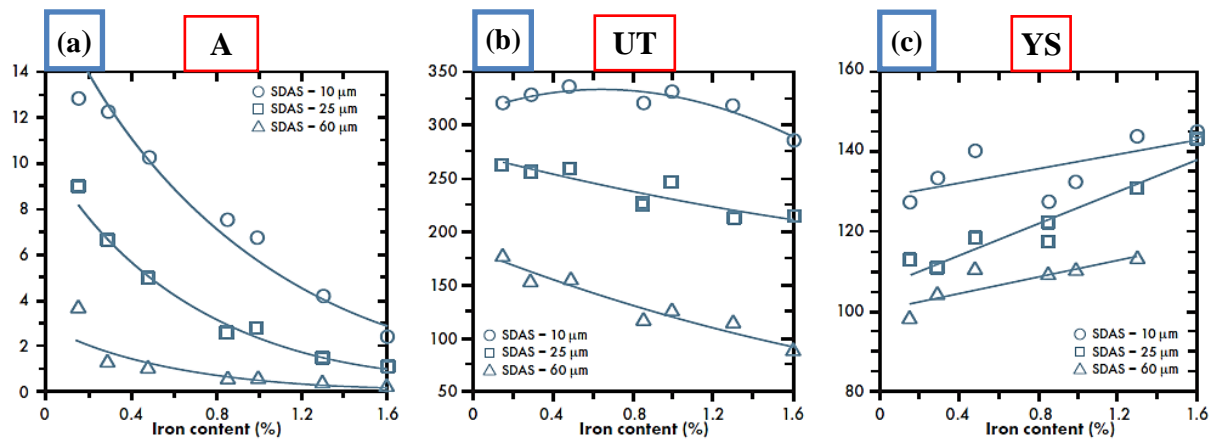


Figure I.27 : Graphiques montrant l'influence du niveau de fer et de la vitesse de refroidissement sur les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium A380 [96].

Plusieurs travaux ont étudié la caractérisation microstructurale du rôle du manganèse dans la neutralisation des intermétalliques de fer, plus spécialement la phase en aiguilles β - Al_5FeSi . Cependant, peu de recherches ont mis l'accent sur la mesure des propriétés mécaniques associées à la transformation des aiguilles en écriture chinoise. Seifeddine *et al.* [63] ont étudié l'influence du niveau du manganèse et la vitesse de refroidissement sur les propriétés mécaniques des alliages d'Al-9%Si contenant 0,3% Fe (figure I.28 (a)-(c)). Ils ont établi que les vitesses de refroidissement élevées et les additions de Mn produisent une amélioration de la résistance à la traction, contrairement à la ductilité qui subit une perte avec l'augmentation des concentrations de Mn.

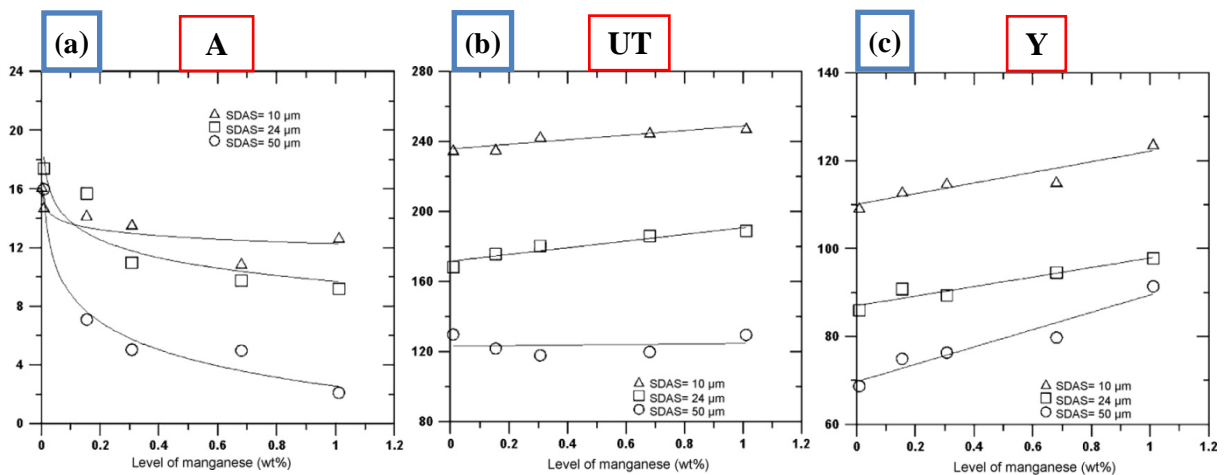


Figure I.28 : La variation des propriétés de traction avec l'ajout du manganèse à différentes vitesses de refroidissement pour des alliages Al-9Si-0,3Fe [63].

I.9.3 Influence du cuivre

Plusieurs études se sont intéressées à l'influence du cuivre. Dans les alliages Al-Si-Cu, le cuivre améliore la dureté, la résistance à la traction, la résistance à la fatigue, la résistance au fluage ainsi que l'usinabilité [51]. Dans les travaux de Shabestari et Moemeni [97], la teneur de cuivre a été étudiée pour un alliage Al-Si-Mg (A356) dans des différentes conditions de solidification. Ils ont trouvé que l'alliage contenant 1,5% de cuivre, solidifié dans un moule en graphite, a les meilleures propriétés mécaniques par rapport aux autres alliages ayant une teneur de cuivre inférieure ou supérieure à 1,5% Cu (figure I.29(a)). Ces résultats ont été confirmés par les travaux de Lu *et al.*[98]. Ils ont également prouvé que l'addition de Cu améliore efficacement la résistance à la traction de l'alliage Al-11Si-0,3Mg, avec une valeur maximale de la résistance de 270 MPa obtenue en ajoutant 1,5 % de Cu. La même tendance a été remarquée pour l'indice de qualité Q. Une teneur excessive en cuivre de 2,0 % peut entraîner une augmentation de la microporosité, ce qui diminue remarquablement la résistance à la traction comme le montre la figure I.29(b).

Cependant, la résistance à la traction est améliorée généralement au détriment de la ductilité. Seifeddine *et al.* [99] ont montré que la résistance à la traction est améliorée par l'addition du Cu, contrairement à la ductilité qui est réduite en raison de l'augmentation de la quantité des intermétalliques (figure I.29(c)). L'augmentation de la résistance du matériau avec le cuivre a été expliquée par l'effet de durcissement des phases précipitantes Mg_2Si , Al_2Cu et $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$, selon le rapport Cu/Mg de chaque alliage expérimental [98].

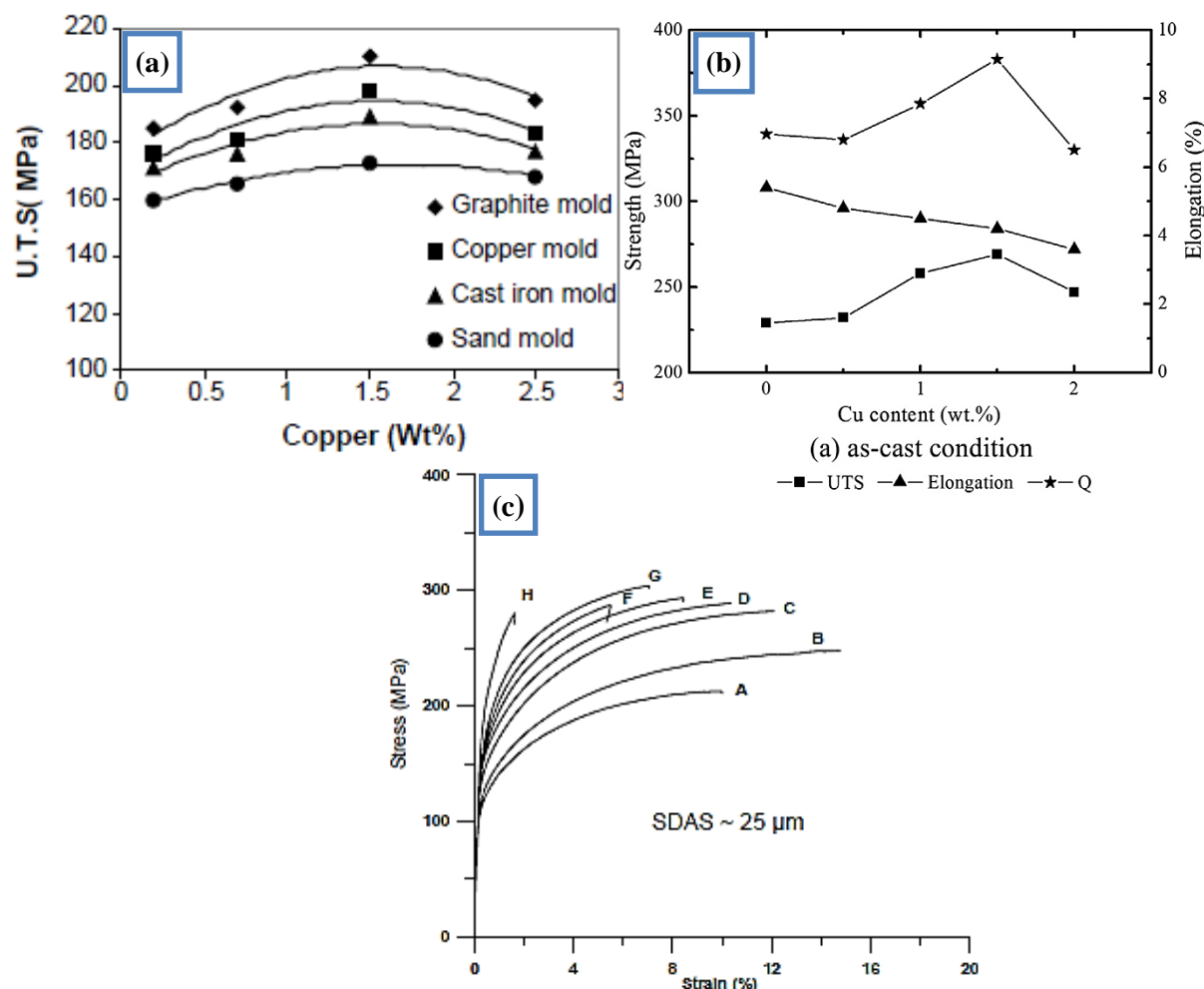


Figure I.29 : (a) Résistance à la traction des alliages Al-7Si-0,35Mg en fonction de la teneur de Cu [97], (b) la variation des propriétés de traction en fonction de la teneur en Cu des alliages Al-11Si-0,3Mg [98], (c) Les courbes d'essai de traction révèlent que les niveaux de Cu dans une plage de 0 à 5 % continuent d'augmenter la résistance à la traction au détriment de la ductilité [99].

1.9.4 Influence du magnésium

Une étude de l'effet du pourcentage massique du magnésium (0,1-0,5%) sur les propriétés mécaniques des alliages Al-7Si-0,3Mg (356), coulé à 700 °C dans un moule métallique, a été étudié par Ravi *et al.* [100]. Les résultats ont prouvé que la limite d'élasticité (YS), la résistance à la traction (UTS) et la dureté de l'alliage augmentent considérablement avec l'augmentation de la teneur en Mg, tandis qu'au même temps le pourcentage d'allongement diminue (figure I.30(a)).

Des résultats similaires ont été trouvés par Moustafa *et al.* [48] qui ont montré qu'il y avait une augmentation considérable de la résistance à la traction et une diminution significative de l'allongement avec l'augmentation de la teneur en Mg de 0,1 à 0,4% et Cu de

0,9 à 2,8% des alliages de Al-Si eutectiques de type 413 (figure I.30(b)). L'addition de Mg dans des quantités allant jusqu'à ~ 0,4% en masse entraîne une augmentation de la résistance à la traction de 52% et une diminution de l'allongement de 40% dans le cas de 0,9% de Cu. Ils ont conclu que l'addition de Cu pour l'amélioration des propriétés mécaniques de ces alliages est moins prononcée que celle de Mg. En d'autres termes, l'ajout d'une petite quantité de magnésium de 0,4 % en masse est plus efficace que l'ajout de 3 % en masse de cuivre.

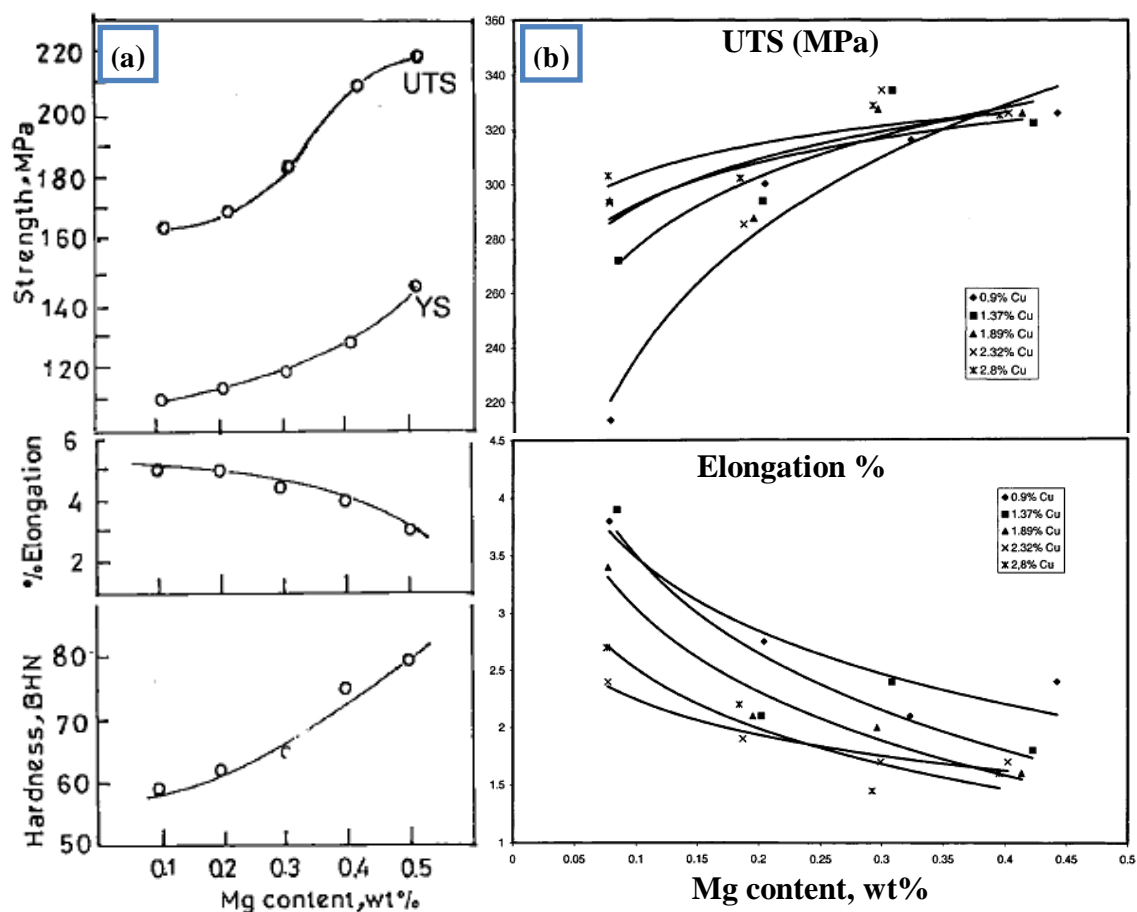


Figure I.30 : Effet de la teneur en Mg sur : (a) les propriétés mécaniques des alliages Al-7Si-xMg [100], (b) la résistance à la traction et l'allongement des alliages Al-11,5Si à différentes teneurs de Cu [48]. (Les deux alliages ont été coulés par gravité en coquille).

I.10 Application des alliages commerciaux Al-Si

La production de l'aluminium par électrolyse est le procédé qui permet de fabriquer le métal d'aluminium à partir de l'alumine extraite de la bauxite. Le procédé a été inventé simultanément par Paul Héroult en France et Charles Martin Hall aux États-Unis en 1886, il est couramment appelé « procédé Hall-Héroult ». Jusqu'à l'invention de Hall-Héroult, les chimistes du XVIIIe siècle considèrent l'aluminium comme un matériau très précieux, son

prix est comparable à celui de l'argent. En raison de son coût de production très cher et de sa nature non oxydable, ses utilisations étaient alors limitées aux articles de luxe, comme les pièces d'orfèvrerie (figure I.31).



Figure I.31 : Le groupe sculpté en aluminium du musée de Compiègne réalisé par l'orfèvrerie Christofle pour le compte de Napoléon III [101].

D'abord utilisé en bijouterie, il s'est progressivement imposé dans de nombreux domaines et a participé à de grandes mutations contemporaines: transports, habitat, alimentation, modes de vie, esthétique...etc. Aujourd'hui, l'aluminium est un secteur industriel important, c'est le métal le plus consommé après le fer. Les alliages d'aluminium-silicium constituent une classe de matériaux importante utilisée principalement dans l'industrie aérospatiale et automobile.

Afin de répondre à la législation automobile américaine exigeant de faibles émissions de gaz d'échappement. Les nouveaux alliages offrent désormais une augmentation significative de la résistance à la traction pour de nombreuses applications à haute température telles que pistons, culasses, chemises de cylindres, bielles, turbocompresseurs, roues, actionneurs, étriers de freins, rotors, etc. Ces pièces peuvent être produites de façon très économique à partir de moules permanents conventionnels, coulés au sable, coulés à la cire perdue ou coulés sous pression avec une teneur en silicium allant de 5 à 18%. A des niveaux élevés de silicium, l'alliage a une excellente stabilité dimensionnelle, une dureté de surface et une grande résistance à l'usure. Les alliages de fonderie Al-Si les plus utilisés appartiennent au groupe des alliages de la série 3xx, bien que certains appartiennent à la série 4xx et contiennent généralement du Mg et/ou Cu selon les propriétés désirées.

Le tableau I.9 présente les compositions de certains alliages les plus utilisés. Plusieurs désignations d'alliages selon AA (Aluminium Association) comprennent une lettre de préfixe. Ces lettres sont utilisées pour distinguer les alliages qui ont la même composition générale et ne diffèrent que par le pourcentage d'impuretés ou par le pourcentage d'éléments d'alliage mineurs, par exemple 356 et A356, ou 380, A380 et B380 [102].

Alliage	Désignation actuelle ISO	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ni	Zn	Ti	Sn
319.0	Al-Si5Cu3	5.5-6.5	1.0	3.0-4.0	0.50	0.10	0.35	1.0	0.25	-
A356.0	Al-Si7Mg (EN AC-42100 -Al Si7Mg0,3)*	6.5-7.5	0.20	0.20	0.10	0.25-0.45	-	0.10	0.20	-
A357.0	Al-Si7Mg (EN AC-42200 -Al Si7Mg0,6)*	6.5-7.5	0.20	0.20	0.10	0.40-0.7	-	0.10	0.20	-
A380.0	Al-Si8Cu3Fe	7.5-9.5	1.3	3.0-4.0	0.50	0.10	0.50	3.0	-	0.35
A413.0	Al-Si12Cu (EN AC-47000 -Al Si12(Cu)) *	11.0-13.0	1.3	1.0	0.35	0.10	0.50	0.50	-	0.15
B390.0	Al-Si17Cu4Mg	16.0-18.0	1.3	4.0-5.0	0.50	0.45-0.65	0.10	1.5	0.20	-

*Désignation suivant la norme NF EN 1706.
Les compositions sont en pourcentage massique et les valeurs individuelles sont des limites maximales. Le reste est constitué d'aluminium et d'autres traces telles que Cr, Pb et Be.

Tableau I.9 : Compositions des alliages Al-Si commerciaux les plus utilisés [3].

En général, les alliages commerciaux Al-Si-Cu sont disponibles depuis de nombreuses années et des compromis ont été trouvés entre ces différentes propriétés. Les compositions se situent principalement entre 3-10,5% de silicium et 1,5-4,5% de cuivre. Les alliages de silicium supérieurs sont utilisés pour les pièces coulées sous pression, comme par exemple l'alliage 319 (Al-6Si-3,5Cu) utilisé pour les blocs moteurs et les culasses des moteurs automobiles à la place de la fonte, tandis que les alliages contenant moins de silicium et plus de cuivre (par exemple Al-3Si-4Cu) sont utilisés pour les pièces coulées en sable et en coquille [103]. Plusieurs alliages commerciaux, principalement les alliages 319, 356, 380 et 390, qui ont déjà été utilisés dans les moteurs à essence, ont commencé à être développés pour être utilisés dans les moteurs diesel (figure I.32(a)) [104].

Les alliages Al-Si-Mg comme A356 et A357 sont largement utilisés dans l'industrie automobile et aéronautique. Parmi les applications illustratives, on peut citer les jantes en alliage A356.0, qui sont largement utilisées dans l'industrie automobile (figure I.32(b)) [3], la culasse

V8 d'un moteur à essence (figure I.32 (j)) [106] et autres comme les bras de suspension, traverses, pivots, étriers, corps de vérins, etc. Pour l'industrie aéronautique, les deux alliages sont utilisés pour la coulée des pièces critiques, comme par exemple le mât-réacteur qui relie la voilure au réacteur (figure I.32(c)), la structure primaire de l'avion MRCA Tornado qui sert à supporter les charges aérodynamiques d'air ainsi que les charges de l'aile (figure I.32(d)) [105], le support du train d'atterrissage principal pour l'avion 767 (figure I.32 (e)) et le moyeu de rotor d'un hélicoptère (figure I.32(f)) [3].

La composition eutectique ou proche de l'eutectique, qui présente un degré élevé de fluidité et un faible retrait pendant la solidification, a des applications particulières pour les pièces à paroi mince, par exemple, la figure I.32(h) représente un boîtier de transmission automobile en alliage 380.0 coulé sous pression [3]. Les alliages eutectiques 413.0 et A413.0 sont utiles lorsqu'il s'agit de pièces de grande surface, à parois minces, avec lettrage ou autres détails de haute définition. Ces alliages à faible teneur en cuivre peuvent être utilisés lorsqu'une meilleure résistance à la corrosion est requise. Ils peuvent être coulés sous pression ou en coquille, et sont destinés aux pièces mécaniques peu épaisses, comme par exemple, les ustensiles de cuisine domestiques, les boîtiers de pompe et certaines pièces moulées pour automobiles, y compris les collecteurs de refroidissement à eau, etc. Des compositions plus complexes sont proposées lorsque des propriétés particulières sont requises. Un exemple est celui des alliages de pistons (Al-12Si-1Cu-1Mg-2Ni) pour les moteurs à combustion interne (figure I.32(i)) [107].

L'alliage 390 est un alliage hyper-eutectique (hypersiliciés) qui est utilisé dans de nombreux composants d'ingénierie nécessitant une plus grande résistance à l'usure. Cet alliage essentiellement utilisé pour la fabrication des blocs moteurs et des pistons pour les moteurs à essence deux temps et les moteurs diesel. La caractéristique principale de la microstructure de cet alliage est la dureté de ses cristaux primaires Si qui ont de bonnes propriétés de friction et une bonne résistance mécanique à chaud. La figure I.32(j) montre un bloc moteur BMW 6L V10 en alliage 390 à alésage. De nombreuses autres utilisations pour cet alliage se sont rapidement développées comme les carters de moteurs rotatifs, compresseurs d'air et de fréon, supports d'arbres à cames, carters d'arbres d'équilibrage, supports de moteurs, carters de pompes, pistons et autres [108]. La dernière figure I.32(k) représente un carter du volant moteur d'un camion (Brabant Alucast) [109].

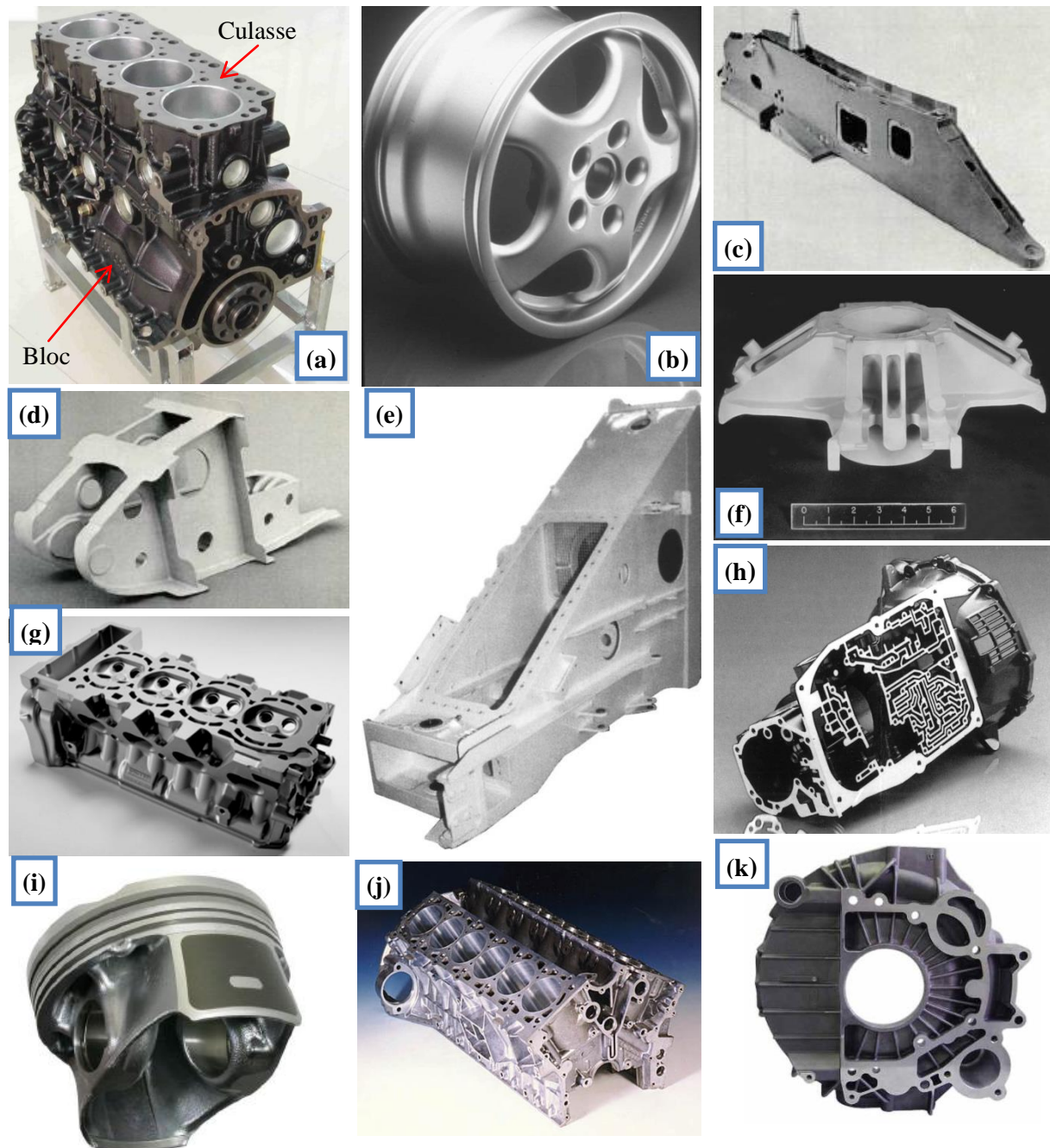


Figure I.32: (a) Un bloc-moteur diesel typique avec culasse, (b) les jantes en alliage A356.0 produites par la coulée basse pression, (c) mat extérieur de l'avion Alpha Jet en alliage A 357 coulé en sable, (d) structure centrale NIB de l'avion MRCA Tornado en alliage A 357 moulage en sable, (e) support de verrouillage de la porte du train d'atterrissage principal en D357.0 pour l'avion 767, (f) moyeu de rotor d'hélicoptère coulé de première qualité en A357.0, (g) culasse V8 d'un moteur à essence, (h) boîtier de transmission en 380.0, (i) piston en aluminium, (j) bloc moteur BMW 6L V10 en alliage 390, (k) carter du volant moteur d'un camion (Brabant Alucast).

Références bibliographiques

- [1] S. Thibault, Modifications des propriétés physico-chimiques et de la microstructure de l'aluminium après nitruration par implantation d'ions multichargés, Thèse de doctorat ; Université De Caen/Basse-Normandie, France (2009).
- [2] W. Callister, D. Rethwisch, Materials science and engineering: an introduction, 7th ed. USA (2007).
- [3] J.G. Kaufman, E.L. Rooy, Castings Properties , Processes , and Applications, ASM International (2004).
- [4] D. Gagnon, Effets des paramètres métallurgiques sur la microstructure, la macrostructure et la performance des alliages 319, 356 et 413, Thèse de maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi, Canada (2005).
- [5] H. De La Sablonnière, Effet du titre en magnésium sur les propriétés de l'alliage d'aluminium 319 (Al-Si-Cu-Mg), Thèse de maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi, Canada, 1996.
- [6] S. JACOBM, Propriétés des alliages d'aluminium de fonderie, Techniques de l'Ingénieur M 4675, 0–14 (2012).
- [7] D. Askeland, P. Fulay, W. Wright, The Science and Engineering of Materials, Sixth Edition, USA (2010).
- [8] S. GARA, Cours Procédés de mise en forme par moulage, (2017), <https://www.technologuepro.com/cours-genie-mecanique/cours-30-procedes-mise-forme-moulage>.
- [9] Commission Européenne, Document de référence sur les meilleures techniques disponibles, Forges et fonderies, Européen IPPC (2005).
- [10] I. Outmani, Caractérisation des variabilités Matériaux/ Process pour une convergence produit de fonderie par approche predictive l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers Spécialité Mécanique “ Matériaux - Procédés ”, Thèse de Doctorat ParisTech, France (2017).
- [11] B. Anglade, P. Mella, Y. Quinsat, Le moulage en coquille : procédé de réalisation de pièces métalliques, (2016) 1–9.
- [12] C. Sheehy, Caractérisation des coefficients d'interface en moulage sous pression de l'aluminium semi-solide, Thèse de maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi, Canada (2008).
- [13] E.J. Vinarcik, High Integrity Die Casting Processes, Hoboken, New Jersey, USA: John Wiley (2003).
- [14] C. Moreau, Effets des éléments alliés et de la trempe, lors des traitements thermiques T4 et des vieillissements artificiels, sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Aluminium-Silicium de type 413 bibliothèque, Thèse de maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi, Canada (2004).
- [15] J.R. Davis, Aluminum and Aluminum Alloys, Light Met. Allo, Specialty Handbook; ASM international, Materials Park (2001).
- [16] J.A. Lee, Cast aluminum alloy for high temperature applications, NASA-Marshall Space Flight Center, Mail Code ED33, Huntsville, AL 35812, USA (2003).
- [17] J. Asension-lozano, L. Bluff, , The Al-Si Phase Diagram, Published by Buehler, Illinois

- USA.
- [18] B. Barlas, Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie, Thèse de doctorat à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France (2004).
- [19] J. Pavlovic-Krstic, Impact of casting parameters and chemical composition on the solidification behaviour of Al-Si-Cu hypoeutectic alloy, Dissertation à l'Université Magdeburg (2010).
- [20] J.M. Rozot, par Modèle predictif de l'apparition de la microporosité de retrait durant la solidification d'un alliage Aluminium-Silicium, Thèse de Doctorat l'Université Bordeaux 1, France (2005).
- [21] L.A. Dobrzański, R. Maniara, J.H. Sokolowski, The effect of cooling rate on microstructure and mechanical properties of AC AlSi9Cu alloy, 28 (2007) 105–112.
- [22] L.A. Dobrzański, W. Borek, R. Maniara, Influence of the crystallization condition on Al-Si-Cu casting alloys structure, 18 (2006) 211–214.
- [23] R. Chen, Y. Shi, Q. Xu, B. Liu, microstructure of Al-7Si-0.3Mg-0.15 Fe alloy, Trans. Nonferrous Met. Soc. China. 24 (2014) 1645–1652.
- [24] L.Y. Zhang, Y.H. Jiang, Z. Ma, S.F. Shan, Y.Z. Jia, C.Z. Fan, W.K. Wang, Effect of cooling rate on solidified microstructure and mechanical properties of aluminium-A356 alloy, 7 (2007) 107–111.
- [25] Editor, Metals ASM International Handbook, Casting, Volume 15, USA (2008).
- [26] A. Hellawell, The growth and structure of eutectics with silicon and germanium. Prog Mater Sci. (1970);15:3–78.
- [27] H.A.H. Steent, A. Hellawell, Structure and properties of aluminium-silicon eutectic alloys, Acta Metall. 20 (1972) 363–370.
- [28] L.F. Mondolfo, Aluminum Alloys: Structure and Properties, Butterworths (1976).
- [29] S.Z. Lu, A. Hellawell, Growth mechanisms of silicon in Al-Si alloys, J. Cryst. Growth. 73 (1985) 316–328.
- [30] H.V. Makhlof, M.M.; Guthy, The Al-Si Eutectic Reaction: Mechanisms and Crystallography, J. Light Met. 7 (2002) 199–218.
- [31] Wagner RS. On the growth of germanium dendrites. Acta Metall. (1960);8:57–60.
- [32] D.R. Hamilton, R.G. Seidensticker, Propagation mechanism of germanium dendrites, J. Appl. Phys. 31 (1960) 1165–1168.
- [33] K. F. Kobayashi, L. M. Hogan, The crystal growth of silicon in Al-Si alloys, Journal Of Materials Science 20 (1985) 1961-1975.
- [34] R. Wang, W. Lu, L.M. Hogan, Twin related silicon crystals in Al-Si alloys and their growth mechanism, Mater. Sci. Technol. 11 (1995) 441–449.
- [35] C. Villeneuve, Neutralisation et dissolution des intermétalliques de fer dans les alliages Al-Si, Thèse de maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi, Canada (1998).
- [36] B. Andresen, Die Casting Engineering : A Hydraulic, Thermal, and Mechanical Process, USA (2005).
- [37] S. Shankar, D. Apelian, Die soldering: Mechanism of the interface reaction between molten aluminum alloy and tool steel, Metall. Mater. Trans. B. 33 (2002) 465–476.
- [38] Y. Birol, AlB3 master alloy to grain refine AlSi10Mg and AlSi12Cu aluminium

- foundry alloys, *J. Alloys Compd.* 513 (2012) 150–153.
- [39] G.K. Sigworth, Grain Refining of Aluminum Casting Alloys, 067 (2001) 1–12.
- [40] M. Ibn Houria, Etude expérimentale et modélisation de la durée de vie en fatigue d'un alliage d'aluminium de fonderie A356-T6 sous chargement multiaxial sous chargement multiaxial, Thèse de Doctorat de l'École Nationale d'Ingénieurs de Monastir, France (2015).
- [41] A.M. Samuel, E.M. Elgallad, H.W. Doty, S. Valtierra, F.H. Samuel, Effect of metallurgical parameters on the microstructure, hardness impact properties, and fractography of Al-(6.5–11.5)wt%Si based alloys, 107 (2016) 426–439.
- [42] A.K. Dahle, K. Nogita, S.D. McDonald, C. Dinnis, L. Lu, Eutectic modification and microstructure development in Al-Si Alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 413–414 (2005) 243–248.
- [43] S.Z. Lu, A. Hellawell, The mechanism of silicon modification in aluminum-silicon alloys: Impurity induced twinning, *Metall. Trans. A.* 18 (1987) 1721–1733.
- [44] I. Aguilera-Luna, M.J. Castro-Román, J.C. Escobedo-Bocardo, F.A. García-Pastor, M. Herrera-Trejo, Effect of cooling rate and Mg content on the Al-Si eutectic for Al-Si-Cu-Mg alloys, *Mater. Charact.* 95 (2014) 211–218.
- [45] Y. Han, Phénomène de fusion locale des phases du cuivre dans les alliages Al-Si-Cu-Mg, Thèse présentée comme exigence partielle de maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi, Canada (2007).
- [46] B.A.T. Joenoes, J.E. Gruzleski, Unmodified and Modified Al-Si Alloys Magnesium Effects on the Microstructure of Unmodified and Modified Al-Si Alloys, 4962 (2016).
- [47] H. de la Sablonnière, F. H. Samuel, Solution heat treatment of 319 aluminium alloy containing ~0.5wt% Mg. Part 1- solidification and tensile properties, *International Journal of Cast Metals Research*, 9:4, (1996) 195-211
- [48] M.A. Moustafa, F.H. Samuel, H.W. Doty, S. Valtierra, F.H. Samuel, H.W. Doty, Effect of Mg and Cu additions on the microstructural characteristics and tensile properties of Sr-modified Al-Si eutectic alloys, *International Journal of Cast Metals Research*, 14:4, (2002) 235-253.
- [49] N. Tenekedjiev, J.E. Gruzleski, Hypereutectic Aluminium-Silicon Casting Alloys, A Review, *Cast Met.* 3 (1990) 96–105.
- [50] J. Jorstad, D. Apelian, Hypereutectic Al-Si alloys: Practical casting considerations *International Journal of Metalcasting*, American Foundry Society, USA (2009).
- [51] L. Wang, M. Makhlof, D. Apelian, Aluminium die casting alloys: alloy composition, microstructure, and properties-performance relationships, *Int. Mater. Rev.* 40 (1995) 221–238.
- [52] M.F. Ibrahim, les effets des interactions de Be, Sr, Fe et du Mg sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages aéronautiques à base d'aluminium, Thèse de maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi, Canada (2015).
- [53] A.M. Samuel, J. Gauthier, F.H. Samuel, Microstructural Aspects of the Dissolution and Melting of Al₂Cu Phase in Al-Si Alloys during Solution Heat Treatment, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27A, (1995) 1785-1798.
- [54] C. Lepage, Effets des éléments alliés et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés de traction des alliages Aluminium-Silicium 413.0,

- Thèse de maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi, Canada (1998).
- [55] V.S. Zolotarevsky, N.A. Belov, M.V. Glazoff, *Casting Aluminum Alloy*, Elsevier Ltd, Oxford (2007).
- [56] T. Sivarupan, J.A. Taylor, C.H. Cáceres, SDAS, Si and Cu Content, and the Size of Intermetallics in Al-Si-Cu-Mg-Fe Alloys, *Metall. Mater. Trans. A* 46 (2015) 2082–2107.
- [57] X. Cao, J. Campbell, The Solidification Characteristics of Fe-Rich Intermetallics in Al-11.5Si-0.4Mg Cast Alloys, *Metallurgical And Materials Transactions A*, 35A (2004) 1425-1435.
- [58] L.A. Narayanan, F.H. Samuel, J.E. Gruzleski, Crystallization behavior of iron-containing intermetallic compounds in 319 aluminium alloy, *Met. Mat. Trans. A*. 25 (1994) 1761–1773.
- [59] S. Belmares-Perales, Effect of Cooling Rate and Fe/Mn Weight Ratio on Volume Fractions of α -AlFeSi and β -AlFeSi Phases in Al-7.3Si-3.5Cu Alloy, *Met. Mater. Int.* 14 (2008) 307–314.
- [60] J.A. Taylor, G.B. Schaffer, D.H. Stjohn, The Role of Iron in the Formation of Porosity in Al-Si-Cu – Based Casting Alloys : Part III . A Microstructural Model, 30 (1999) 1657–1662.
- [61] L. Liu, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty, S. Valtierra, Role of iron in relation to silicon modification in Sr-treated 319 and 356 alloys, *Int. J. Cast Met. Res.* 16 (2003) 397–408.
- [62] ASM International Handbook Committee, *Casting, Metals Handbook*. Vol. 15, (1996).
- [63] S. Seifeddine, S. Johansson, I.L. Svensson, The influence of cooling rate and manganese content on the β -Al₅FeSi phase formation and mechanical properties of Al-Si-based alloys, 490 (2008) 385–390.
- [64] M.M. Tash, Effet des paramètres métallurgiques sur le comportement d'usinage des alliages 356 et 319 (étude de forage et de taraudage), Thèse de doctorat, Université du Québec à Chicoutimi, Canada (2005).
- [65] G. Timelli, A. Fabrizi, G. Timelli, S. Ferraro, F. Bonollo, Al-Si-Cu alloy : influence of cooling rate evolution of Fe-rich compounds in a secondary Al-Si-Cu alloy : influence of cooling rate, *Int. J. Mater. Res. (formerly Z. Metallkd.)* 106 (2015) 719-724.
- [66] P. Dep, The Influence of Cr content on the Fe-rich phase Formation and Impact toughness of a Die-cast AlSi9Cu3 (Fe) alloy, 3 (2014).
- [67] S. Ferraro, A. Fabrizi, G. Timelli, Evolution of sludge particles in secondary die-cast aluminum alloys as function of Fe , Mn and Cr contents, *Mater. Chem. Phys.* 153 (2015) 168–179.
- [68] G. Timelli, F. Bonollo, The influence of Cr content on the microstructure and mechanical properties of AlSi 9 Cu 3 (Fe) die-casting alloys, *Mater. Sci. Eng. A*. 528 (2010) 273–282.
- [69] D. Apelian, M. Makhlof, *Casting Characteristics of Aluminum Die Casting Alloys*, 2002.(2002).<http://scholar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:CASTING+CHARACTERISTICS+OF+ALUMINUM+DIE+CASTING+ALLOYS+By#0>.
- [70] F.C. Robles-Hernandez, J.M. Herrera Ramírez, R. Mackay, *Al-Si Alloys*, Springer International Publishing AG, Switzerland (2017).

- [71] S.G. Shabestari, J.E. Gruzleski, Gravity segregation of complex intermetallic compounds in liquid aluminum-silicon alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 26 (1995) 999–1006.
- [72] G. Timelli, S. Capuzzi, alloys, *J. Therm. Anal. Calorim.* 123 (2015) 249–262.
- [73] S. G. Shabestari, J. E. Gruzleski, The Effect of Solidification Condition and Chemistry on the Formation and Morphology of Complex Intermetallic Compounds in Aluminium-Silicon Alloys, *Cast Metals*, 6:4, (1994) 217-224.
- [74] G. Timelli, A. Fabrizi, S. Capuzzi, F. Bonollo, S. Ferraro, The role of Cr additions and Fe-rich compounds on microstructural features and impact toughness of AlSi9Cu3(Fe) diecasting alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 603 (2014) 58–68.
- [75] L.F. Mondolfo, *Metallography of Aluminum Alloys*, USA (1943), <https://archive.org/details/metallographyofa029980mbp>.
- [76] S.G. Shabestari, The effect of iron and manganese on the formation of intermetallic compounds in aluminum-silicon alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 383 (2004) 289–298.
- [77] Z. Li, A.M. Samuel, F.H. Samuel, C. Ravindran, S. Valtierra, Effect of alloying elements on the segregation and dissolution of CuAl₂ phase in Al-Si-Cu 319 alloys, *J. Mater. Sci.* 8 (2003) 1203–1218.
- [78] A.M.A. Mohamed, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty, Influence of additives on the microstructure and tensile properties of near-eutectic Al-10.8%Si cast alloy, *Mater. Des.* 30 (2009) 3943–3957.
- [79] S. Morin, Effet du magnésium, des traitements thermiques et de la porosité sur les propriétés mécaniques de traction et de fatigue de l'alliage sous pression a380.1, Thèse de maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi, Canada (2002).
- [80] C.H. Caceres, C.J. Davidson, J.R. Griffiths, Q.G. Wang, The effect of Mg on the microstructure and mechanical behavior of Al-Si-Mg casting alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 30 (1999) 2611–2618.
- [81] Q.G. Wang, Solidification and precipitation behaviour of Al-Si-Mg casting alloys, *Journal of Materials Science* 36 (2001) 739–750.
- [82] E. Samuel, A.M. Samuel, H.W. Doty, S. Valtierra, F.H. Samuel, Intermetallic phases in Al–Si based cast alloys: new perspective, *Int. J. Cast Met. Res.* 27 (2014) 107–114.
- [83] F.H. Samuel, A.M. Samuel, P. Ouellet, H.W. Doty, Effect of Mg and Sr additions on the formation of intermetallics in Al-6 wt pct Si-3.5 wt pct Cu-(0.45) to (0.8) wt pct Fe 319-type alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 29 (1998) 2871–2884.
- [84] A.R. Farkoosh, M. Pekguleryuz, A. Si, *Materials Science & Engineering A* Enhanced mechanical properties of an Al – Si – Cu – Mg alloy at 300 1 C : Effects of Mg and the Q-precipitate phase, *Mater. Sci. Eng. A.* 621 (2015) 277–286.
- [85] J. Campbell, *Complete Casting Handbook*, 2015.
- [86] X. Cao, J. Campbell, Morphology of -Al 5 FeSi Phase in Al-Si Cast Alloys, 47 (2006).
- [87] N. Saunders, Effect of iron and manganese contents on convection-free precipitation and sedimentation of primary α -Al(FeMn)Si phase in liquid Al-11.5Si-0.4Mg alloy, 9 (2004) 2303–2314.
- [88] L. Heyvaert, Modélisation de la formation des structures et des microporosités durant la solidification d'alliages d'aluminium, Thèse de doctorat, Université de Lorraine, France (2015).

- [89] N. Roy, A.M. Samuel, F.H. Samuel, Porosity Formation in Al-9 Wt Pct Si-3 Wt Pct Cu Alloy Systems : Metallographic Observations, 27 (1996).
- [90] W. Khalifa, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty, S. Valtierra, Metallographic observations of β -AlFeSi phase and its role in porosity formation in Al-7%Si alloys, *Int. J. Cast Met. Res.* 19 (2006) 156–166.
- [91] L. Lu, A.K. Dahle, Iron-Rich Intermetallic Phases and Their Role in Casting Defect Formation in Hypoeutectic Al-Si Alloys, 36 (2005).
- [92] J.A. Taylor, Iron-containing intermetallic phases in Al-Si based casting alloys, *Procedia Mater. Sci.* 1 (2012) 19–33.
- [93] H. Torabian, J.P. Pathak, Wear characteristics of Al-Si alloys, 172 (1994) 49–58.
- [94] H. Zhang, Effect of iron on the microstructure and mechanical properties of Al-Si, (2007) 775–780.
- [95] X.P. Niu, B.H. Hu, S.W. Hao, Effect of iron on the microstructure and mechanical properties of Al die-casting alloys, *J. Mater. Sci. Lett.* 17 (1998) 1727–1729.
- [96] S. Seifeddine, I.L. Svensson, The influence of Fe and Mn content and cooling rate on the microstructure and mechanical properties of A380-die casting alloys, *Metallurgical Science and Technology* (2009) 11–20.
- [97] S.G. Shabestari, H. Moemeni, Effect of copper and solidification conditions on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Mg alloys, *J. Mater. Process. Technol.* 153–154 (2004) 193–198.
- [98] T. Lu, J. Wu, Y. Pan, S. Tao, Y. Chen, Optimizing the tensile properties of Al-11Si-0.3Mg alloys : Role of Cu addition, *J. Alloys Compd.* 631 (2015) 276–282.
- [99] S. Seifeddine, E. Sjölander, T. Bogdanoff, On the Role of Copper and Cooling Rates on the Microstructure, Defect Formations and Mechanical Properties of Al-Si-Mg Alloys, *Mater. Sci. Appl.* 04 (2013) 171–178.
- [100] M. Ravi, U.T.S. Pillai, B.C. Pai, A.D. Damodaran, Mechanical properties of cast Al-7Si-0.3Mg (LM 25/356) alloy, *Int. J. Cast Met. Res.* 11 (1998) 113–125.
- [101] La revue des musées de France, *Revue du Louvre*, Palais impérial de Compiègne, Editions de la Rmn – Grand Palais (2012).
- [102] J. E. Hatch, *Aluminum Properties and Physical Metallurgy*, American Society for Metals, Metals Park Ohio (1984).
- [103] I. Polmear, D. StJohn, J.F. Nie, M. Qian., *Light alloys: metallurgy of the light metals*, Fifth Edition, Butterworth-Heinemann, Published by Elsevier Ltd. UK (2016).
- [104] E. Ozbakir, development of aluminum alloys for diesel-engine, Master of Engineering, McGill University, Montréal, Québec, Canada (2008).
- [105] AGARD Conference Proceedings No.325, *Advanced Casting Technology*, Technical Editing and Reproduction Ltd, London (1982).
- [106] E. Kilinc, Y. Birol, Optimizing the T6 heat treatment for gravity cast AlSi7MgCu0.5 alloy V8 cylinder heads, *Int. J. Cast Met. Res.* 0461 (2017) 1–7.
- [107] A. Zambon, Phosphorus modification in Al-Si hypereutectic alloys, Norwegian University of Science and Technology (2016).
- [108] J.L. Jorstad, *Aluminum*, (2006) 18–25, www.diecasting.org/dce.
- [109] B.Gilmont, European Aluminium Association (EAA), *L'aluminium dans les véhicules industriels*, PLJ édition-communication, Paris (2011).



Chapitre II

Traitements

thermiques des

alliages d'aluminium

Chapitre II : Traitements thermiques des alliages d'aluminium

II.1 Solubilité des éléments d'alliage dans l'aluminium

Les éléments les plus utilisés dans les alliages d'aluminium commerciaux offrant une résistance supérieure sont le cuivre, le magnésium, le manganèse, le silicium et le zinc. Ces éléments sont tous solubles dans l'aluminium. La figure II.1 montre la solubilité de ces éléments, qui augmente avec l'augmentation de la température [1].

Parmi tous ces éléments ajoutés, le zinc est le plus soluble dans l'aluminium (maximum 66,4%). La solubilité solide du magnésium est supérieure à 10 %. Le cuivre et le silicium (par ordre décroissant) ont une solubilité maximale inférieure à 10 mais supérieure à 1 %. Tous les autres éléments sont moins solubles. La solubilité maximale des solides dans les alliages d'aluminium se produit à la température eutectique. Lorsque la température augmente, les limites de la solubilité augmentent. Cette augmentation significative des concentrations des éléments dans la matrice d'aluminium à des températures élevées est une caractéristique fondamentale pour augmenter la dureté et la résistance des alliages d'aluminium après les traitements thermiques.

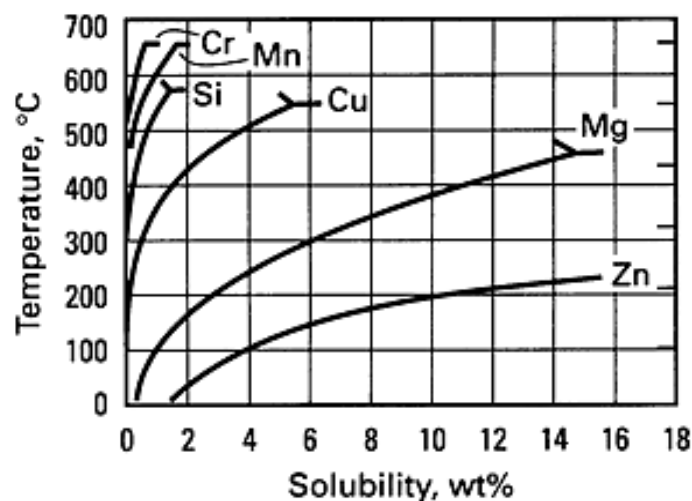


Figure II.1 : Solubilité solide binaire à l'équilibre pour les éléments d'alliage les plus ajoutés à l'aluminium en fonction de la température.

Les éléments dont les concentrations sont inférieures à leurs limites de solubilité sont essentiellement en solution solide et constituent une phase unique. Cependant, aucun élément n'a une miscibilité complète avec l'aluminium à l'état solide. Parmi les alliages commerciaux, seuls les alliages de finissage brillants tels que 5657 et 5252, qui contiennent respectivement 0,8 et 2,5% Mg avec de très faibles taux d'impuretés, peuvent être considérés comme des solutions solides presque pures.

La phase riche en éléments d'alliage qui contribue à la formation de l'eutectique ne peut pas être remise en solution à l'état solide et ne contribuera donc pas à un durcissement optimal par re-précipitation. Dans ces conditions, il serait préférable d'ajouter que les quantités d'éléments d'alliage susceptibles d'être remises en solution à l'état solide c'est-à-dire celles qui correspondent généralement aux solubilités maximales aux températures des réactions eutectiques. Le tableau II.1 montre la solubilité maximale de certains éléments dans l'aluminium aux températures eutectiques et ambiantes [2].

Élément d'alliage	Te (température de la réaction eutectique)	Solubilité maximale à Te dans l'aluminium	Solubilité à 20 °C
Cuivre	548 °C	5,65 %	< 0,1 %
Magnésium	451 °C	14,9 %	< 0,4 %
Silicium	577 °C	1,65 %	< 0,02 %
Manganèse	659 °C	1,82 %	< 0,1 %
Zinc	382 °C	82,8 %	< 1 %

Tableau II.1 : Solubilité de quelques éléments d'alliage dans l'aluminium à l'état solide.

Lorsque la teneur d'un élément d'alliage dépasse la limite de solubilité solide, l'élément d'alliage produit des constituants microstructuraux de "deuxième phase" qui peuvent être constitués soit de la composante pure soit d'un élément intermétallique de phase composée. La plupart des éléments d'alliage forment des composés binaires avec l'aluminium. Les phases plus complexes se forment dans les alliages ternaires ou d'ordre supérieur.

II.2 Traitements thermiques des alliages d'aluminium

La notion de traitements thermiques recouvre un ensemble d'opérations ayant pour but des transformations structurales effectuées sur les matériaux à l'état solide, sous l'influence de cycles de température convenablement choisis afin de leur conférer des propriétés particulières (NF A 02-010). D'une façon générale, le traitement thermique fait référence à

toutes les opérations de chauffage et de refroidissement faites dans le but de changer les caractéristiques mécaniques et la microstructure d'un métal ou les tensions résiduelles dans une pièce. Pour les alliages d'aluminium, le traitement thermique est surtout utilisé pour les opérations visant à augmenter les propriétés mécaniques des alliages dits « à durcissement structural ».

Les modifications structurelles obtenues par traitement thermique permettent de donner à un matériau des propriétés particulières adaptées à son utilisation optimale en tant que pièce finie, semi-fini ou brut. L'amélioration des propriétés est obtenue en modifiant la microstructure de l'alliage en optimisant les paramètres de température, de temps et de vitesse de chauffage et de refroidissement utilisés dans le processus de traitement thermique. Le choix d'un traitement thermique résulte souvent d'un compromis entre plusieurs propriétés contradictoires. Le traitement thermique, par exemple, utilisé pour augmenter la dureté et la résistance mécanique est toujours associée à un accroissement de la fragilité et à une diminution de la ductilité [3].

Les traitements thermiques pour les alliages d'aluminium sont généralement choisis en fonction d'un ou plusieurs des objectifs suivants [4]:

- augmenter la dureté pour une meilleure usinabilité,
- augmenter la résistance et/ou produire des propriétés mécaniques associées pour une condition particulière du matériau,
- stabiliser les propriétés mécaniques et physiques,
- assurer la stabilité dimensionnelle en fonction du temps dans les conditions de service, diminuer les contraintes résiduelles induites par la coulée, la trempe, l'usinage, le soudage ou d'autres opérations.

Pour atteindre un de ces objectifs, les pièces peuvent être recuites, mise en solution, trempées, durcies par précipitation, sur-vieillies ou traitées selon des combinaisons de ces pratiques. Les pratiques de mise en solution peuvent être optimisées afin d'obtenir une mise en solution avec le cycle le plus court possible. La figure II.2 montre la pente du solvant qui varie en fonction de la température à l'approche du point de fusion eutectique. Il est clair que la température atteinte est essentielle pour déterminer la température de mise en solution. De plus, la température influence la vitesse de diffusion, ce qui influence directement le temps et la température de mise en solution. Bien que les températures situées juste en dessous du point de fusion eutectique soient souhaitables pour optimiser le développement des propriétés,

il est essentiel d'éviter un début de fusion qui rend les réseaux eutectiques inter-granulaires fragiles et rend le métal pratiquement inutilisable [2].

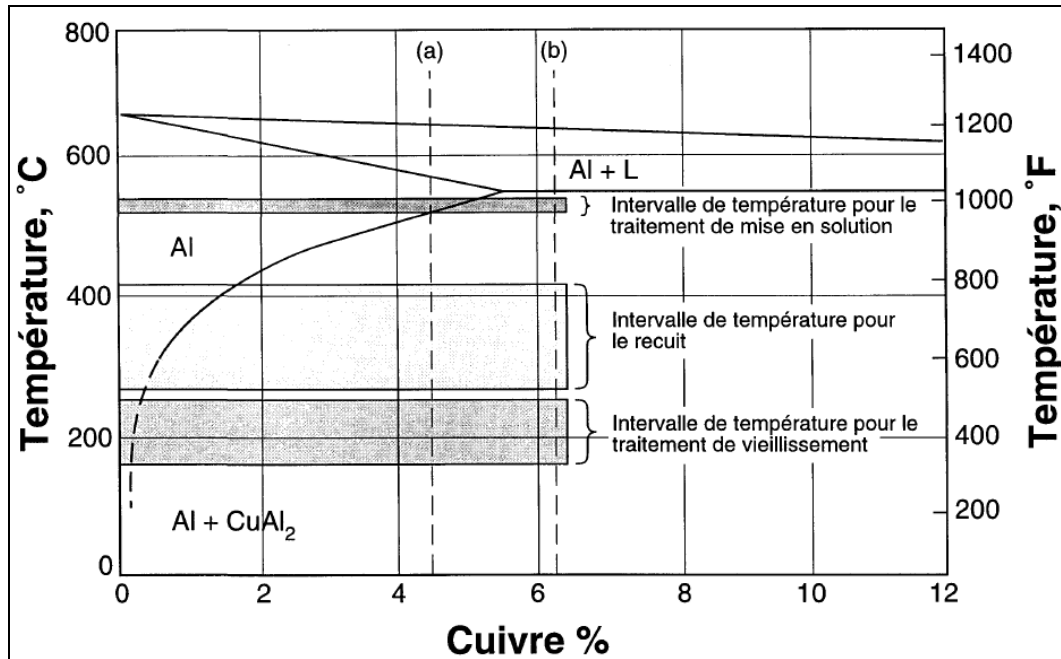


Figure II.2: Illustration des intervalles de température utilisés pour le traitement thermique des alliages de la famille Al-Cu [5].

II.3 Système de désignation des états métallurgiques

Le système de désignation des états métallurgiques des alliages traités thermiquement est le même pour les alliages corroyés et les alliages de fonderie. Le système de désignation est basé sur les séquences de traitement mécanique et thermique utilisées pour produire les différents états. Les subdivisions sont indiquées par un ou plusieurs chiffres après la lettre. Ces chiffres se réfèrent aux séquences de traitements thermomécaniques qui produisent une combinaison spécifique de caractéristiques (tableau II.2) [6].

Désignation	Traitement ou état
F	Brut de fabrication Cet état s'applique aux produits issus de procédés de transformation au cours desquels aucun contrôle de durcissement structural ou d'écrouissage n'a été utilisé. Pour les produits de corroyage dans cet état, on ne donne aucune limite de propriété.
O	Recuit Cet état s'applique aux produits corroyés, recuits pour obtenir l'état avec la plus faible résistance mécanique. Il s'applique aussi aux produits moulés pour augmenter leur ductilité et leur stabilité dimensionnelle. Le symbole O peut être suivi d'un chiffre, pour avoir plus de précisions sur le traitement utilisé.

H	Écroui (alliages de corroyage seulement) Cet état s'applique aux produits dont la résistance augmente par écrouissage, avec ou sans traitements thermiques supplémentaires, pour produire des diminutions de résistance.
W	Traitement de mise en solution Cet état instable s'applique uniquement aux alliages qui vieillissent spontanément à température ambiante après un traitement thermique de mise en solution, suivie d'une trempe. Le temps requis au vieillissement naturel doit être indiqué pour que la désignation soit acceptable, par exemple : W 1 h.
T	Traitements thermiques pour obtenir un état stable autre que F, O ou H S'applique aux produits traités thermiquement pour obtenir des états stables, avec ou sans écrouissage supplémentaire.

Tableau II.2 : Séries des traitements thermiques standards.

Il y a plusieurs traitements possibles pour les T, c'est pourquoi la lettre est toujours suivie au moins d'un chiffre (tableau II.3) [7,8].

Désignation	Traitements thermiques
T1	Ce traitement englobe les pièces qui ont été refroidies après une mise en forme à haute température et qui ont eu un vieillissement naturel, jusqu'à l'obtention d'un état de stabilité convenable.
T2	Ce traitement englobe les étapes suivantes : refroidissement après une mise en forme à haute température, écrouissage et vieillissement naturel jusqu'à l'obtention d'un état de stabilité convenable.
T3	Mise en solution suivie d'un travail à froid (écrouissage) et d'un vieillissement naturel jusqu'à l'obtention d'un état de stabilité convenable.
T4	Mise en solution suivie d'un vieillissement naturel jusqu'à l'obtention d'un état de stabilité convenable.
T5	Refroidissement après une mise en forme à haute température suivit d'un vieillissement artificiel.
T6	Mise en solution suivie d'un vieillissement artificiel.
T7	Mise en solution et traitement de stabilisation.
T8	Mise en solution suivie d'un écrouissage et d'un vieillissement artificiel.
T9	Mise en solution suivie d'un vieillissement artificiel et d'un écrouissage.
T10	Refroidissement après une mise en forme à haute température, écrouissage et vieillissement naturel jusqu'à l'obtention d'un état de stabilité convenable.

Tableau II.3 : Subdivision des traitements thermiques T.

Dans cette thèse, la discussion se limite au traitement thermique des produits de fonderie non corroyés. Les pièces moulées en aluminium sont utilisées à l'état brut de

fabrication "F", c'est-à-dire lorsque les pièces moulées ne subiront aucun travail ou déformation.

Parmi les différents états de traitements thermiques, T5, T6 et T7 sont les plus couramment utilisés dans l'industrie de fonderie. Le revenu T5 correspond au vieillissement artificiel des pièces coulées sans traitement thermique de mise en solution, tandis que les revenus T6 et T7 correspondent au traitement thermique de mise en solution et trempe, soit le vieillissement au pic de durcissement (T6), ou le sur-vieillissement (T7) où les conditions sont supérieures à celles menant au pic de durcissement (figure II.7). Tous les autres états de traitements thermiques, tels que T2, T3, T8, T9 et T10, désignent des traitements thermiques pour les alliages corroyés qui ont été soumis au travail à froid [4].

II.4 Mécanismes de durcissement des alliages d'aluminium

On rappelle que durcir un matériau c'est augmenter la valeur de contrainte à partir de laquelle il va se déformer plastiquement, c'est-à-dire augmenter la valeur de la contrainte qui va mettre en mouvement les premières dislocations. Tout ce qui gênera le mouvement des dislocations contribuera donc à durcir le métal [9].

L'amélioration des propriétés mécaniques de l'aluminium peut résulter des trois mécanismes usuels de durcissement :

- le durcissement par écrouissage,
- le durcissement par solution solide,
- le durcissement structural par précipitation.

II.4.1 Durcissement par écrouissage

Le durcissement consiste à déformer le métal à froid. Cette opération va générer des dislocations dans le matériau qui vont s'enchevêtrer avec celles déjà existantes et bloquer leur déplacement. L'écrouissage d'un métal ou alliage a pour effet d'augmenter sa dureté et sa résistance mécanique (résistance à la rupture et limite d'élasticité) mais, en contrepartie, de diminuer sa plasticité, c'est-à-dire son allongement à la rupture et son aptitude à la déformation [10]. L'influence d'écrouissage sur les caractéristiques mécaniques des alliages d'aluminium dépendent de leur taux de déformation par transformation mécanique au cours du forgeage, du laminage, du filage, ou de l'emboutissage.

II.4.2 Durcissement par formation de solution solide

Le principe de durcissement en solution ou par soluté est simplement l'addition d'éléments d'alliage en solution de substitution. Le durcissement peut se manifester sur la valeur du module d'Young ou sur la limite élastique de l'alliage. Très souvent, cette variation est linéaire. Le principe se définit par la présence d'une force de freinage provenant d'une interaction entre les dislocations et les atomes étrangers en solution dans le matériel de base. Le durcissement proprement dit, c'est-à-dire l'augmentation de la limite élastique résulte de l'interaction des dislocations avec des atomes qui diffèrent en taille et charge des atomes majoritaires. Les dislocations se déplacent d'autant plus difficilement ce qui revient à dire que le matériau est plus dur et la concentration en soluté seront plus importants. Ce sont donc des gros atomes en grand nombre qui provoqueront le durcissement le plus efficace [9].

II.4.3 Durcissement structural

Ce phénomène, d'une grande importance en métallurgie, désigne les stades de la précipitation au cours desquels les propriétés mécaniques d'un alliage trempé augmentent, souvent de manière importante. L'augmentation de la résistance mécanique est due à la précipitation des éléments d'alliage qui gêne le mouvement des dislocations. Le traitement qui optimise les propriétés mécaniques consiste en un recuit de mise en solution de la phase précipitée suivi d'une trempe qui maintient les éléments d'alliage en sursaturation dans la solution solide. Enfin, un revenu (appelé aussi vieillissement) permet d'atteindre l'optimum des propriétés mécaniques. La figure II.3 représente un diagramme typique de température en fonction du temps pour un traitement thermique de durcissement par précipitation.

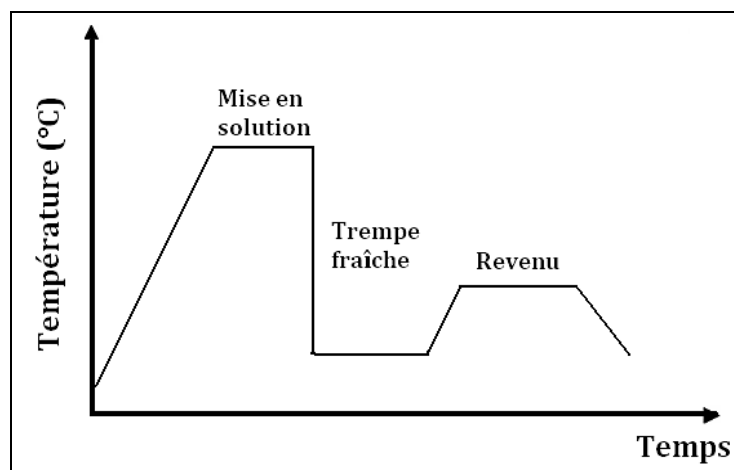


Figure II.3 : Principe des traitements thermiques de durcissement d'un alliage d'aluminium par précipitation.

II.4.3.1 Mise en solution

Le traitement thermique de mise en solution consiste à porter la température de la pièce coulée juste en dessous de la température eutectique. C'est-à-dire le maintien d'une pièce à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue pour que les éléments d'alliage soient distribués de façon homogène. La température à laquelle le traitement thermique de mise en solution, doit être effectué, dépend de la composition de l'alliage et de la solubilité maximale des éléments d'alliage. Il est primordial que la température de traitement thermique de mise en solution ne dépasse pas la température eutectique de l'alliage [11]. Si la température eutectique est dépassée, le traitement thermique de mise en solution peut conduire à une fusion locale, que l'on appelle la température de début de fusion, appelé encore " brûlure " [2]. Ceci a des effets négatifs sur les propriétés mécaniques et l'intégrité structurelle de la pièce [12,13]. Le phénomène de début de fusion peut être évité en chauffant lentement la pièce coulée pour dissoudre les phases susceptibles de fondre à basse température.

Afin d'éviter le début de la fusion dans les alliages à forte teneur de cuivre. Il est particulièrement utile d'utiliser une mise en solution en deux étapes [14–16]. Dans la première étape, les alliages sont mis en solution à basse température pour dissoudre les phases à bas point de fusion. Dans la deuxième étape, la température est élevée pour accélérer le traitement thermique de mise en solution. Sokolowski *et al.* [15] ont montré que l'application d'un traitement de mise en solution en deux étapes (495°C /8 heures et 520°C /2 heures) mène à une réduction et un raffinement de la phase riche en cuivre ce qui a amélioré considérablement la limite ultime et l'allongement à la rupture après le vieillissement. La vitesse de dissolution des composés intermétalliques est sensible à la température et même une augmentation de 10°C de la température peut avoir un effet appréciable sur le temps de dissolution optimal et sur les propriétés mécaniques des alliages [13].

Les résultats de Gauthier *et al.* [17–19] montrent que la meilleure combinaison de résistance à la traction et de ductilité pour un alliage d'aluminium 319.2 est obtenue lorsque le matériau tel que coulé est mise en solution à 515°C pendant 8 heures. Une température de mise en solution plus élevée à 540°C provoque une fragilisation de l'alliage. Cette fragilisation provient de la fonte de la phase de cuivre aux joints des grains.

La température et la durée de la solution sont les deux facteurs importants du traitement thermique de la mise en solution. Il faut éviter de chauffer la pièce coulée à une température trop basse, car cela entraîne une dissolution incomplète des phases et un degré relativement

élevé de micro-ségrégation, ce qui réduit le potentiel de durcissement de l'alliage. Le temps nécessaire de chauffage dépend de la microstructure initiale de l'alliage (c.-à-d. du procédé de la coulée), de la géométrie de la pièce, du taux de dissolution, de la diffusion des éléments solubles, etc. Il peut aller d'une minute pour une feuille mince à 20 heures pour une grosse pièce de fonderie au sable [6].

Il est important de réduire le temps de mise en solution et les coûts de fabrication sans compromettre les propriétés mécaniques. Une façon de réduire le temps de mise en solution des alliages de fonderie est la modification chimique ou la modification par refroidissement rapide. Certains produits peuvent subir une recristallisation et une croissance des grains pendant ce traitement thermique, ce qui peut limiter la température maximale et le temps de chauffage pour la mise en solution.

Le gonflement des surfaces est un problème souvent observé pendant le traitement thermique de mise en solution, en particulier dans les pièces coulées sous pression. La turbulence due au taux de remplissage élevé provoque inévitablement le piégeage de l'oxyde et de l'air, ce qui favorise la formation de porosité et l'inclusion d'oxyde. La présence de ces défauts diminue la ténacité et la ductilité des composants, ce qui limite l'utilisation de la coulée sous pression pour des applications où les performances de haute résistance ne sont pas requises. Pendant le traitement thermique de mise en solution, les gaz piégés se dilatent et forment des boursouflures (blisters). Pour cette raison, la plupart des procédés HPDC conventionnels ne sont pas traités thermiquement [4].

II.4.3.2 Trempe

La trempe est un refroidissement rapide, usuellement du four à la température de la pièce, qui permet de bloquer la diffusion des éléments d'additions et de préserver ainsi la solution solide obtenue à haute température. On se retrouve donc avec une structure qui est hors d'équilibre. La trempe est aussi utile pour maintenir un certain nombre de lacunes libres qui participent à la formation de zones de précipités. En général, une trempe rapide entraîne une forte concentration de vide dans la matrice. La forte concentration d'inoccupation entraîne un vieillissement plus rapide des précipités et peut donc réduire considérablement le temps de vieillissement.

La trempe peut être réalisée dans différents milieux de trempe. La figure II.4 nous donne un aperçu des vitesses obtenues dans différents milieux de trempe. Usuellement, plus rapide sera la trempe meilleures seront les propriétés mécaniques. Par contre, la vitesse de

refroidissement ne peut être abaissée indéfiniment car elle introduit des distorsions et des contraintes résiduelles dans la pièce. Pour des sections épaisses qui demandent un refroidissement rapide, la pièce est usuellement trempée dans l'eau. Dans la plupart des cas, la température de l'eau est comprise entre 25 et 100°C. La vitesse de refroidissement peut être réduite pour les pièces à sections minces (qui sont plus sensibles à la distorsion) en les trempant dans l'huile ou dans des solutions à base de polymères. Parmi les médias présentés sur cette figure, la trempe effectuée dans l'eau donne les meilleurs résultats [4–6]. Il est prouvé également que les propriétés mécaniques décroissent avec l'augmentation de la température de l'eau de trempe [5].

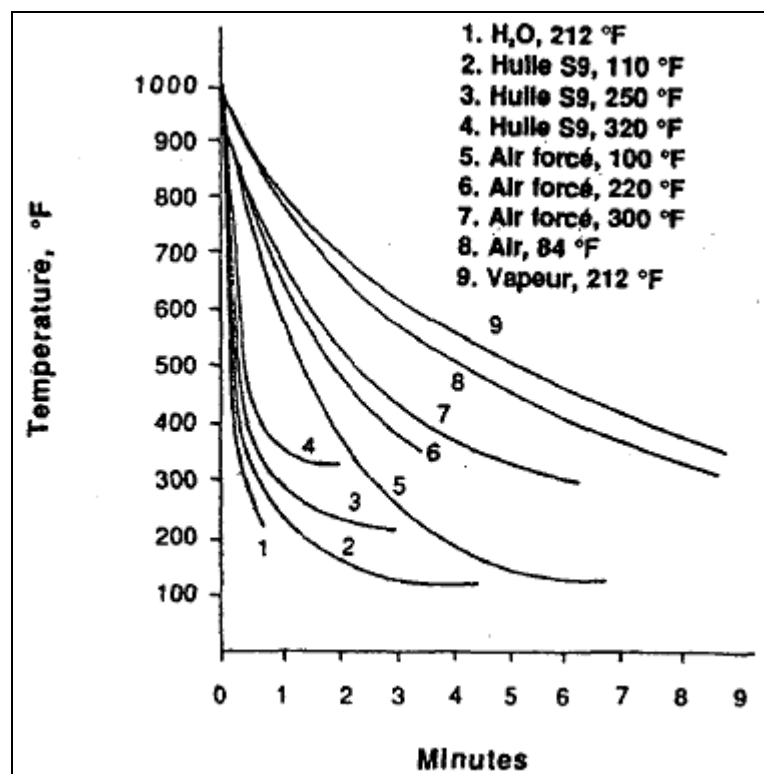


Figure II.4 : Courbes de refroidissement obtenues à l'aide de différents médias.

Lorsqu'on trempe des produits de faible épaisseur, il y a lieu de tenir compte du temps de transition qui s'écoule entre la sortie du four et l'immersion dans le fluide de trempe. Pendant ce temps de transition, les produits refroidissent généralement à faible vitesse. Si le temps de transition est assez long, une partie au moins de l'intervalle de température est parcouru à faible vitesse de refroidissement. Pour éviter une diminution des caractéristiques mécaniques, certaines spécifications stipulent que le temps de transition doit être inférieur à une durée variant de 5 à 15 s dans le cas de tôles dont l'épaisseur varie de 0,4 à 2,3 mm [10].

II.4.3.3 Vieillessement

Le vieillissement fait référence à la décomposition contrôlée d'une solution solide sursaturée à température ambiante (vieillessement naturel) ou à température élevée (vieillessement artificiel) pour former des précipités nanométriques dans la matrice. Ces précipités renforcent les matériaux par un mécanisme connu sous le nom de durcissement par précipitation en fixant les dislocations et en freinant leur libre mouvement. Stucky [20] recommande d'utiliser les termes "vieillessement artificiel" ou "vieillessement naturel" au lieu de "maturation" ou "revenu". Néanmoins, ces termes demeurent largement utilisés dans l'industrie.

Après la trempe, la pièce peut subir un vieillissement artificiel immédiat ou après un vieillissement naturel à une température ambiante intermédiaire. Le premier vieillissement artificiel est connu sous le nom de T6 ou T7 (selon le temps de vieillissement), tandis que le second (vieillessement naturel suivi du vieillissement artificiel) est connu comme par exemple T61.

Les chiffres supplémentaires peuvent être ajoutés aux désignations T6 et T7 pour indiquer une variante de traitement qui affecte, de façon significative, les caractéristiques du produit par rapport à l'état T d'origine.

Ces subdivisions peuvent provenir d'un ou plusieurs des points suivants :

- traitement de mise en solution et/ou traitement de précipitation ;
- degré d'écrouissage après mise en solution ;
- détensionnement.

Les chiffres 1 et 3 à 5 comme deuxième chiffre après T6 peuvent être utilisés pour indiquer différents niveaux de sous-revenu. Les subdivisions de l'état T7 désignent des sur-revenus permettant d'optimiser une propriété telle que la résistance à la corrosion sous contrainte et la ténacité.

Les subdivisions des états T6 et T7 sont illustrés en figure II.5 [20].

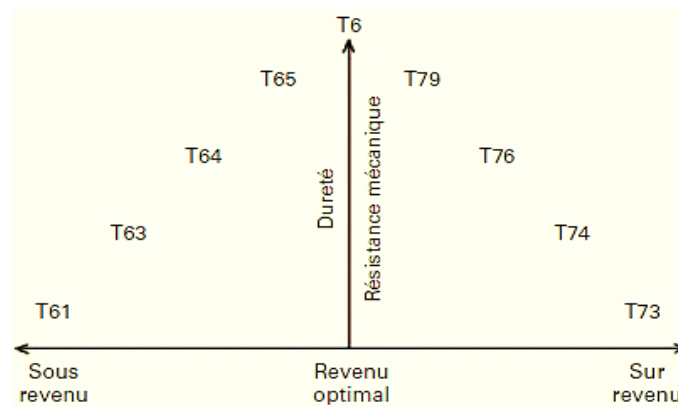


Figure II.5 : Schéma de subdivisions des états T6 et T7.

II.4.3.3.1 Vieillissement naturel

Au cours du maintien de l'alliage à température ambiante ou à basse température après la trempe, la solution solide sursaturée est donc métastable. Au cours de cette phase, appelée maturation ou vieillissement naturel, l'alliage durcit progressivement et spontanément et la solution solide se décompose pour donner naissance à la formation de petits amas d'atomes de soluté (les zones de Guinier-Preston ou zone GP) en très grande densité.

Ces amas d'atomes sont toujours situés aux nœuds du réseau de la matrice aluminium et sont constitués de petites portions de plans cristallographiques du réseau d'aluminium enrichis en atomes de soluté. Ces zones GP introduisent des distorsions élastiques dans le réseau de la matrice. L'enrichissement chimique local en soluté et les déformations élastiques qui en résultent expliquent que dans certains cas cette précipitation soit facilitée par la présence de défauts de structure, tels que les dislocations, qui favorisent une diffusion plus élevée des atomes solutés ou accommodent des champs de déformation élastique adaptés. Ces précipités sont cohérents s'il y a continuité géométrique des réseaux cristallographiques de la matrice et des précipités dans toutes les directions cristallographiques. Seules la nature et la disposition des atomes sur le réseau sont modifiées (figure II.6(a)) [21].

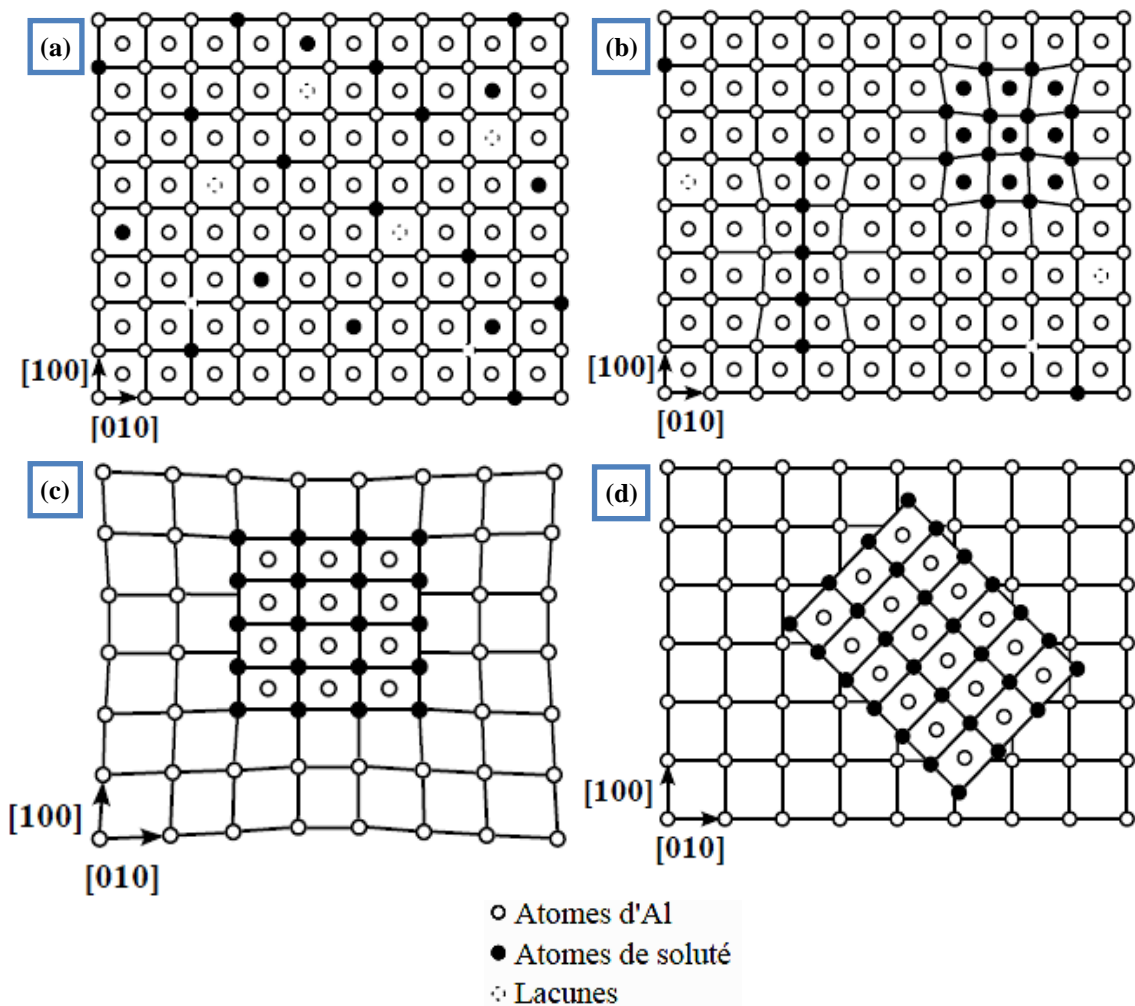


Figure II.6 : Schémas des différentes étapes de la séquence de précipitation du système Al-Cu : (a) solution solide sursaturée, (b) zones de Guinier-Preston ou précipité cohérent, (c) précipités semi-cohérent, (d) précipités incohérent.

Il est mentionné que pour la plupart des applications, le vieillissement naturel ne doit pas dépasser les 24 heures ni moins de 8 heures. Le processus d'incubation se déroule de manière relativement rapide pendant les 8 premières heures qui suivent la trempe. Le vieillissement artificiel au cours de cette période peut entraîner une certaine variabilité dans le résultat final. La période entre 8 et 24 h est la plus tolérante pour un début de vieillissement artificiel [4].

II.4.3.3.2 Vieillissement artificiel

Un chauffage ultérieur à température modérée (100 à 200 °C), appelé revenu, accentue encore la décomposition de la solution solide par la dissolution des zones GP préalablement formées et par la précipitation de particules très nombreuses et très fines qui durcissent encore l'alliage jusqu'à son maximum de résistance mécanique (figure II.7). On observe au début la formation de zones de Guinier-Preston mais peu à peu apparaît une nouvelle phase, dite θ'' ,

parfois appelée GP2 (figure II.6(b)). Les dimensions de cette phase sont de l'ordre de $50 \times 50 \times 5$ (nm). Cette phase, étant fortement cohérente avec la matrice, entraîne d'importantes déformations de la solution solide au voisinage des précipités ; on dit généralement que les dislocations du matériau ont beaucoup de mal à traverser ces zones fortement perturbées, ce qui explique le durcissement concomitant.

Si la température de revenu s'élève (au-dessus de 200 à 220 °C) ou si la durée est plus grande, la phase θ'' apparaît dès le début mais est remplacée peu à peu par une nouvelle phase, encore métastable, appelée θ' (figure II.6(c)), et de composition correspondant à Al_2Cu . Les dimensions de cette phase sont nettement plus importantes : de l'ordre de $1000 \times 1000 \times 10$ (nm) ; la cohésion avec la matrice est seulement partielle et ne s'oppose pratiquement pas au cheminement des dislocations au travers du matériau : l'apparition de cette phase θ' peut donc être génératrice d'adoucissement.

Enfin, plus avant dans l'échelle des températures (au-delà de 300 °C) et des temps, on note l'apparition de la phase stable θ (figure II.6(d)), correspondant à la composition Al_2Cu indiquée sur les diagrammes d'équilibre (figure II.2). Ses dimensions sont de l'ordre de quelques centièmes de millimètre à quelques dixièmes de millimètre. La coalescence de cette phase est génératrice d'un adoucissement généralisé [10].

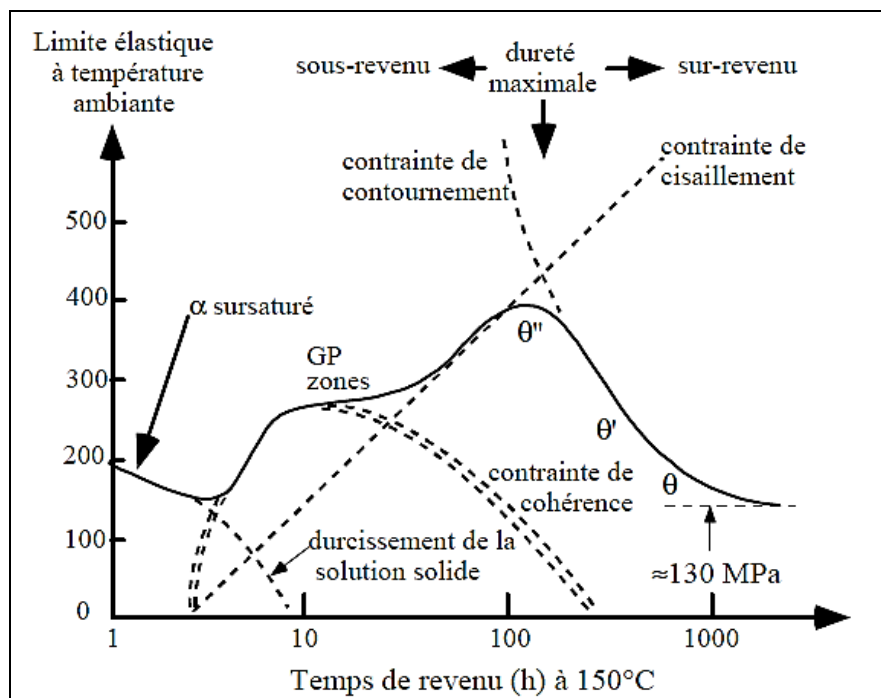


Figure II.7 : Variation de la limite élastique des alliages Al-Cu4% trempés en fonction du temps de revenu à 150°C [9].

La perte de dureté, liée à l'apparition des phases précipitées de mieux en mieux constituées, résulte des modifications de l'interaction dislocation-précipité : une interface incohérente matrice-précipité se comporte comme un puits pour les dislocations ; au cours de leur glissement, ces défauts disparaissent dans l'interface alors que sur une interface cohérente la continuité du plan cristallin au travers de l'interface permet en principe à la dislocation de continuer à glisser, mais au prix d'une augmentation de la contrainte rendue nécessaire par la valeur élevée du module de Coulomb du précipité. En fait, lorsqu'une dislocation en mouvement rencontre un précipité cohérent, elle s'arrête sur cet obstacle ; la contrainte doit alors atteindre une valeur provoquant (Figure II.8):

- soit le cisaillement du précipité,
- soit son contournement (mécanisme d'OROWAN).

Chacun de ces mécanismes nécessite une augmentation de la contrainte d'écoulement plastique qui provoque l'augmentation de la dureté ou de la limite élastique. Plusieurs facteurs déterminent la résistance au cisaillement des précipités, entre autres, leur structure cristalline et leur module de Coulomb. En pratique, on constate que cette résistance augmente linéairement avec le temps. Le contournement des précipités est d'autant plus aisé que les précipités sont éloignés les uns des autres [9].

Le cisaillement, associé aux précipités cohérents de très petite taille, explique généralement la partie ascendante de l'évolution de la limite d'élasticité avec la durée du revenu, des états sous-revenus jusqu'au pic de durcissement. Le maximum de dureté correspond à l'apparition de θ'' (Figure II.8). La deuxième partie, correspondant à un adoucissement de l'alliage et aux états sur-revenus, est associée au mode de franchissement par contournement des précipités par les dislocations de la matrice.

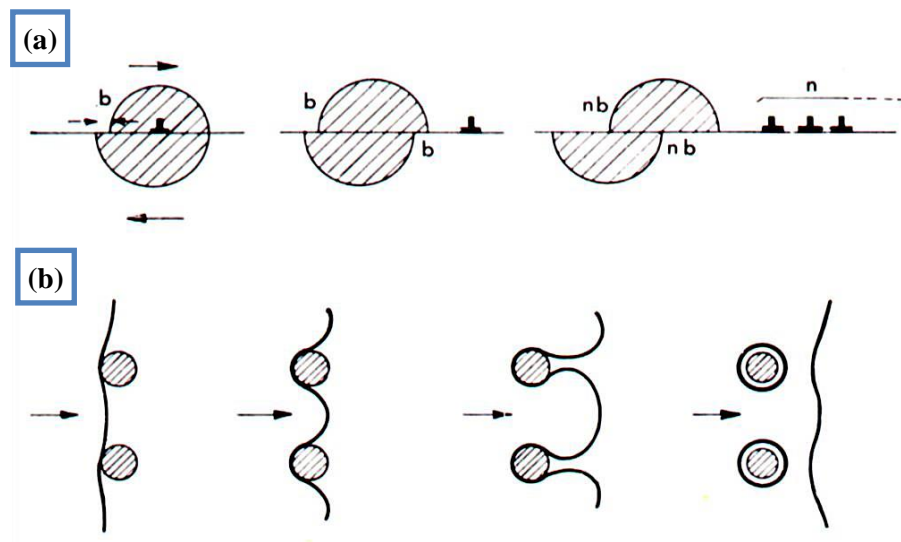


Figure II.8 : (a) cisaillement d'un précipité cohérent par les dislocations, (b) contournement des précipités par mécanisme d'OROWAN.

Le processus de durcissement est accéléré par le vieillissement artificiel à des températures de l'ordre de 90 à 260°C, selon l'alliage et les propriétés souhaitées. Il est à noter que la température de vieillissement choisie détermine la vitesse avec laquelle le processus de précipitation se produit [22]. À des températures de revenu relativement élevées, la réaction de durcissement serait plus rapide qu'à basse température. C'est ce que montre la figure II.9. Cette figure présente l'évolution de la dureté d'un alliage Al-9,37Si-0,73Cu-0,41Mg-0,31Zn-0,79Fe-0,21Mn qui avait été mise en solution à 505°C, trempé, puis fortement sur-vieilli à un état T7. Cet alliage présente un intérêt particulier pour le traitement thermique, car il présente un comportement de durcissement rapide sans perte substantielle de propriétés lorsqu'il est vieilli à des températures plus élevées comme 220°C pendant des périodes aussi courtes que 15 minutes [23]. Ammar *et al.* [24] ont rapporté que le traitement de revenu à des températures plus élevées s'accompagne d'une réduction des propriétés de traction et des indices de qualité des pièces moulées ; cependant, il introduit également la possibilité d'une stratégie économique significative pour minimiser le temps de revenu et donc le coût du traitement thermique.

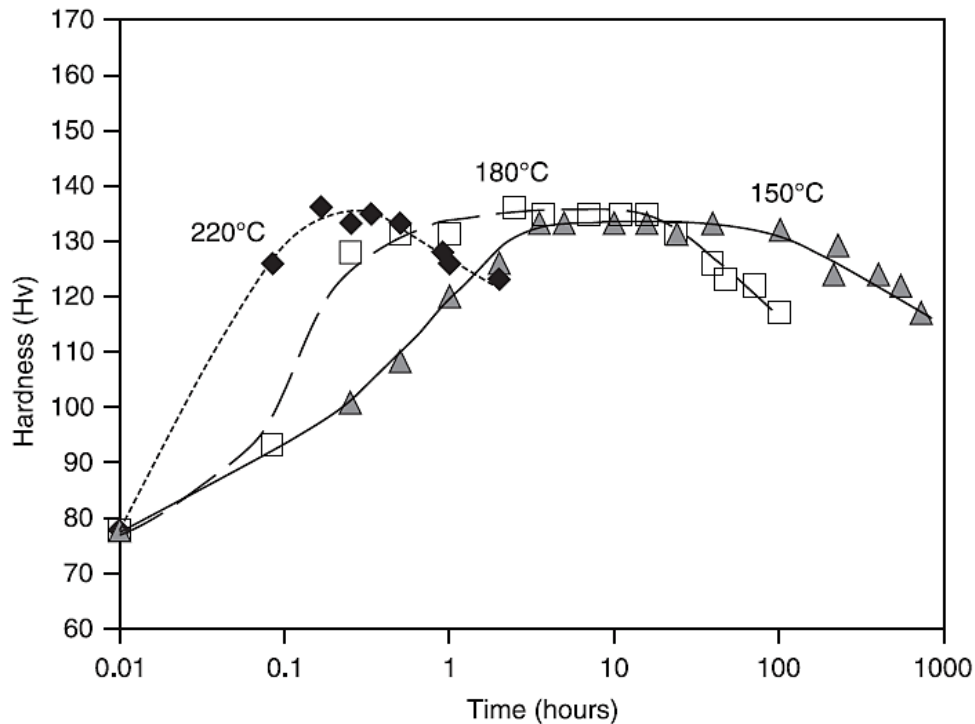


Figure II.9 : Réponses de durcissement par vieillissement pour l'alliage Al-9,37Si-0,73Cu-0,41Mg-0,31Zn-0,79Fe-0,21Mn vieilli à 150°C, 180°C et 220°C après traitement thermique de mise en solution à 505°C pendant 15 minutes et trempe.

II.5 Séquences de précipitation des alliages d'aluminium

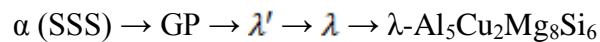
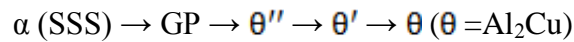
A partir d'une solution solide sursaturée en solutés, une nouvelle solution solide appauvrie est obtenue par un traitement thermique de façon spontanée. La précipitation dans la matrice sursaturée se fait par la formation des zones GP suivies par la précipitation des phases métastables et enfin des phases stables.

La séquence des précipitations peut être donnée dans le cas général comme suit :

Matrice sursaturée → Zones GP → Phase (s) métastable (s) → Phase (s) stable (s).

II.5.1 Durcissement des alliages Aluminium-Silicium-Cuivre-Magnésium

Les alliages Al-Si-Mg-Cu, s'ils sont correctement traités thermiquement, se caractérisent par des propriétés mécaniques supérieures à celles des alliages ternaires traditionnels, à savoir Al-Si-Cu et Al-Si-Mg. Le type, la morphologie et la taille des précipités dépendent fortement de la composition chimique de l'alliage et du traitement thermique. Les séquences de précipitations typiques qui caractérisent les alliages Al-Si-Mg-Cu si la teneur en cuivre dépasse 3 % (cas de l'alliage B319), la séquence de co-précipitation est double :



où θ'' , θ' et λ' sont les précipités intermédiaires, tandis que θ et λ (appelée aussi Q) sont les phases incohérentes stables.

La distribution typique des précipités dans la matrice en aluminium (alliage Al-Si-Cu-Mg) est illustrée à la figure II.10. La durée et la température du traitement de vieillissement déterminent la densité en nombre, la taille et la distribution en taille des précipités.

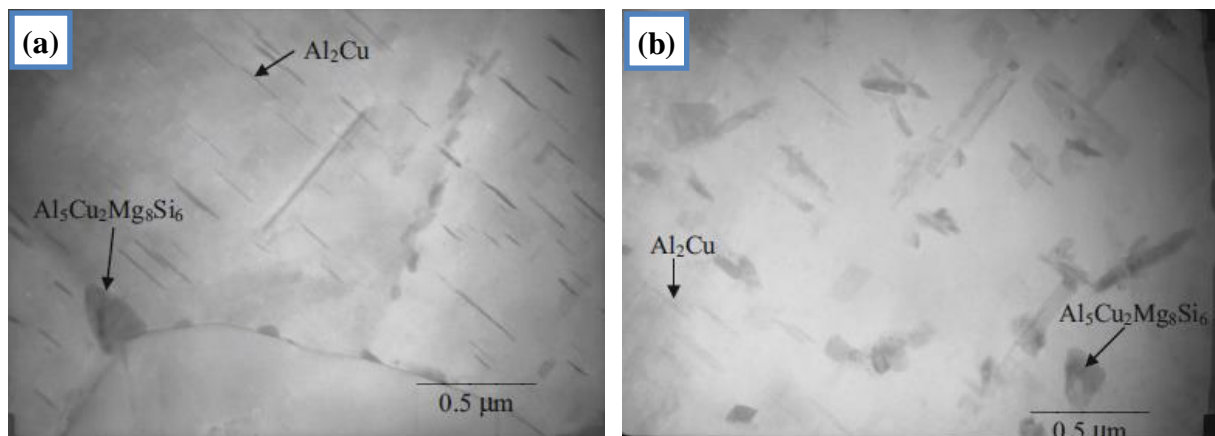
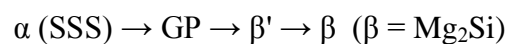


Figure II.10 : Micrographies en microscopie électronique à transmission (MET) de l'alliage Al-Si-Cu-Mg (B319) traité thermiquement à l'état T7 (mise en solution à 498°C pendant 2 h et vieilli à 240°C pendant 4h) montrant la distribution des précipités (a) près de la périphérie de la dendrite d'aluminium et (b) au centre de la dendrite d'aluminium [25].

II.5.2 Durcissement des alliages Aluminium-Silicium-Magnésium

Le siliciure de magnésium Mg_2Si est la phase soluble dans les alliages importants Al-Si-Mg tels que les alliages 356.0, A356.0 et A357.0. La précipitation de la phase métastable Mg_2Si de la solution solide sursaturée pendant le traitement de vieillissement améliore fortement la résistance. Ces précipitations peuvent survenir très rapidement, même à température ambiante, en peu de temps. Une dispersion plus fine des précipités est obtenue dans les alliages contenant un excès de silicium. La séquence de précipitation principale dans les alliages Al-Si-Mg peut être donnée comme suit :



Les zones GP, filiformes en aiguilles orientées selon les directions $[100]_{\text{Al}}$, sont d'abord désordonnées puis organisées en alternance de couches d'atomes de silicium entourés de deux couches d'atomes de magnésium. À ce stade, les zones GP en aiguilles pourraient aussi

correspondre à une phase de transition cohérente appelée β'' . La phase β' conserve la morphologie des zones GP et précipite sous forme d'aiguilles puis de bâtonnets le long des directions $[100]_{Al}$. La phase β - Mg_2Si existe sous forme de plaquettes formées par survieillissement ou de lattes formées par précipitation hétérogène par trempe lente [26].

Mohamed *et al.* [27] ont rapporté que la résistance maximale de l'alliage est obtenue juste avant la précipitation des plaquettes incohérentes (β) et que le temps de vieillissement et la température sont tous deux déterminants pour les propriétés finales des alliages Al-Si-Mg. Ils ont indiqué que le fait d'augmenter la température de vieillissement de $10^\circ C$ équivaut à augmenter le temps de vieillissement d'un facteur de deux [26]. La figure II.11(a) montre la microstructure de l'alliage A356.0 après une mise en solution à $540^\circ C$ pendant 12 h [28]. Après un vieillissement à $160^\circ C$ pendant 12 h, les particules de Mg_2Si ont été fortement précipitées sous forme de tiges courtes (figure II.12(b)). La densité des précipités de Mg_2Si est contrôlée par la quantité de Mg ajoutée.

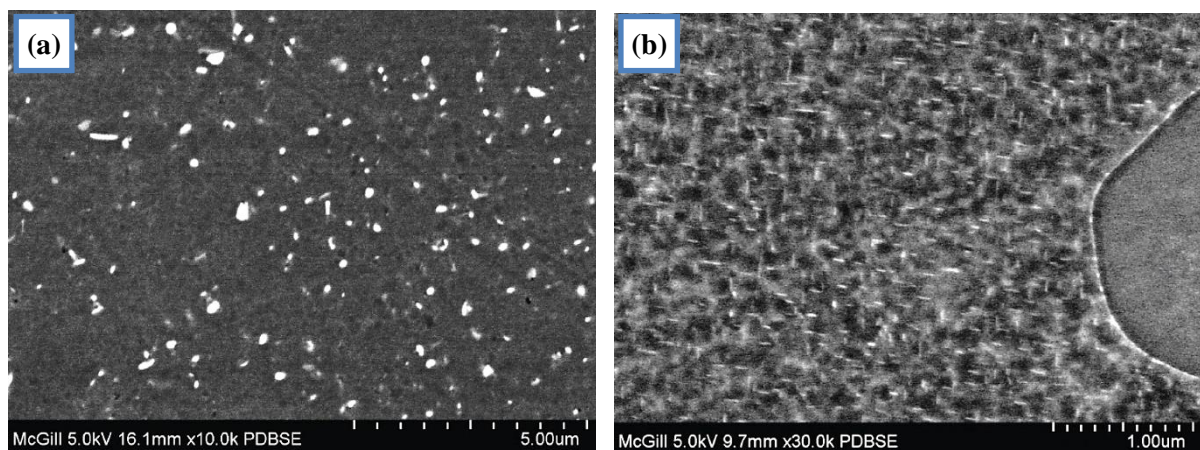


Figure II.11 : Images électroniques rétrodiffusées MEB des précipitations observées dans les barres de traction de l'alliage A356.0 : (a) condition T4 et (b) condition T6.

II.6 Changements microstructuraux dus au traitement thermique

Au cours du traitement thermique de mise en solution, plusieurs changements microstructuraux surviennent. Il s'agit notamment de la fragmentation et la sphéroïdisation du silicium eutectique et de la dissolution des intermétalliques riches en fer.

II.6.1 Sphéroïdisation du silicium eutectique

La sphéroïdisation du silicium eutectique dans les alliages aluminium-silicium de fonderie améliore significativement la limite élastique (L.É), la limite ultime (L.U) et plus particulièrement l'allongement à la rupture (A%). Sans modification, l'eutectique a une forme aciculaire et contient de larges plaquettes de silicium qui détériorent la ductilité de l'alliage.

La mise en solution des pièces coulées entraîne des changements majeurs dans la morphologie des particules de Si. Les particules deviennent moins aciculaires avec l'augmentation du temps de solution et elles sont progressivement sphéroïdisées. Le traitement thermique prolongé conduit à une maturation importante des particules. Il a été rapporté que l'évolution du Si eutectique pendant la mise en solution subit les étapes successives suivantes : (1) la fragmentation, (2) la sphéroïdisation et (3) le grossissement [29]. Ces étapes physiques par lesquelles les particules de la deuxième phase de silicium se développent et grossissent sont appelées "maturation d'Ostwald". Au cours de ce processus, les grosses particules se développent au détriment des particules plus petites. Par conséquent, la taille et l'espacement moyens des particules du silicium augmentent, tandis que le nombre de particules diminue. Cependant, d'autres études remettent en question l'existence de ces étapes distinctes en indiquant des périodes de temps différentes pour chaque étape. Par exemple, Li *et al.* [30] ont montré que la modification par Sr a une influence profonde sur la cinétique de la sphéroïdisation. Dans les alliages A356 modifiés, un degré élevé de sphéroïdisation a été observé après 12 heures de mise en solution, alors que dans les alliages non modifiés, même après 12 heures, les grosses plaquettes de Si demeuraient encore visibles.

Dans les étapes initiales de la mise en solution lors du traitement thermique, les particules du silicium non modifiées, subissent un pelotage et se séparent en segments qui gardent leurs morphologies originales (figure II.12(a)).

La taille moyenne des particules diminue et les segments fragmentés sont éventuellement sphéroïdisés, due à la séparation. La sphéroïdisation et le grossissement (forme globulaire) de l'eutectique du silicium interviennent simultanément lors de la seconde étape. La modification facilite la fragmentation et elle tend à promouvoir le branchement du silicium eutectique. Par conséquent, le taux de sphéroïdisation peut être plus rapide dans les alliages modifiés (figure II.12(b)) [31].

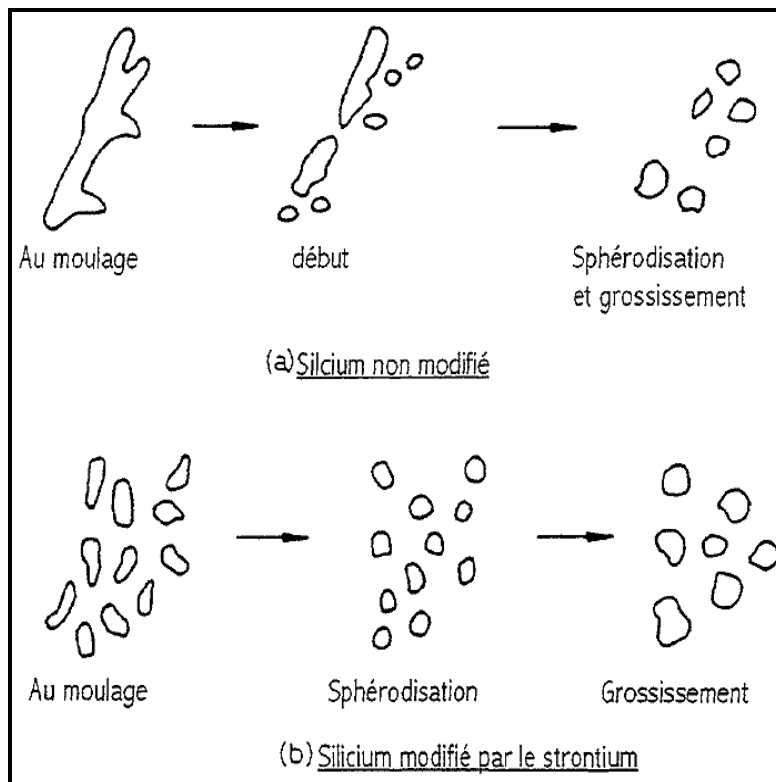


Figure II.12 : Caractérisation schématique des trois étapes de fragmentation, sphéroïdisation et de grossissement de la phase Si.

La figure II.13(a) et (d) montre l'effet du traitement thermique de mise en solution prolongée sur l'évolution morphologique des particules de silicium eutectiques dans les alliages 356 de silicium modifiés et non modifiés par Sr [32]. Cette figure montre que l'évolution des particules de silicium, qui se produit par les mécanismes d'Ostwald, sont plus rapide dans les alliages modifiés que les alliages non modifiés.

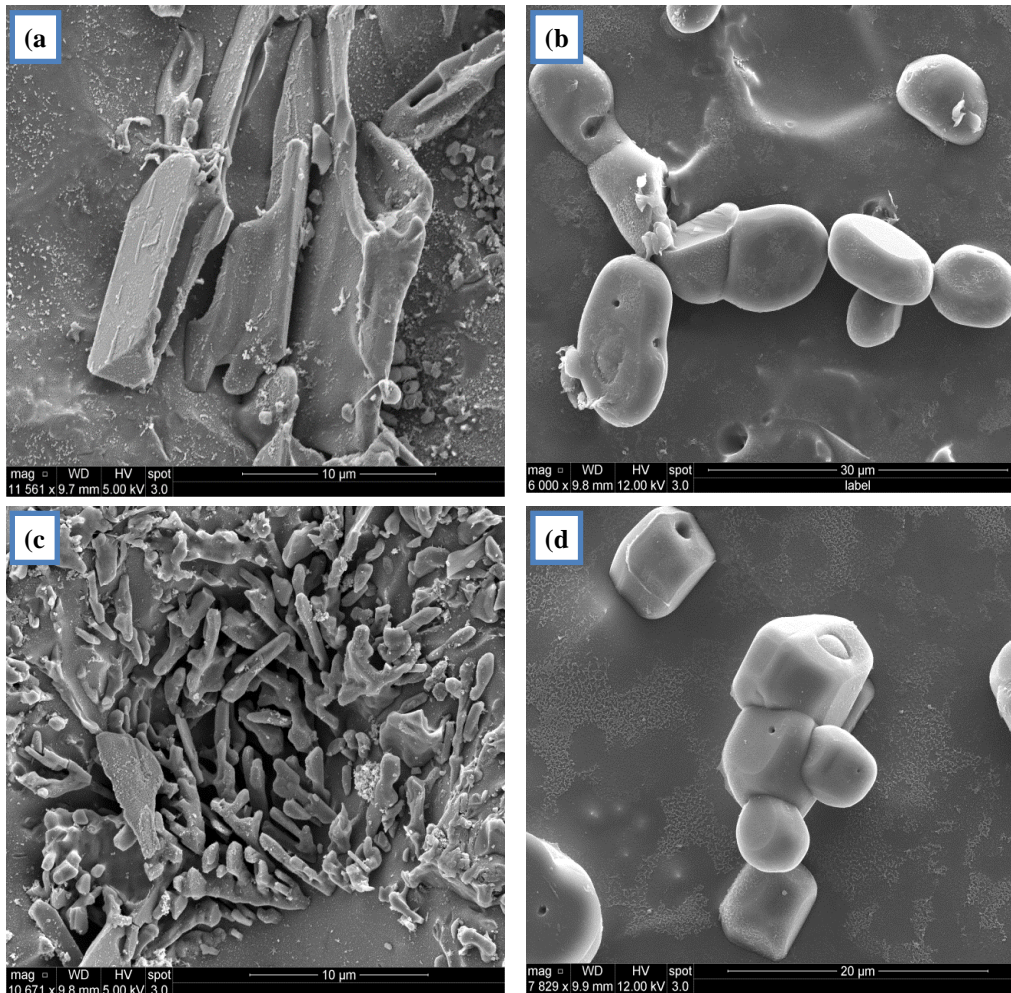


Figure II.13 : Taille et répartition des particules de silicium eutectique dans un alliage 356 attaqué profondément en fonction du traitement thermique de mise en solution : (a) et (c) tel que coulé, (b) et (d) après 200 heures de mise en solution à 550°C; (a) et (b) alliage non modifié, (c) et (d) alliage modifié par le Sr [32].

La microstructure des alliages d'aluminium change toujours de façon significative durant le traitement thermique de mise en solution ; cependant, durant le vieillissement, aucun changement significatif n'a été observé au microscope optique ni au MEB puisque les changements microstructuraux durant le vieillissement consistent principalement de la formation et l'évolution des précipités de Mg_2Si ou Al_2Cu [4].

II.6.2 Dissolution des phases riche en fer

Lors du traitement thermique de la mise en solution, les intermétalliques solubles sont dissous dans la matrice, qui sera sursaturée en soluté après trempe. Seules les phases intermétalliques ayant une solubilité élevée à haute température sont dissoutes. Le facteur principal gouvernant la dissolution des phases intermétalliques est la diffusivité relative des

solutés dans la matrice. En plus de la dissolution et l'homogénéisation, le traitement de mise en solution conduit à une modification des phases qui ne se dissolvent pas complètement dans la matrice. La modification thermique conduit souvent à la fragmentation et à la sphéroïdisation des phases présentes au-delà de leur limite de solubilité.

Le traitement thermique de la mise en solution entraîne la dissolution partielle des intermétalliques riches en fer, comme le montre la figure II.14(a) et (b). La morphologie des intermétalliques riches en fer joue un rôle important dans les performances de la coulée. En général, les arêtes vives des phases intermétalliques riches en fer peuvent servir de sites de concentration des contraintes, ce qui devrait être évité. Cependant, malgré les traitements thermiques prolongés de la mise en solution, la dissolution complète des intermétalliques riches en fer n'est pas possible en raison de la solubilité limitée du fer dans la matrice en aluminium.

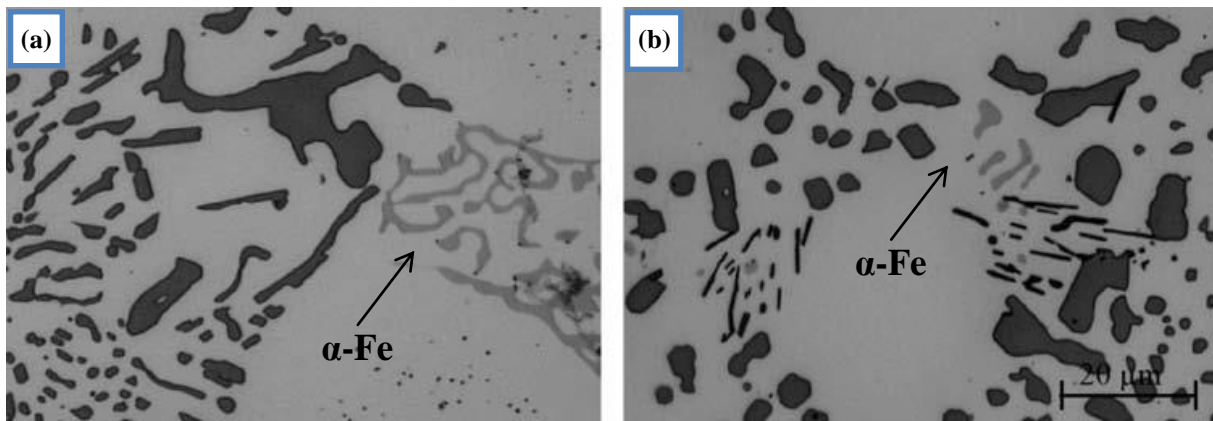


Figure II.14 : Comparaison de la morphologie de la phase α -Fe riche en fer de l'alliage A356 modifié, SDAS de 30 à 45 μm , mise en solution à 538 $^{\circ}\text{C}$ pendant : (a) 30 min et (b) 10 h [4].

Le traitement thermique augmente la résistance mécanique des alliages Al-Si de haute teneur en fer, jusqu'à ce qu'une température de solution critique soit atteinte. Pour la phase β -Fe, l'augmentation de la température de mise en solution de 505 à 515 $^{\circ}\text{C}$ donne une structure plus fine et accélère le processus de fragmentation et de sphéroïdisation. Huit heures de mise en solution à 515 $^{\circ}\text{C}$ se révèlent plus efficace qu'une semaine à 505 $^{\circ}\text{C}$. La mise en solution hors-équilibre par l'application d'une température de supérieure à la température finale de solidification permet de dissoudre 100% du Cu intermétallique alors que pour la mise en solution à température normale, la majorité des phases riches en cuivre demeureraient non dissoutes et ce, même pour des temps prolongés de mise en solution [33].

Narayanan *et al.* [34] ont étudié l'effet du traitement hors-équilibre (figure II.15(a)) sur les alliages de type Al-6%Si-3,5%Cu-0,3%Mg-1%Fe. Ceux-ci ont observé que la phase β -Fe ne montre de changements, ni dans la taille ni dans la forme des particules, à la température 485 °C (traitement thermique à l'équilibre). Cependant, à température élevée de traitement de solution (535 °C), la phase β -Fe prend une forme imposante et sphérique suite à la fragmentation et à la dissolution initiale. La fragmentation et la dissolution de la phase β -Fe augmente avec la température, et est d'autant plus facile lorsque la longueur et l'épaisseur de la phase β -Fe sont initialement plus faibles, c'est-à-dire lorsque le taux de refroidissement est élevé. Comme le montre la figure II.15(b), la solubilité du Fe et Si est supérieure aux points A (défaut de surface) et aux points B (extrémité). Pendant le traitement hors-équilibre, le transport de soluté survient spécifiquement dans ces zones de hautes énergies. Ainsi, les atomes de fer et de silicium sont rejetés vers la matrice d'aluminium et sont remplacés par des atomes d'aluminium. Ce phénomène se poursuit avec la durée du traitement et mène à la fragmentation et la sphéroïdisation de la phase β -Fe.

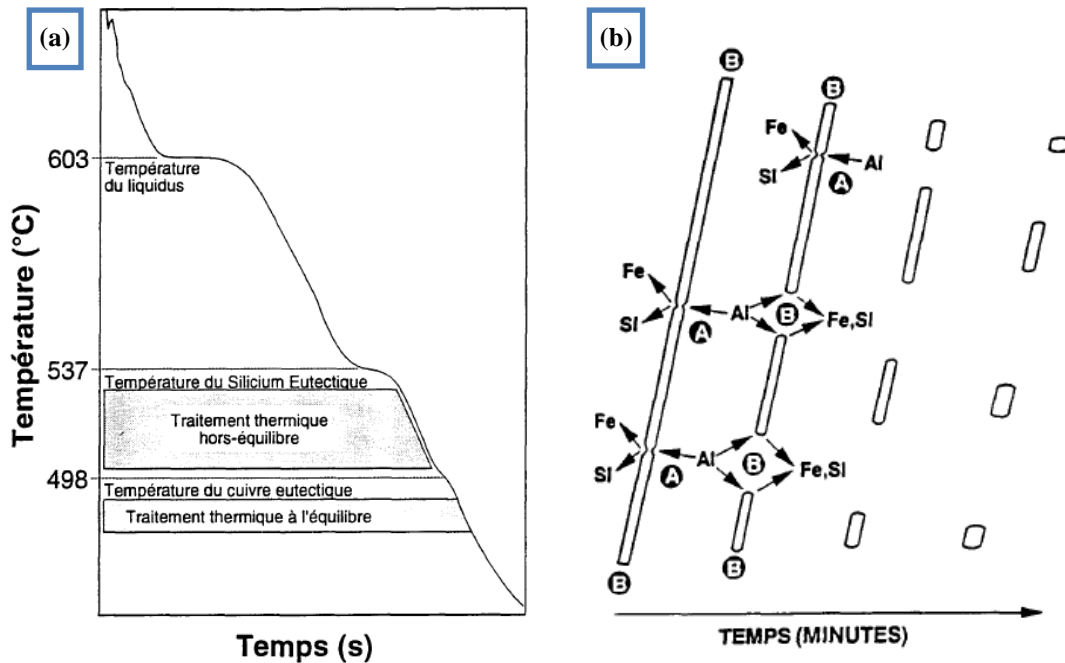


Figure II.15 : (a) Température de la mise en solution à l'équilibre et hors-équilibre d'un alliage Al-Si-Cu, (b) Le mécanisme de fragmentation de la phase β -Fe.

L'effet des différents temps de mise en solution sur la décomposition de la phase π - $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ ont été étudiées par Elsharkawi *et al.* [35] afin d'examiner comment ce type de décomposition affecte la chimie de la matrice elle-même. Après 8 heures de traitement thermique à une teneur de 0,4 % Mg, la phase a montré une décomposition complète sous

forme d'aiguilles fines de phase β -Fe. La phase π , cependant, a montré une décomposition partielle en aiguilles de phase β à des niveaux supérieurs à 0,4%Mg. Ce type de décomposition a été examiné sur de longues périodes de traitement de mise en solution dans des échantillons d'alliage Al-7%Si-0,55%Mg-0,1%Fe obtenus à différents taux de refroidissement afin d'évaluer le mécanisme de décomposition des phases π - β . Les résultats obtenus montrent que la fraction volumique de la phase π -Al₈Mg₃FeSi₆ diminue de manière significative en prolongeant la durée de mise en solution. Une utilisation prolongée de la durée de mise en solution (80 heures) conduit à la décomposition d'une grande quantité de la phase π en aiguilles à la phase β , environ 85%, ce qui permet une légère amélioration des propriétés de traction par rapport au traitement standard. Cette amélioration peut être attribuée à l'augmentation du taux de Mg dans la matrice résultant de la décomposition de la phase π , et qui est alors disponible pour la précipitation du Mg₂Si lors du vieillissement ultérieur.

Wang *et al.* [36] ont trouvé que les phases riches en fer qui subsistent après le traitement de la solution T4 sont principalement des intermétalliques π -Al₈Mg₃FeSi₆ dans les alliages Al-7Si-Mg à haute teneur en magnésium (>0,4 %) ; tandis que dans les alliages à faible teneur en magnésium (\leq 0.4%), elles sont un mélange des particules π -phase et β -Al₅FeSi. ils ont également conclu que pour un traitement thermique de mise en solution à 540°C, la teneur optimale en Mg pour le durcissement par vieillissement est d'environ 0,5%, au-dessus de laquelle l'excès de Mg restera dans les phases π -Al₈Mg₃FeSi₆ qui sont nocives pour les propriétés mécaniques. ils ont également conclu que lorsque les teneurs en Mg dépassent 0,5 %, aucune augmentation apparente de la limite d'élasticité n'est observée, et au-delà de cette teneur, le Mg demeure dans les intermétalliques π -Al₈Mg₃FeSi₆ qui sont nuisibles aux les propriétés mécaniques.

II.7 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques qui comprennent la résistance à la traction, la limite d'élasticité et l'allongement sont les critères habituels pour déterminer l'acceptabilité du matériau après traitement thermique. Ceci est souvent fait en testant des éprouvettes de traction coulées séparées qui accompagnent les pièces tout au long du cycle de traitement thermique. Ces valeurs indiquent de façon très concluante l'acceptabilité de l'alliage utilisé et le procédé du traitement thermique appliqué. Toutefois, il faut faire des précautions, car la différence inévitable de SDAS entre les pièces et les éprouvettes, ainsi que toute autre

différence de procédé, rendra les propriétés obtenues avec des éprouvettes coulées séparément différentes de celles obtenues avec des pièces de production.

La dureté peut être établie comme critère d'acceptation par négociation, mais elle est moins suffisante dans les alliages d'aluminium que dans les autres systèmes métalliques pour le contrôle de la qualité. La dureté de l'aluminium ne correspond qu'approximativement à la limite d'élasticité, et bien que la dureté puisse être considérée comme un indicateur facilement mesurable de l'état du matériau, elle n'est pas assez précise pour servir de valeur limite garantie [4]. Cependant l'évolution de la dureté au cours de vieillissement peut être un bon indicateur non destructif que celle de la limite d'élasticité qui permet de prédire les courbes de vieillissement YS avec un effort expérimental réduit [37].

II.7.1 Effet de la concentration du cuivre et du magnésium sur la dureté

Li *et al.* [38] ont étudié l'influence du Cu sur les propriétés mécaniques et le comportement de précipitation dans les alliages AlSi7Mg0.5 au cours d'un traitement de vieillissement. Dans leur étude, ces auteurs ont utilisé trois alliages de différentes concentrations du Cu. Figure II.16(a) montre l'évolution de la dureté de Vickers des alliages en fonction du temps pendant le vieillissement artificiel à 175 °C. Ils rapportent que la dureté des trois alliages augmente rapidement avec la croissance du temps de vieillissement jusqu'à des valeurs maximales situées dans l'intervalle de 6 à 9 heures. Le pic de dureté de l'alliage Al-Si7Mg augmente également avec l'augmentation de la teneur du Cu dans les alliages. Ils rapportent aussi que la densité des précipités β'' a augmenté lorsque Cu a été ajouté. Quelques précipités Q' précurseurs de la phase Q et la phase θ' -Al₂Cu ont été également observés dans les alliages de haute concentration de Cu. L'amélioration de la dureté et par conséquent les propriétés mécaniques de l'alliage AlSi7Mg par addition de Cu est donc due à l'augmentation de la densité des précipités β'' , la précipitation des précurseurs de la phase Q et la précipitation de la phase θ' -Al₂Cu pour les alliages à haute teneur de Cu.

Dans la figure II.16(a), l'alliage avec à 1,0% Cu montre une réponse plus rapide du pic durcissant après un vieillissement de 30 minutes que l'alliage à 0,0% Cu. Cependant, les trois alliages atteignent le pic du durcissement au même temps de vieillissement.

Lorsqu'il est présent en combinaison avec du Cu et/ou du Si, le Mg est également un additif d'alliage très efficace pour les alliages d'aluminium, bien que dans les alliages AlSi9Cu3(Fe) de type 380 il soit souvent limité à moins de 0,3%, et même inférieur à 0,1% pour certaines variantes. Même de petites quantités peuvent avoir un effet profond. Par

exemple, il existe des différences significatives en réponse au durcissement par vieillissement à 150°C entre les alliages qui ont été mis en solution pendant 15 minutes à 490°C, contenant 0,1 % de Mg et ceux contenant des teneurs plus élevées telles que 0,2-0,3 % de Mg [39] (figure II.16(b)). Cependant, d'après la littérature [23], il n'y a pas d'autres changements si la teneur en Mg est portée à 0,7%. La courbe de vieillissement de l'alliage 2 dans la figure II.16(b) indique que l'augmentation de la teneur en magnésium de 0,1% à 0,3% provoque le phénomène de durcissement rapide. Ce durcissement rapide a été attribué à la formation de la phase L, qui est un précurseur du précipité d'ordre supérieur de la phase Q'.

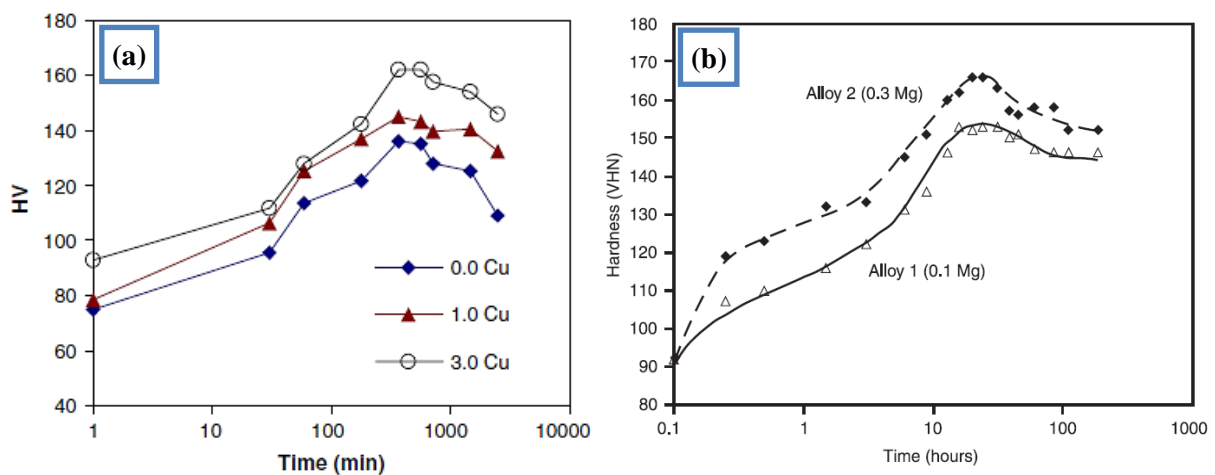


Figure II.16 : Evolution de la dureté en fonction du temps de vieillissement pour des alliages à différente concentration: (a) de Cu pendant le vieillissement à 175°C, (b) de Mg pendant le vieillissement à 150°C.

II.7.2 Évolution de la dureté en fonction du temps du vieillissement

Les propriétés de vieillissement artificiel des alliages d'aluminium peuvent être étudiées en fonction du temps ou de la température. La figure II.17 présente l'évolution de la dureté Brinell en fonction du temps pour différentes températures de vieillissement. Les températures de vieillissement utilisées sont comprises entre 22 et 250 °C. Dans cette figure, Rometsch et Schaffer [40] ont montré que si une température élevée est utilisée, le temps de vieillissement peut être raccourci. Par exemple, le temps nécessaire de vieillissement pour atteindre la dureté maximale est d'environ 10 heures à 170 °C, alors qu'il n'est que de 20 minutes à 210 °C. Si la température est augmentée au-dessus de 210 °C, une diminution de la dureté est observée. Cette diminution du pic de durcissement pourrait être due au changement des précipités de durcissement. Selon Sjölander *et al.* [41], à des températures supérieures à 200°C, la phase β'' est remplacée par la phase β' , ce qui contribue à la réduction de la résistance.

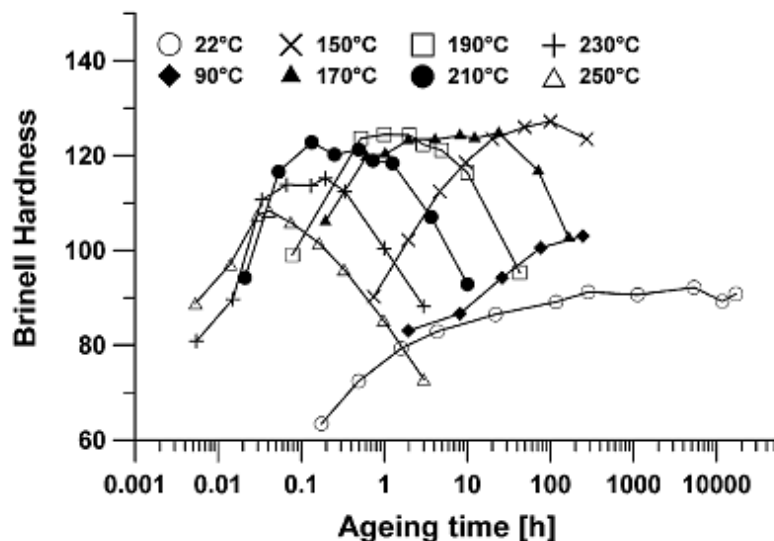


Figure II.17 : Les courbes d'évolution de la dureté en fonction du temps de vieillissement de l'alliage A357 à différentes températures de vieillissement artificiel comprises entre 22 et 250°C.

L'évolution de la dureté des alliages de haute pureté Al-Si-Mg et Al-Si-Cu en fonction du temps du vieillissement a été étudiée par Abbott [42]. Les résultats, présentés dans la figure II.18(a) et (b), montrent que les alliages Al-14.5wt%Si-0.65wt%Mg traités thermiquement en solution à 510°C atteignent leur dureté maximale (environ 118 HV) après environ 8 heures à 165°C. Les alliages d'Al-14,5%Si-2%Cu atteignent leur dureté maximale (environ 88 HV) après environ 4 heures à 220°C et après 8 heures à 205°C. Dans les alliages Al-14,5%Si-0,65%Mg, une partie de la phase Mg_2Si a été trouvée non dissoute et se sphéroïde rapidement. Par contre, dans les alliages d'Al-14,5%Si 2%Cu, les particules de Al_2Cu se sont complètement dissoutes pendant le traitement thermique de mise en solution. Pour la même température de mise en solution à 510°C suivi de 8 heures de vieillissement artificiel, les pics de durcissement des alliages Al-Si-Cu et Al-Si-Mg ont été obtenus après les températures de vieillissement de 165°C et 205°C, respectivement. La dureté au pic de durcissement des alliages Al-Si-Mg est environ 27% supérieure au pic de durcissement des alliages Al-Si-Cu. Ces résultats montrent que les alliages Al-Si-Mg avec 0,65% Mg ont une bonne réponse de durcissement structural par rapport aux alliages Al-Si-Cu avec 2% Cu.

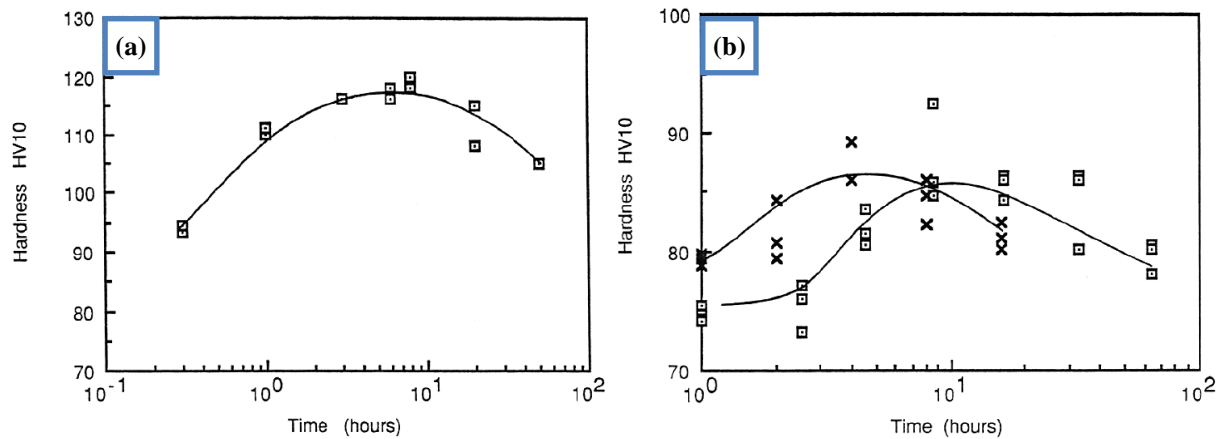


Figure II.18 : Evolution de la dureté Vickers en fonction de la durée de vieillissement (h): (a) à 165°C pour l'alliage Al-14,5%Si 0,65%Mg, (b) à 205°C (carrés) et 220°C (croix) de l'alliage Al-14,5%Si-2%Cu.

Références bibliographiques

- [1] A.S.M. International, C. Handbook, ASM handbook. Volume 2, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, 1990.
- [2] G. Murry, Aide-mémoire Métallurgie : Métaux • Alliages • Propriétés, 2^e édition; Dunod, Paris, France, 2010.
- [3] P. Poupeau, Traitements thermiques des métaux et alliages, technique de l'ingénieur, M 1105, 1–14.
- [4] ASM International, ASM Handbook. Volume 15: casting, 2008.
- [5] D. Gagnon, Effets des paramètres métallurgiques sur la microstructure, la macrostructure et la performance des alliages 319, 356 et 413, thèse présenté comme exigence partielle de la maîtrise en ingénierie, université du Québec à Chicoutimi, Canada, 2005.
- [6] É. Villeneuve, Les traitements thermiques des alliages d'aluminium, Le Feuillard technique, Centre québécois de recherche et de développement de l'aluminium, Chicoutimi (Québec), 1–7. <http://cqrda.ca/feuillard.php>
- [7] C. Moreau, Effets des éléments alliés et de la trempe, lors des traitements thermiques T4 et des vieillissements artificiels, sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages aluminium-silicium de type 413, thèse présenté comme exigence partielle de la maîtrise en ingénierie, université du Québec à Chicoutimi, Canada, 2004.
- [8] H. Farh, Etude de l'évolution de la microstructure et des propriétés thermomécaniques d'une série d'alliages AlMgSi, thèse de doctorat, Université Larbi Ben M'hidi d'Oum-El-Bouaghi, Algérie, 2012.
- [9] V. Castelhana, Etude des différents techniques induisant le durcissement des alliages d'aluminium les plus courants en particulier évolution des microstructures et des propriétés mécaniques, document pour examen probatoire, centre régional de Compagne-Ardenne, France, 2001.
- [10] R. Develay, Traitements thermiques des alliages d'aluminium, Techniques de

- l'ingénieur, M 1290.
- [11] J. Wiley, *Fundamentals of Materials Science and Engineering An Interactive*, New York, USA, 2001.
- [12] F.H. Samuel, Incipient melting of $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Si}_6\text{Cu}_2$ and Al_2Cu intermetallics in unmodified and strontium-modified Al-Si-Cu-Mg (319) alloys during solution heat treatment, *Journal of Materials Science* 33, 1998, 2283-2973.
- [13] A.M. Samuel, J. Gauthier, F.H. Samuel, Microstructural Aspects of the Dissolution and Melting of Al_2Cu Phase in Al-Si Alloys during Solution Heat Treatment, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27A, 1996, 1785-1798.
- [14] J.H. Sokolowski, M.B. Djurdjevic, C.A. Kierkus, D.O. Northwood, Improvement of 319 aluminum alloy casting durability by high temperature solution treatment, *J. Mater. Process. Technol.* 109, 2001, 174–180.
- [15] J.H. Sokolowski, X.C. Sun, G. Byczynski, D.O. Northwood, The removal of copper-phase segregation and the subsequent improvement in mechanical properties of cast 319 aluminum alloys by a two-stage solution heat treatment, *J. Mater. Process. Technol.* 53, 1995, 385-392.
- [16] D. Yang, Role of magnesium addition on the occurrence of incipient melting in experimental and commercial Al-Si-Cu alloys and its influence on the alloy microstructure and tensile properties, Université du Québec à Chicoutimi, Canada, 2006.
- [17] J. Gauthier, P.R. Louchez, F.H. Samuel, Heat treatment of 319.2 aluminium automotive alloy Part 1, Solution heat treatment, *Cast Metals*, 8:2, 1995, 91-106
- [18] J. Gauthier, P. R. Louchez & F. H. Samuel, Heat treatment of 319.2 aluminium automotive alloy Part 2, Ageing behaviour, *Cast Metals*, 8:2, 1995, 107-114
- [19] J. Gauthier, Effet du traitement thermique sur les propriétés mécaniques, la microstructure et la fractographie pour l'alliage Al-Si-Cu-Mg, thèse présentée comme exigence partielle de la maîtrise en ingénierie, université du Québec à Chicoutimi, Canada, 1994.
- [20] M. Stucky, Traitements thermiques des alliages d'aluminium - Matériels et recommandations, *Techniques de l'ingénieur*, M 1290v2, 2012.
- [21] B. Dubost, P. Sainfort, Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, *Techniques de l'ingénieur*. M 240, 2012.
- [22] J.G. Kaufman, E.L. Rooy, *Aluminum Alloy Castings: Properties, Processes, and Applications*, 2004.
- [23] R. Lumley, *Fundamentals of aluminium metallurgy: Production, processing and applications*, Cambridge, UK, 2011.
- [24] H.R. Ammar, A.M. Samuel, F.H. Samuel, S.Mg, Aging behavior of 359-type Al-9%Si-0.5%Mg casting alloys, *J. Mater. Sci.* 47:1331–1338, 2012.
- [25] S.K. Chaudhury, D. Apelian, P. Meyer, D. Massinon, J. Morichon, Microstructure and Mechanical Properties of Heat-Treated B319 Alloy Diesel Cylinder Heads, *Metall. Mater. Trans. A*. 46A, 2015, 3276-3286.
- [26] M.H. Jacobs, The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al-Mg-Si alloy, *Philosophical Magazine*, 26:1, 1972, 1-13.
- [27] A.M.A. Mohamed, F.H. Samuel, A Review on the Heat Treatment of Al-Si-Cu/Mg

- Casting Alloys, *Conv. Nov. Appl.*, 2012, 55-72. <http://cdn.intechopen.com/pdfs-wm/39389.pdf>.
- [28] F.I. Mohamed, M.H. Abdelaziz, H.W. Doty, S. Valtierra and O. Access, Effect of Microalloying Elements on the Heat Treatment Response and Tensile Properties of Al-Si-Mg Alloys, Chapter 1: Solidification, <http://dx.doi.org/10.5772/intechopen.70665>.
- [29] D.A. Lados, D. Apelian, L. Wang, Solution Treatment Effects on Microstructure and Mechanical Properties of Al-(1 to 13 pct)Si-Mg Cast Alloys, *Metallurgical And Materials Transactions B*, 42 B, 2011, 171–180.
- [30] H.J. Li, S. Shivkumar, X.J. Luo, D. Apelian, B.H.J. Li, S. Shivkumar, X.J. Luo, D. Apelian, Influence of Modification on the Solution Heat-treatment Response of Cast Al-Si-Mg Alloys, *Cast Metals*, 1988, 1:4, 227-234.
- [31] F. Paray, J.E. Gruzleski, Modification - a Parameter to Consider in the Heat Treatment of Al-Si Alloys, *Cast Metals*, 1992, 5:4, 187-198.
- [32] M.H.A. Abdelaziz, Microstructural and mechanical characterization of transition elements containing Al-Si-Cu-Mg alloys for elevated temperature applications, université du Québec à Chicoutimi, Canada, 2018.
- [33] C. Villeneuve, Neutralisation et dissolution des intermétalliques de fer dans les alliages Al-Si, université du Québec à Chicoutimi, Canada, 1998.
- [34] L.A. Narayanan, F.H. Samuel, J.E. Gruzleski, Dissolution of iron intermetallics in Al-Si Alloys through nonequilibrium heat treatment, *Metall. Mater. Trans. A*, 26, 1995, 2161–2174.
- [35] E.A. Elsharkawi, E. Samuel, A.M. Samuel, F.H. Samuel, Effects of Mg, Fe, Be additions and solution heat treatment on the π -AlMgFeSi iron intermetallic phase in Al-7Si-Mg alloys, *J Mater Sci*, 2010, 45:1528–1539.
- [36] Q.G. Wang, Solidification and precipitation behaviour of Al-Si-Mg casting alloys, *Journal Of Materials Science* 36, 2001, 739–750.
- [37] B. Barlas, Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie, thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, 2004.
- [38] Y.J. Li, Influence of Cu on the mechanical properties and precipitation behavior of AlSi7Mg0.5 alloy during aging treatment, *Scripta Materialia* 54, 2006, 99–103.
- [39] R.N. Lumley, R.G.O. Donnell, D.R. Gunasegaram, M. Gershenzon, A.C. Yob, I.J. Polmear, The role of alloy composition in the heat treatment of aluminium high pressure die castings, *Sci. Technol.* 26:2, 2008, 0–9.
- [40] P.A. Rometsch, G.B. Schaffer, An age hardening model for Al-7Si-Mg casting alloys, *Mater. Sci. Eng. A*, 325, 2002, 424–434.
- [41] E. Sjölander, S. Seifeddine, The heat treatment of Al-Si-Cu-Mg casting alloys, *Journal of Materials Processing Technology*, 210, 2010, 1249–1259.
- [42] T.B. Abbott, Properties of high silicon-aluminium alloys, thèse de doctorat, Monash University, Clayton, Victoria, Australia, 1987.



Chapitre III

Procédés, matériaux et techniques de caractérisation

Chapitre III : Procédés, matériaux et techniques de caractérisation

III.1 Introduction

Dans cette étude, on cherchera dans une première partie à déterminer l'influence des procédés de coulée d'un alliage Al-Si-Cu-Mg coulé par gravité en sable et coulé sous pression (HPDC). L'objectif est de fournir une étude comparative sur la variation de la microstructure et des propriétés mécaniques des alliages tels qu'ils sont coulés par ces deux procédés.

Dans la deuxième partie, nous nous intéressons plus particulièrement au développement des propriétés des alliages d'aluminium en fonction de la composition chimique (éléments additifs), au traitement thermique du vieillissement T6 et à l'identification des phases responsables de durcissement structural. Parmi ces alliages, nous avons choisi deux types d'alliages Al-Si-Cu et Al-Si-Mg avec des additions simples de 0.3% de cuivre et 0.6% de magnésium, respectivement.

Ce chapitre présente les matériaux d'étude, les techniques et les conditions expérimentales qui ont permis de caractériser la microstructure des alliages d'aluminium Al-Si-Cu-Mg, Al-Si-Cu et Al-Si-Mg tels que coulés et après traitements thermiques.

Nos travaux et investigations ont été réalisés en collaboration avec les laboratoires et les entreprises suivantes :

- Laboratoire des Matériaux Semi-conducteur et Métalliques (LMSM), laboratoire de Métallurgie et au laboratoire du RX et MEB de l'université Mohamed Kheider de Biskra.
- Laboratoire des Composants Actifs et Matériaux (LCAM), Université d'Oum El Bouaghi.
- Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux et Métallurgie (ID2M) de l'Institut des Matériaux Jean Rouxel (IMN UMR 6502), École d'ingénieurs de l'université de Nantes - France.

- Fonderie aluminium de l'entreprise de fabrication des moteurs et des tracteurs ETRAG (Entreprise des TRacteurs AGRicoles) Ex-(CMT) de Constantine.
- Fonderie DEJOIE, Filiale du groupe LEMER (fonderie d'alliages à bas point de fusion) à Nantes – France.

III.2 Elaboration des Alliages étudiés

La fusion du métal s'est faite dans un four à gaz de production, se basculant de l'avant vers l'arrière, comportant un creuset en graphite. La charge du four est composée par des lingots neufs et d'un mélange de jets de retour (masselottes, événements, trous et canaux de coulée, pièces défectueuses et rebutées...etc.).

Une fois la masse en fusion totale est devenue liquide, elle est ramenée à la température de 720 °C et maintenu pendant 30 minutes pour assurer une homogénéisation complète. Les pièces ont été moulées manuellement par gravité dans des moules en sable ou en métal, ainsi que sous pression dans des machines à pression hydrauliques.

III.2.1 Moulage au sable

Le moulage au sable est composé de deux demi-empreintes laissées par le modèle dans le sable tassé; ce sable est un mélange de silice d'argile et d'eau. Il est directement réutilisable après avoir été convenablement humidifié, aéré et tamisé. L'argile humidifiée sert de liant entre les grains de silice de granulométrie bien déterminée. Il est de couleur brun - jaune lorsqu'il est neuf, mais il se colore très rapidement en noir au contact du métal chaud, d'où l'appellation de sable noir. Pour faire un moule, on utilise généralement deux plaques modèles et deux châssis sur la plaque modèle de façon que celle-ci laisse son empreinte dans le sable. On ferme ensuite le moule par l'assemblage des deux châssis et on remplit avec du métal en fusion pour obtenir la pièce par gravitation.

III.2.2 Moulage en coquille

Dans ce mode de moulage, le moule est métallique ; il se compose de deux chapes séparées par un plan de joint. On chauffe ces deux chapes à une température $\geq 250^{\circ}\text{C}$, pour que le métal remplisse toute l'empreinte. Pour faciliter l'opération de démoulage et éviter que l'alliage liquide ne colle aux parois des moules après sa solidification, on procède à une opération de poteyage, en couvrant les deux demies empreintes d'une couche de poudre. On remplit enfin les moules avec du métal en fusion pour obtenir la pièce. La figure III.1(a)

montre une image d'une coquille mécanisée ouverte de l'entreprise ETRAG pour séries moyennes de production, composée d'une semelle portant deux chapes, séparées par des joints verticaux aux surfaces finement striées. Outre la forme en creux de la pièce à réaliser, elle comprend les canaux de coulée et les masselottes.



Figure III.1 : (a) Coquille ouverte, (b) coquille fermée.

III.2.3 Moulage sous pression

Le four utilisé pour fondre l'aluminium pour la coulée sous pression est un four à creuset de fusion et de maintien d'une capacité de 240 kg chauffés grâce aux gaz de combustion (voir figure III.2). La quantité fondue dans le four a été maintenue dans le même four à une température de 680 ± 20 °C pendant une durée minimale d'une demi-heure pour assurer l'homogénéisation de l'alliage.

A l'aide d'une louche, le fondeur puise l'alliage dans le four en essayant d'écarter la peau d'oxyde de surface avant de remplir la louche. Ainsi, l'alliage contenu dans la louche ne contient pas d'oxyde en surface et à cœur. Mais, une nouvelle peau d'oxyde aspire à se reformer spontanément à la surface pendant le déplacement de la louche vers le piston. La température de l'alliage décroît assez rapidement. Il faut donc remplir le moule rapidement afin de garantir une température suffisante de l'alliage. Mais un remplissage trop rapide peut provoquer un écoulement excessivement turbulent dans le moule. Ce qui peut emprisonner de l'air par exemple. D'où la nécessité de trouver un compromis entre rapidité de remplissage et moindres turbulences de l'écoulement.



Figure III.2 : Four de maintien utilisé lors des coulées sous pression à ETRAG.

La presse de moulage utilisée pour la coulée des pièces à ETRAG est une machine sous pression à chambre froide. Cette machine est une presse industrielle de modèle TRIULZI. La presse possède une force de fermeture de 500 Tonnes. La figure III.3(a) présente cette presse lors d'un changement de son moule. La figure III.3(b) présente le moule utilisé pour la coulée des pièces étudiées.

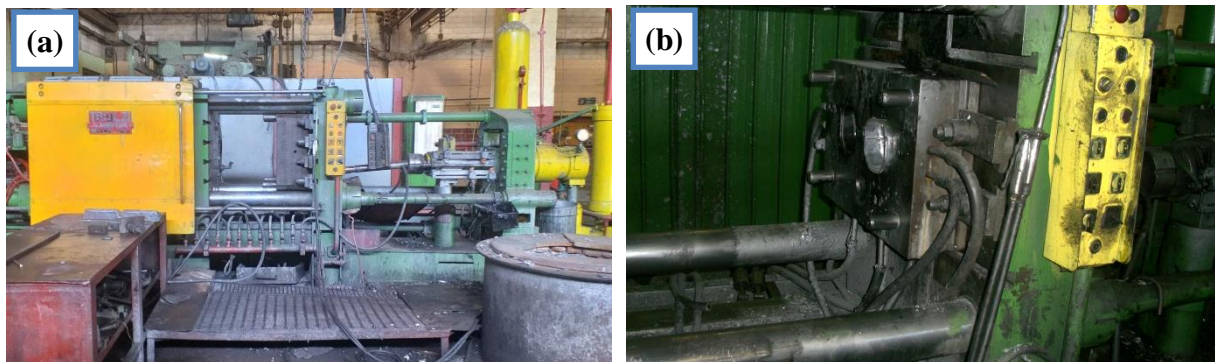


Figure III.3 : La presse sous pression TRIULZI et (b) le moule utilisé pour la coulée sous pression.

III.3 Matériaux étudiés

Les matériaux étudiés sont gracieusement fournis par les deux fonderies ETRAG à Constantine et DEJOIE en France. Il s'agit des alliages Al-Si12-Cu et Al-Si12 qui ont été élaboré par la fonderie ETRAG dans des états tels que coulés en sable, en coquille et sous pression, alors que l'alliage Al-Si7-Mg était livré par la fonderie DEJOIE sous forme d'alliage tel que coulé en coquille.

Les compositions chimiques des alliages fournies étant qualitatives, nous avons donc procédé à une analyse des pièces coulées à l'aide d'un spectromètre d'émission optique

(modèle SOLARIS CCD PLUS) de l'entreprise ETRAG. Le but est de déterminer la composition exacte des principaux éléments d'addition de chaque alliage. Pour déterminer la composition chimique finale des alliages avec précision, au moins 5 mesures ont été effectuées par le spectromètre d'émission optique SOLARIS CCD PLUS pour chaque alliage. Le tableau III.1, montre les concentrations exactes mesurées du lingot utilisé dans la première étude.

Élément	Si	Cu	Fe	Mg	Mn	Cr	Zn	Ti	Pb	Sn	Al
Pourcentage massique (%)	10,65	0,80	0,76	0,23	0,16	0,02	0,09	0,04	0,03	0,004	Bal.

Tableau III.1 : Résultats de l'analyse chimique du lingot tel que délivré (% en masse).

Le tableau III.2 présente les résultats de l'analyse chimique des alliages Al-12Si-Cu et Al-7Si-Mg utilisés dans la deuxième partie d'étude, qui seront désignés dans le présent document par les lettres E1 et E2, respectivement.

Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	V	Al
E1	10.85	0.687	0.310	0.266	0.030	0.053	0.003	0.216	0.053	0.017	Bal.
E2	6.50	0.032	0.005	0.007	0.652	0.004	0.019	0.098	0.243	0.014	Bal.

Tableau III.2 : Résultats de l'analyse chimique des alliages E1 et E2 (% en masse).

La morphologie dendritique classique « forme d'un arbre » se produit lorsque le taux de solidification est faible, comme dans le cas de la coulée en sable ou en coquille. En présence d'une solidification rapide, comme dans le cas de la coulée sous pression, la phase α -Al présente principalement une géométrie globulaire équiaxe non homogène. Dans ce procédé, les dendrites α -Al peu ramifiées sont dues à la surfusion importante gouvernant l'ensemble du processus de solidification non équilibré, ce qui provoque le déplacement de la ligne eutectique du diagramme d'équilibre vers les plus basses températures [1]. La formation de la couche superficielle fine, connu par « skin layer », et la formation des cristaux solidifiés à l'extérieur de la cavité dans la chambre d'injection (ESCs : Externally Solidified Crystals) donnent une morphologie de dendrites complètement différente et déformée de la forme classique. Par conséquent, la SDAS dans la coulée sous pression est très difficile à déterminer.

Il a été rapporté que le coefficient de transfert de chaleur élevé entre la masse fondue et les régions adjacentes de la paroi du moule forme une couche superficielle fine dans la microstructure des pièces coulées sous pression et qui sont généralement affectée par la vitesse du débit de fluide injecté [2]. Gourlay *et al.* [3] ont examinés la formation de la couche

superficielle, les cristaux solidifiés à l'extérieur de la cavité et les défauts des bandes dans les alliages Mg-Al et Al-Si. Ils ont démontré que les cristaux solidifiés des grains α -Al à l'extérieur dans la chambre d'injection sont beaucoup plus gros que les grains solidifiés dans la cavité et sont souvent situés au centre de la section transversale de la microstructure finale. Ils ont également montré que les défauts de bandes se trouvent généralement dans les alliages Mg-Al (AM60, AZ91D), mais pas dans les alliages Al-Si (AlSi7Mg). Laukli *et al.* [4] ont étudié les effets de la teneur en Si sur la formation des bandes de défauts. Ils ont constaté que la nature des bandes de défauts passe de bandes étroites bien définies à faible teneur en Si (AlSi3) à des bandes floues et plus larges qui n'apparaissent pas clairement à forte teneur en Si (AlSi11).

En raison de la formation d'une zone plus fine à la surface des pièces coulées sous pression, toutes les images de microstructure et les mesures de dureté de la première partie d'étude ont été prises dans des zones éloignées de cette dernière, comme montré dans la figure III.4(a). Pour la deuxième partie d'étude, les échantillons ont été coulés manuellement par gravité en coquille dans un moule métallique préchauffé à 250 C. Le moule de la coquille a une cavité cylindrique de section 10 mm de diamètre, comme le montre le schéma dans la figure III.4 (b). Les microstructures des échantillons obtenues par la coulée par gravité en coquille ont une structure homogène et un espacement uniforme entre les bras dendritiques secondaires.

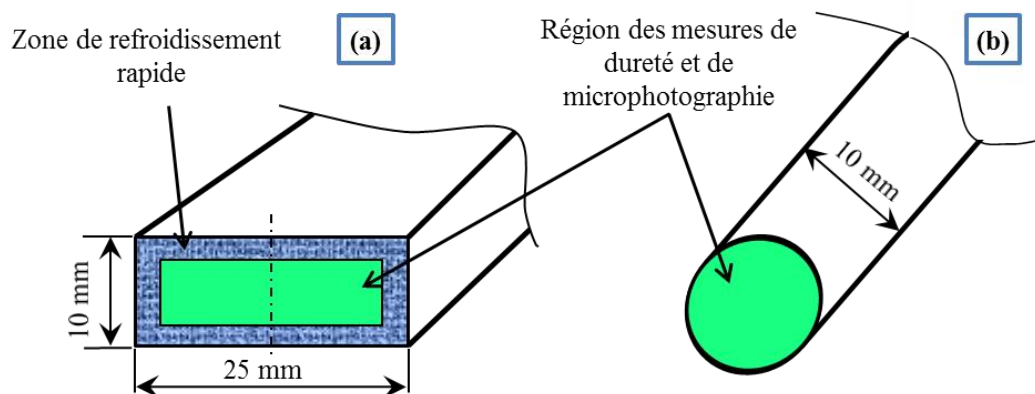


Figure III.4 : Schémas de la section transversale des pièces étudiées : (a) pour la coulée en sable et sous pression, (b) pour la coulée en coquille montrant les zones où les mesures de dureté et les examens microstructuraux ont été effectués.

III.4 Traitements thermiques

Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium dépendent de nombreux facteurs, notamment la composition de l'alliage, le procédé de la coulée, la vitesse de refroidissement, la présence d'intermétalliques de fer et la teneur de Si. La composition de l'alliage seule n'est pas suffisante pour conférer au matériau les propriétés mécaniques requises pour les applications industrielles, c'est pourquoi on a recours à des traitements thermiques, qui, selon les cas, produisent un adoucissement ou un durcissement, ainsi que des changements de comportement vis-à-vis de la résistance, la fatigue, le fluage et l'allongement.

La résistance de l'alliage est principalement liée à la teneur en (Mg + Cu) et au traitement thermique, qui influencent le renforcement des précipitations et la fraction volumique des intermétalliques de durcissement riches en Cu et Mg [5]. Les effets du traitement thermique sur les microstructures et la dureté des alliages Al-Si-Cu et Al-Si-Mg contenant de petites quantités ajoutées de cuivre et de magnésium ont été étudiés afin de déterminer la dureté maximale des alliages par ajustement des temps de traitements thermiques de mise en solution et de vieillissement.

Les traitements thermiques sont appliqués dans l'industrie dont le premier but est de dissoudre certains composés intermétalliques, qui se forment lors de la solidification, tels que les intermétalliques θ -Al₂Cu, M-Mg₂Si, Q-Al₅Cu₂Mg₈Si₆, π -Al₈FeMg₃Si₆. Ainsi, la mise en solution permet, après dissolution de ces composés, de libérer les éléments Cu et Mg susceptibles de former des phases de durcissement structural telles que Mg₂Si et Al₂Cu lors du traitement de vieillissement. Dans la suite, nous présentons les trois étapes du traitement thermique de vieillissement T6 qui fait l'objet de cette étude.

III.4.1 Mise en solution

Le but principal de la mise en solution (MES) est d'obtenir une solution solide sursaturée ; cependant, une température de solution plus élevée pourrait entraîner la fusion naissante des phases Al₂Cu dans les alliages Al-Si-Cu. Ce phénomène a été étudié par Samuel [6] pour les alliages Al-Si-Cu-Mg. Les résultats ont montré que dans les alliages à faible teneur en magnésium (0,04 % en poids de Mg), la phase θ -Al₂Cu fond à 540 °C. L'augmentation de la teneur en magnésium (0,5 % en poids de Mg) réduit la température de fusion initiale de la phase Q-Al₅Mg₈Si₆Cu₂ à 505 C. Jarfors *et al.* [7] ont rapporté que pour éviter la fusion des joints de grains, la température de mise en solution des alliages Al-Si-Cu devrait être limitée à 525 C pour 1% Cu et à 495 C pour plus de 2% Cu. Les auteurs ont

également montré que les alliages Al-Si-Mg permettent des températures de mise en solution supérieures que les alliages Al-Si-Cu-Mg.

Pour nos deux alliages Al-Si-Cu et Al-Si-Mg, les pièces moulées obtenues à partir de la coulée en coquille ont été soumises à un traitement thermique de mise en solution. Les échantillons de l'alliage Al-Si-Cu ont été mis en solution à deux températures 500°C et 525°C, tandis que les échantillons de l'alliage Al-Si-Mg ont été mis à une température unique 525°C. Les échantillons des deux alliages ont été mis en solution pendant plusieurs temps de maintien 5, 15, 30, 60, 120, 240, 480 et 960 minutes.

Le choix de tous ces temps de maintien a pour but de déterminer les meilleurs temps de mise en solution pour les applications typiques de ces alliages. Le temps de maintien optimal doit être suffisant pour que le silicium, présent dans les espaces interdendritiques, se diffuse équitablement dans le matériau d'une part, et d'autre part pour permettre aux composés intermétalliques de se dissoudre afin de renforcer les matériaux par le mécanisme de durcissement lors du vieillissement ultérieur.

III.4.2 Trempe

Le traitement de mise en solution doit être systématiquement suivi d'une trempe à l'eau. Afin de réduire les champs de contraintes à l'intérieur du matériau, on peut chauffer l'eau de trempe à une température avoisinant les 70 °C. Concernant nos échantillons, ils ont subi une trempe à l'eau froide à 25°C. Le délai entre la fin du traitement de mise en solution et la trempe est inférieur à 7 secondes. Pour assurer l'uniformité des propriétés, les échantillons ont été agités durant la trempe.

III.4.3 Revenu

Appelé aussi traitement de vieillissement artificiel. Il est considéré comme l'étape finale et fondamentale du durcissement structural dans le développement des propriétés des alliages d'aluminium. Le vieillissement artificiel se produit généralement à une température comprise entre 120 et 220 °C [8], et sa réponse dépend principalement du degré de sursaturation du Mg et du Cu, les principaux paramètres censés contrôler les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium, dans la matrice α -Al après la mise en solution [9].

Un vieillissement artificiel a été réalisé à 210 °C pendant un temps allant de 10 min à 50 h, c'est-à-dire pour les temps de vieillissement suivants : 10, 20, 40, 60, 120, 240, 480, 720, 1200, 1800 et 3000 min. Ce traitement est effectué directement aux échantillons ayant subi une mise en solution suivie d'une trempe.

Pour les différents traitements thermiques de mise en solution et de vieillissement, deux types de fours ont été utilisés. Un four tubulaire RT 50-250/13 a été utilisé pour la mise en solution (Figure III.5(a)). Grâce au réglage variable de l'angle d'inclinaison et de la hauteur de travail, ce four permet de procéder à la trempe, à l'issue du traitement de mise en solution. Ce four à résistance électrique peut aller jusqu'à 1400°C. Pour le vieillissement un four de Linn High Therm de modèle LM-312 a été utilisé (Figure III.5(b)). La température de fonctionnement max. de ce four varie entre 1200°C et 1340°C.

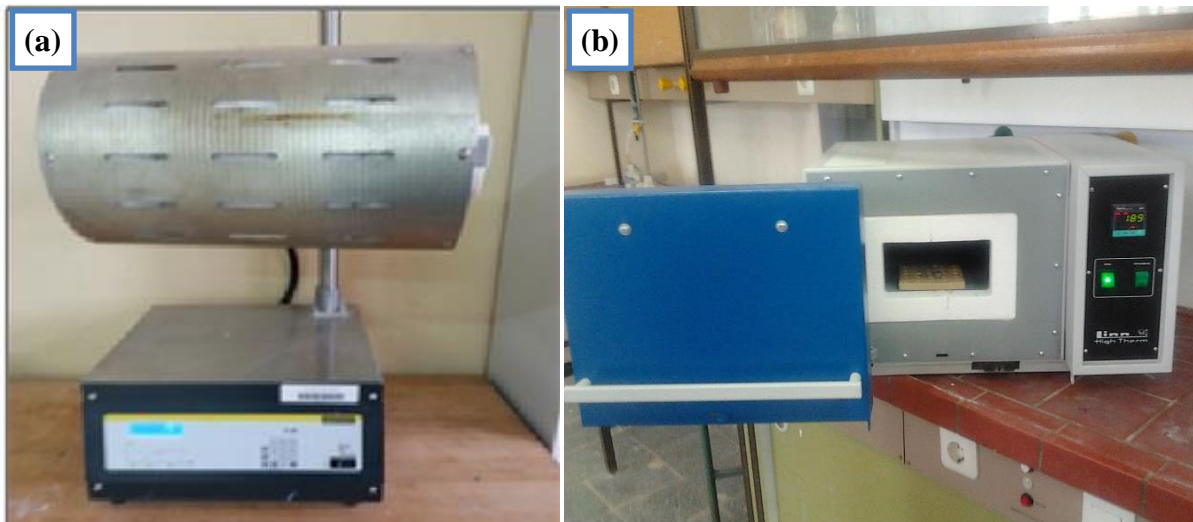


Figure III.5 : Fours programmables pour traitements thermiques : (a) four tubulaire RT 50-250/13, (b) four de Linn High Therm de modèle LM-312.

III.5 Techniques de caractérisation

Les différentes techniques de caractérisation des microstructures qui ont été employées sont : la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB) et l'analyse EDX, la diffraction de rayons X et la microdureté Vickers.

III.5.1 Préparation des échantillons

L'état de surface est un paramètre important pour les analyses à l'échelle microscopique. La rugosité des échantillons doit être très faible, mais la préparation ne doit pas modifier la surface des échantillons. Les échantillons tels que coulés et qui sont adressés aux traitements thermiques sont coupés transversalement à l'aide d'une tronçonneuse métallographique (découpe sans échauffement des échantillons). La majorité des observations ont nécessité des surfaces polies miroir. En fonction des analyses, différentes gammes de polissage ont été appliquées.

La préparation métallographique des échantillons consiste à les polir mécaniquement avec des papiers abrasifs en carbure de silicium SiC (grade 220 à 1200) jusqu'à un polissage sur draps avec pâte diamantée (granulométrie 3 μm et 1 μm), suivi d'une étape de finition par Vibromet. Il s'agit d'un polissage mécano-chimique, polissage très doux sur un feutre combiné avec une attaque chimique légère, en utilisant de l'OPS, silice colloïdale (0.4 μm).

Pour mettre en évidence les phases présentes, il faut ensuite réaliser une attaque chimique avec différents réactifs. Pour nos alliages nous avons utilisé le réactif Keller constitué de 5 ml d'acide nitrique (HNO_3), 3 ml d'acide chlorhydrique (HCl), 2 ml d'acide fluorhydrique (HF) et 180 ml d'eau (H_2O). Entre 12 et 15 secondes d'attaque suivies d'un rinçage à l'alcool permettent de révéler les phases intermétalliques dans la microstructure.

Certains échantillons ont été gravés en profondeur pour révéler la morphologie tridimensionnelle (3D). La gravure profonde consiste à dissoudre la matrice d'aluminium dans un réactif (66% HCl , 33% HNO_3 et 1% HF) sans endommager les composants eutectiques et les phases intermétalliques. Les résidus de gravure profonde ont été éliminés par rinçage à l'alcool.

III.5.2 Microscopie optique

Les observations micrographiques ont été faites à l'aide d'un microscope optique de type «Carl Zeiss Axio Imager M2», muni d'un appareil photo numérique avec un pouvoir de grossissement allant de 100 à 1000 fois (Figure II-5).



Figure III.6 : Microscope optique Zeiss Axio Imager M2.

La microscopie optique a permis d'identifier les phases des microstructures et de suivre leur évolution après traitement thermique, mais aussi de définir des zones d'intérêt pour les particules intermétalliques, en vue des examens locaux par microscopie électronique à balayage.

III.5.3 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique permettant de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électron-matière. Le principe de fonctionnement est le suivant : dans une enceinte sous vide, un faisceau d'électrons accélérés par un champ électrique et focalisés à l'aide des lentilles magnétiques balaye la surface de l'échantillon qui, en réponse, réémet, des électrons secondaires, rétrodiffusés, Auger et des rayons X (figure III. 7).

Les électrons secondaires SE (Secondary Electrons), avec leurs faibles énergies (environ 50 eV), sont émis dans les couches superficielles proches de la surface. Ils peuvent être facilement déviés avec une faible différence de potentiel et recueillis par les détecteurs pour former une image topographique de la surface de l'échantillon.

Les électrons rétrodiffusés BSE (Back Scattering Electrons) sont des électrons résultant de l'interaction quasi-élastique des électrons du faisceau primaire avec les noyaux des atomes de l'échantillon et qui sont réémis dans une direction proche de leur direction d'origine. Ils possèdent une énergie relativement élevée et beaucoup plus importante que celle des électrons secondaires. Ce type d'électrons est généralement sensible au numéro atomique des atomes constituant l'échantillon. En effet, les zones formées d'atomes lourds ont la particularité de réémettre plus d'électrons que celles formées d'atomes légers et apparaissent ainsi plus brillantes.

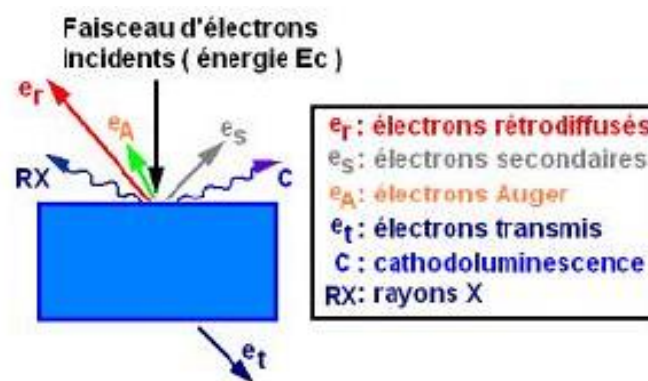


Figure III.7 : Diverses émissions d'un échantillon en réponse à une excitation par un faisceau d'électrons.

Dans cette étude, l'acquisition des images a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage MEB-FEG Merlin (Zeiss) fonctionnant à 30 kV et 300 nA, avec un faisceau électronique d'un rayon de 1 μm et un grandissement allant de 50 à 60000 (figure III. 8). Grâce à l'utilisation d'un spectromètre à dispersion d'énergie EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) intégré à cet appareil, la composition chimique de toutes les phases a pu être déterminée.

Les analyses par dispersion d'énergie EDS nous permettent d'accéder rapidement à la composition qualitative de certaines zones, en particulier les particules des phases observées dans les échantillons qui ont été gravés en profondeur. Le système d'analyse EDS permet aussi l'acquisition d'analyses ponctuelles et de cartographies élémentaires X.

Les observations des échantillons dans cette étude ont été faites très souvent en mode rétrodiffusé, ce qui permet de mieux visualiser les différentes phases. Une distance de travail de 8 mm et une accélération du voltage (20 kv) sont imposés par la géométrie de l'appareil afin d'optimiser les conditions de détection des rayons X.



Figure III.8 : Microscope électronique à balayage MEB-FEG Merlin (Zeiss).

III.5.4 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est considérée comme la technique la plus puissante pour l'identification des phases cristallines d'un solide, grâce à sa grande sensibilité aux changements affectant la maille élémentaire de cristaux ou de matériaux polycristallins [10].

Cette technique permet de suivre directement les phénomènes de précipitation dans les alliages à durcissement structural à partir de la variation des pics de diffraction des différentes phases de durcissement, ce qui est reflété par les variations du paramètre du réseau cristallin de la matrice α -Al en fonction des temps de vieillissement.

Dans ce travail de thèse, la technique de diffraction des RX est employée pour identifier les différentes phases formées à l'aide d'un diffractomètre Bruker D8 Advance équipé d'un détecteur LynxEye et d'un détecteur Cu K α (40kV/40mA) (figure III.9). Les échantillons ont été scannés avant et après les traitements thermiques dans la plage 2θ entre 20° et 120° . Pour distinguer les pics des phases formées, la vitesse de balayage du DRX a été réduite et le temps de balayage a été prolongé de 3 heures.



Figure III.9 : Diffractomètre de rayon X de type Bruker D8 advance.

Dans la configuration dite « θ - θ », le tube à rayons X et le détecteur bougent symétriquement en faisant chacun un angle θ (variable) avec la surface horizontale de l'échantillon. Lorsqu'un angle correspondant à une famille de plans (hkl) dans les conditions de Bragg est atteint, le détecteur enregistre une augmentation de l'intensité diffractée. On obtient ainsi des diffractogrammes ($I = f(2\theta)$) lesquels sont comparés aux spectres de

diffraction X des matériaux références en poudre rassemblés dans la base de données cristallographiques JCPDS, permettant de connaître la ou les phases sous laquelle l'échantillon a cristallisé.

La loi de Bragg est une loi empirique qui rend compte des interférences constructives entre les faisceaux diffusés (figure III.10); elle permet de relier la périodicité du réseau aux angles pour lesquels les maxima de diffraction sont observés :

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda \quad (\text{III.1})$$

d_{hkl} représente la distance réticulaire caractéristiques des plans atomiques (hkl)

λ est la longueur d'onde de rayonnement

n est l'ordre de l'interférence (nombre entier)

θ est l'angle d'incidence du rayonnement X sur le plan réticulaire (hkl)

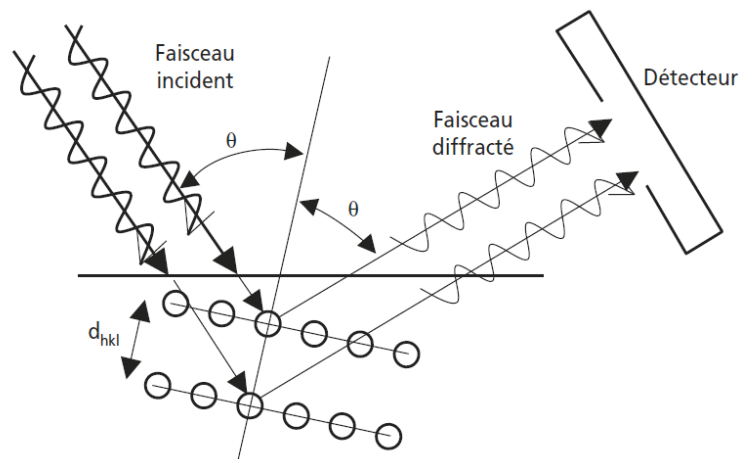


Figure III.10 : Diffraction d'une onde incidente par une famille de plans atomiques d'un cristal [11].

III.5.5 Essai de la microdureté

Le changement de microstructure produit par le vieillissement n'est pas réellement visible par les techniques optiques. Pour cette raison, des tests de microdureté Vickers sont effectués pour suivre l'évolution de la microdureté pendant les différents traitements thermiques appliqués.

Cette technique de caractérisation consiste à exercer sur la surface de l'échantillon une force constante pendant un temps (t) donné à l'aide d'un poinçon en diamant très dur appelé pénétrateur, ce dernier à une forme pyramidale à base carrée dont les faces opposées font un

angle de 136. Plus l’empreinte est importante, plus le matériau est doux. La microdureté Vickers (Vickers Hardness) est alors définie par la formule III.2 :

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136}{2}\right)}{g \cdot d^2} \text{ soit } HV \approx \frac{0,189 \cdot F}{d^2} \quad (\text{III.2})$$

Avec :

F : la charge appliquée par le pénétrateur en newton.

d : la moyenne des diagonales de l’indentation en mm.

Les mesures de microdureté Vickers ont été effectuées avec un microduromètre automatique DuraScan 70 de Struers (figure III.11(a)). Son utilisation se fait via un logiciel « ecos Workflow » qui prend en charge le placement des points de mesure, la mesure des empreintes et la mise en forme des résultats. L’empreinte est automatiquement réglée et mise au point sur la luminosité optimale, analysée au niveau optique et affichée par une interface graphique du logiciel (figure III.11(b)) [12].

Des essais HV5 avec une charge appliquée de 49,2 N, maintenue pendant environ 10 s, ont été appliqués à tous les échantillons tels qu'ils sont coulés, après la mise en solution et le vieillissement. Les valeurs moyennes de dureté d'au moins neuf lectures et les barres d'erreur correspondantes ont été établies pour chaque valeur de HV.

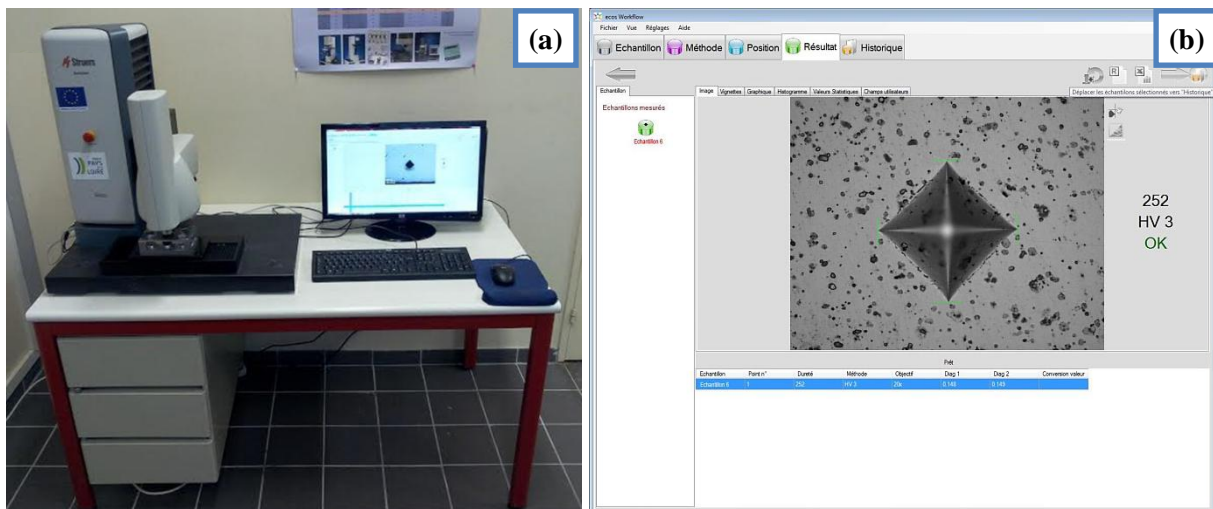


Figure III.11 : (a) Microduromètre Vickers Struers DuraScan, (b) empreinte de la microdureté HV.

Références bibliographiques

- [1] F. Grosselle, Development of innovative applications in non-ferrous metals [Ph.D. thesis]. University of Padova; 2010.
- [2] M.R. Ghomashchi, High-pressure die casting: effect of fluid flow on the microstructure of LM24 die-casting alloy. *J Mater Process Tech.* 1995; 52:193–206.
- [3] C.M. Gourlay, H.I. Laukli, A.K. Dahle, Defect band characteristics in Mg-Al and Al-Si high-pressure die castings. *Metall Mater Trans A.* 2007; 38:1833–1844.
- [4] H.I. Laukli, C.M. Gourlay, A.K. Dahle, Effects of Si content on defect band formation in hypoeutectic Al-Si die castings. *Mater Sci Eng A.* 2005;413–414:92–97.
- [5] C.H. Caceres, I.L. Svensson, J.A. Taylor, Strength-ductility behaviour of Al-Si-Cu-Mg casting alloys in T6 temper, *Int. J. Cast Metals Res.* 15 (2003) 531-543.
- [6] F.H. Samuel, Incipient melting of $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$ and Al_2Cu intermetallics in unmodified and strontium-modified Al-Si-Cu-Mg (319) alloys during solution heat treatment, *J. Mater. Sci.* 33 (1998) 2283-2297.
- [7] A.E.W. Jarfors, S. Seifeddine, *Metal Casting, Handbook of Manufacturing Engineering and Technology*, 2015.
- [8] E. Sjölander, S. Seifeddine, The heat treatment of Al-Si-Cu-Mg casting alloys, *J. Mater. Process. Technol.* 210 (2010) 1249–1259.
- [9] M. Tash, F.H. Samuel, F. Mucciardi, H.W. Doty, Effect of metallurgical parameters on the hardness and microstructural characterization of as-cast and heat-treated 356 and 319 aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 443 (2007) 185–201.
- [10] F. Benabdallah, Evolution des propriétés diélectriques, ferroélectriques et électromécaniques dans le système pseudo-binaire $(1-x)BaTi_0.8Zr_0.2O_3 - xBa_0.7Ca_0.3TiO_3$ / Corrélations structures et propriétés, thèse doctorat, Université Bordeaux1, France, 2013.
- [11] M. Dupeux, Aide-Mémoire : Science Des Matériaux, 2^e édition, Dunod, paris, France, 2008.
- [12] Manuels de Duromètre DuraScan 50/70/80, Struer 2009, Danmark.

Chapitre IV

Résultats expérimentaux et discussions



Chapitre IV : Résultats expérimentaux et discussions

IV.1 Introduction

Ce chapitre est divisé en deux parties principales : la première partie est une étude comparative sur l'évolution de la microstructure et de la microdureté d'un alliage Al-Si-Cu-Mg produit par la coulée en sable et sous pression. La deuxième partie est consacrée aux effets des traitements thermiques et des éléments d'addition principaux, tels que le cuivre et le magnésium, sur les microstructures et les propriétés mécaniques des alliages Al-Si-Cu et Al-Si-Mg.

Dans la première partie, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB) avec analyses (EDS) et la diffraction des rayons X (DRX) ont été utilisées pour identifier les différentes phases intermétalliques dans l'alliage Al-Si-Cu-Mg produit par la coulée en sable et la coulée sous pression. L'effet de la vitesse de refroidissement de ces deux procédés sur la morphologie des intermétalliques a été étudié et comparé.

IV.2 Effet des procédés de coulée sur la microstructure des alliages d'aluminium

IV.2.1 Introduction

Les procédés de coulée jouent un rôle important dans la vitesse de refroidissement du métal, la distance moyenne entre les bras dendritiques secondaires (SDAS), la taille des grains et la morphologie du silicium eutectique. La vitesse de refroidissement dans tous ces procédés de coulée est considérée comme le paramètre le plus important pour déterminer les propriétés des alliages d'aluminium [1]. La microstructure dépend principalement de la vitesse de refroidissement du procédé de coulée et la cinétique d'écoulement. Dans la coulée en sable, le métal fondu est versé dans un moule en sable ; la seule force motrice de remplissage est la gravité. Le lent refroidissement du métal dans ce processus se traduit par une grande morphologie aciculaire du silicium eutectique en réseaux irréguliers.

Dans la coulée sous pression (HPDC), la charge en fusion est versée depuis le creuset dans un conteneur grâce à une poche de coulée, où un piston à commande hydraulique injecte le métal dans le moule. La matière excédentaire sert à forcer plus de métal à rentrer dans

l’empreinte afin de compenser la contraction qui a lieu au cours de la solidification. Le remplissage rapide du moule ainsi que la solidification sous pression se combinent pour produire une microstructure hautement raffinée avec du silicium eutectique très fin.

IV.2.2 Microstructures générales

Cette section contient des images de microstructure prises à partir d’échantillons obtenus par les deux procédés de moulage. Les images présentées dans la figure IV.1 correspondent aux micrographies du même alliage coulé au sable et sous pression. Afin de permettre la comparaison des microstructures obtenues par les deux procédés de coulée, les images sont prises au même grossissement. La seule différence entre ces structures microscopiques réside dans le matériau du moule utilisé et la pression appliquée pendant le processus de coulée.

Les observations en microscopie optique d’une surface polie en miroir permettent de mettre en évidence la présence des précipités intermétalliques grossiers. Les microstructures sont généralement constituées de dendrites d’aluminium primaire α -Al (cristaux d’aluminium) entourées de silicium eutectique et de différentes phases intermétalliques. La solidification lente dans la coulée en sable conduit à une microstructure aciculaire (aiguilles) formée par de larges plaquettes de silicium eutectiques et une SDAS grossières (figure IV.1 (a) et (c)).

Cependant, la morphologie de la phase primaire α -Al dans de la coulée sous pression était de forme globulaire et n’avait pas la forme classique dendritique en tant qu’arbre uniformément réparti. La figure IV.1(b) et (d) montre une structure eutectique avec des dendrites α -Al fines et équiaxe. Cette morphologie est due aux vitesses de refroidissement élevées hors d’équilibre et à la force de compression intense dans la cavité du moule. Les grands cristaux α -Al brillants observés dans la microstructure sont des cristaux solidifiés à l’extérieur de la cavité (ESCs). La distribution non uniforme des dendrites primaires α -Al rend la détermination de la SDAS très difficile à mesurer. Pour cette raison, la SDAS pour la coulée sous pression ne sera pas calculé.

Afin de déterminer la valeur moyenne de la SDAS pour les microstructures de la coulée en sable, il a fallu effectuer plus de 10 mesures. Un exemple de mesure est illustré à la figure IV.1(a). La valeur moyenne de SDAS mesurée dans la coulée en sable était d’environ 30 μm .

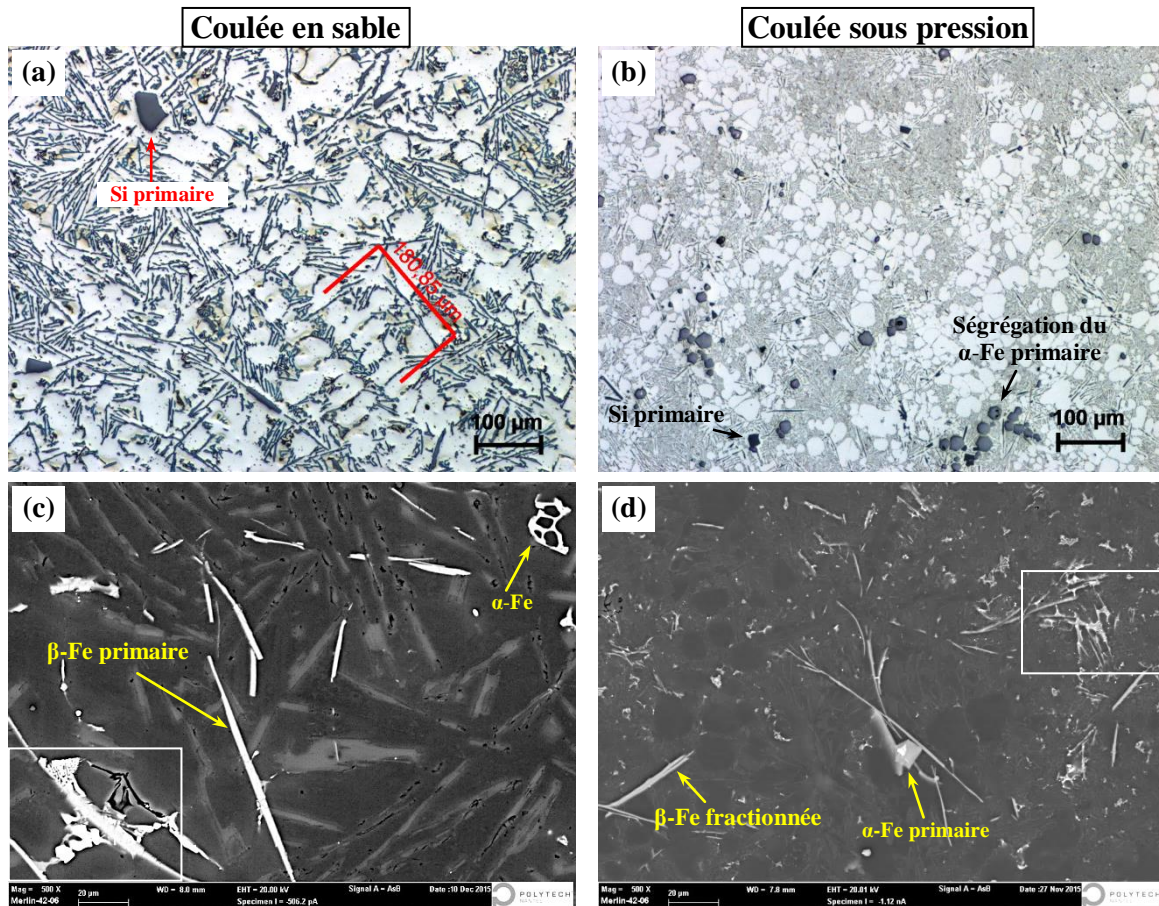


Figure IV.1 : Micrographies montrant la morphologie des dendrites α -Al et du silicium eutectique de l'alliage Al-Si-Cu-Mg coulé par deux moyens : (a) et (c) en sable ; (b) et (d) sous pression. (a)-(b) Microscopie optique ; (c)-(d) Microscopie BSE-MEB.

La figure IV.1(c)-(d) montrent des images MEB avec le mode des électrons rétrodiffusés (BSE) pour la coulée en sable et la coulée sous pression où la phase θ -Al₂Cu et les phases riches en fer peuvent être vues avec un contraste beaucoup plus lumineux. Dans les deux microstructures, le fer se cristallise dans des morphologies de plaquettes β -Fe, en écriture chinoise ou sous forme de particules polyédriques α -Fe. Le facteur de ségrégation (sludge factor) pour cet alliage calculé selon sa composition chimique est de 1,14. La morphologie des phases riches en fer formées dans cet alliage correspond aux résultats rapportés par Shabestari [2]. Le grossissement des phases délimitées par les rectangles dans la figure IV.1 (c) et (d) permet de distinguer plus de détails. Ces phases seront représentées sur les images de la figure IV.3 (c) et (b), respectivement, et discutées en détail dans la section IV.1.3.2.

IV.2.3 Identifications des intermétalliques

IV.2.3.1 Microscopie optique

Pour discriminer les phases intermétalliques sous la microscopie optique, plusieurs réactifs d'attaque chimique ont été utilisés: le réactif de Keller (2 ml HF 48%, 3 ml HCl, 5 ml HNO₃, 190 ml H₂O), Weck's (4 g de KMnO₄, 1 g de NaOH et 100 ml H₂O) [3], acide sulfurique (100 ml H₂O, 5 ml acide sulfurique H₂SO₄), (1 ml acide fluorhydrique HF 40% dans 200 ml H₂O), et (1g acide molybdique et 6 g chlorure d'ammonium dans 200 ml H₂O). Les échantillons ont été trempés dans les différents réactifs pendant 15 secondes avant d'être visualisés par la microscopie optique. La haute teneur en plaquettes de silicium eutectiques dans les microstructures empêche une révélation claire des joints de grain. Les résultats ont montré que, l'acide sulfurique H₂SO₄ est un excellent réactif pour mieux discriminer les phases riches en Cu et Mg.

La figure IV.2 montre les micrographies optiques des principales phases intermétalliques observées à la suite de l'attaque chimique par l'acide sulfurique H₂SO₄. La phase θ -Al₂Cu apparaît avec une couleur rose-brun ; Q-Al₅Cu₂Mg₈Si₆ a une couleur grise, observée toujours près de la phase θ -Al₂Cu ; M-Mg₂Si apparaît avec une couleur noire ; le silicium eutectique Si a une couleur bleu-gris ; les plaquettes β -Fe, l'écriture chinoise et les particules polyédriques α -Fe apparaissent généralement en couleur gris clair.

La figure IV.2(a) et (c) montre les particules du silicium eutectique dans les échantillons coulés en sable sous forme de grosses plaquettes aciculaires. Le procédé sous pression modifie cette morphologie à une forme fibreuse fine, comme on peut le voir dans la figure IV.2(b) et (d). La longueur moyenne des particules de Si dans la coulée en sable est d'environ 100 μ m, soit plus de 6 fois sa longueur dans la coulée sous pression, qui ne dépasse pas les 15 μ m. Cette figure montre également les plus importants intermétalliques du fer : en forme de plaquette β -Fe en écriture chinoise α -Fe. Les conditions qui contrôlent la formation de l'écriture chinoise ou des particules polyédriques α -Fe contre la formation des plaquettes β -Fe ne sont pas encore toutes bien comprises. Dans cet alliage, on observe la coexistence de toutes ces phases dans les deux procédés de coulée, mais avec des quantités, tailles et de morphologies différentes.

Il a été rapporté que le silicium se développe et croît à plusieurs endroits le long d'une même plaquette β -Fe, et même sur les plus petites plaquettes β -Fe et que la situation inverse de la nucléation des plaquettes β -Fe sur silicium n'a jamais été observée [4]. Cependant, dans

cet alliage, des plaquettes β -Fe ont été observées nucléées sur le silicium eutectique comme le montrent les flèches vertes dans la figure IV.2(a). Cela suggère que ces plaquettes, d'une longueur d'environ 8 à 11 μm , ont été nucléées sur la plaquette de silicium au dernier stade co-ou post-eutectique de solidification. Comme la taille des plaquettes β -Fe est susceptible d'être un indicateur raisonnablement utile de leur origine. Cela signifie que les plus grosses plaquettes sont primaires (prédendritiques) ou préeutectiques parce qu'elles ont le temps nécessaire à leur croissance, contrairement aux plaquettes formés aux réactions co-eutectiques ou post-eutectiques, elles n'ont pas le temps de se grossir [5].

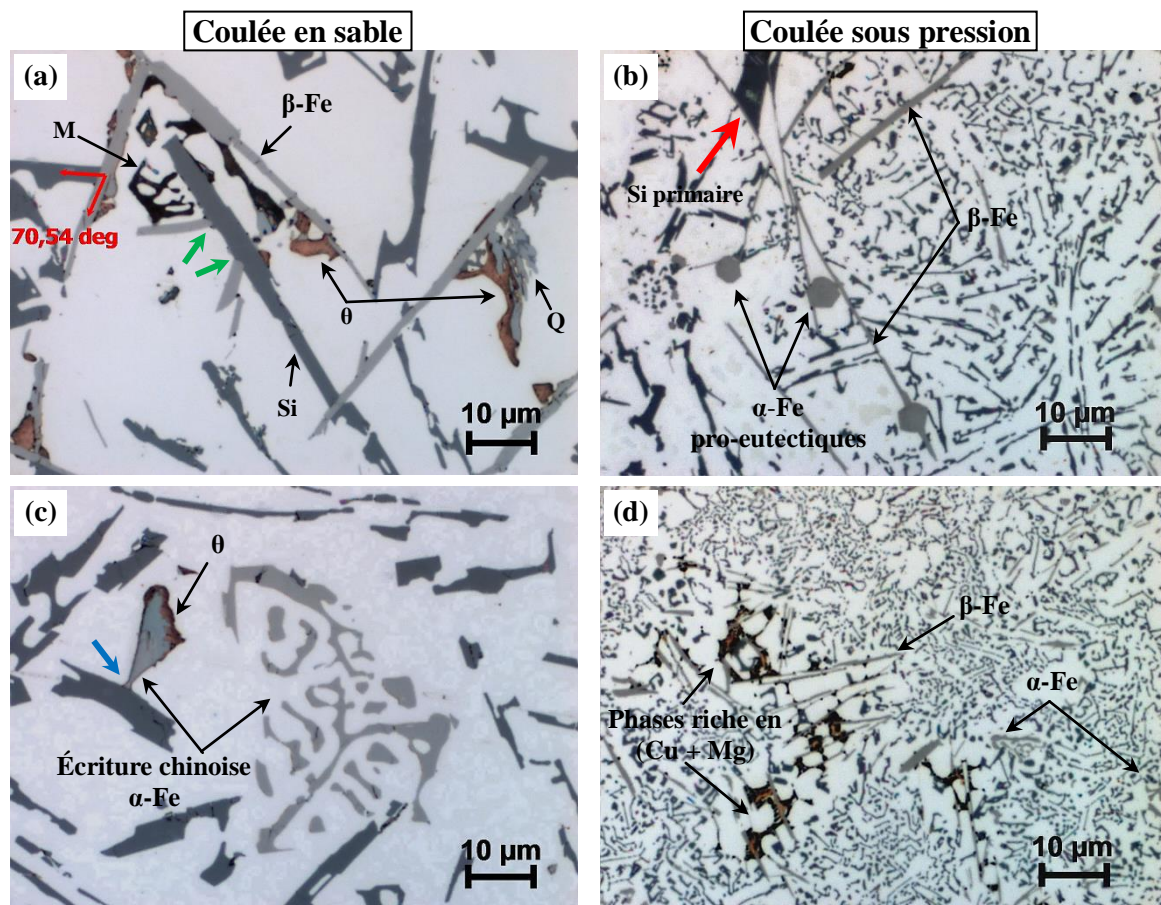


Figure IV.2 : Micrographies optiques d'échantillons attaqués chimiquement par un réactif sulfurique H_2SO_4 montrant les principaux intermétalliques observés : (a) et (c) dans la coulée en sable ; (b) et (d) dans la coulée sous pression.

Dans les échantillons coulés en sable, on a observé que le silicium eutectique lors de la solidification tente de se nucléer sur les plaquettes β -Fe selon un seul angle préférentiel de ramification. Les figures IV.2(a) et IV.3(a) montrent une ramification angulaire qui est associée aux événements de maillage et donc à $70,53^\circ$ [6]. Taylor *et al.* [4] ont également montré qu'il existe une relation d'orientation possible pour la nucléation et la croissance du silicium sur les plaquettes β -Fe telle que $(210)_\beta \parallel (200)_{\text{Si}} \cdot [001]_\beta \parallel [001]_{\text{Si}}$. La croissance des

plaquettes de silicium entre elles ne se limite pas à des directions de croissance et des angles de ramification spécifiques. Les figures IV.1 et IV.2 montrent une variété de petits angles de ramification ou de chevauchement de plaquettes, qui sont les plus courants dans la répartition du silicium eutectique. Le même comportement est également observé pour les plaquettes β -Fe. Un exemple du chevauchement des plaquettes β -Fe est illustré à la figure IV.3(f).

IV.2.3.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Les images de la figure IV.3(a), (c), (e) et (g)-(h) montrent la distribution et la morphologie grossière des intermétalliques dans la coulée en sable, tandis que les images de la figure IV.3(b), (d) et (f) montrent la distribution et la taille des intermétalliques qui sont remarquablement plus fines en coulée sous pression. Le tableau IV.1 présente une comparaison des tailles des particules intermétalliques mesurées dans les deux procédés de coulée.

Phases		Taille approximative des intermétalliques dans la coulée en sable		Tailles approximatives des intermétalliques dans la coulée sous pression	
		longueur	largeur	longueur	largeur
θ -Al ₂ Cu	Eutectique ou en bloc	5-40	-	2-10	-
	Eutectique	10-180	0.8-6	0.5-30	0.2-2
Si	Polyédrique ou plaque prismatique primaire	20-90 diamètre	-	10-20 diamètre	-
	Plaquette	10-160	1-7	5-100	0.2-1
α -Fe	écriture chinoise	10-80	1-6 épaisseur des bras	2-20	1-1.5 épaisseur des bras
	Polyédrique primaire	20-46 diamètre	-	8-20 diamètre	-
	Pro-eutectique Al _x (Fe,Mn,Cr) _y Si _z	-	-	2-5 diamètre	-
π -Al ₈ Mg ₃ FeSi ₆		5-22	-	-	-
Q-Al ₅ Cu ₂ Mg ₈ Si ₆		5-10	-	-	-
M-Mg ₂ Si		5-36	-	-	-

Tableau IV.1 : Comparaison de la taille des intermétalliques de la coulée en sable avec celle de la coulée sous pression.

Les phases Al-Cu ont été observées dans la microstructure de coulée en sable sous deux morphologies des micro-constituants : soit le format eutectique θ -Al₂Cu ou appelé encore (Al+Al₂Cu) et le format bloc θ -Al₂Cu (figure IV.3(a)). Cependant, dans la coulée sous

pression, il n'a été observé que comme un eutectique θ -Al₂Cu finement dispersé dans les régions interdendritiques. Les vitesses de refroidissement élevées pendant la solidification et la présence de sites de nucléation privilégiés, comme les plaquettes β -Fe, peuvent entraîner la formation d'une fine phase eutectique θ -Al₂Cu. Ces régions sont illustrées à la figure IV.3(b) et (d) [7]. Les micrographies des figures IV.2(d) et IV.3(b) montrent clairement les phases tardives solidifiées, telles que les phases θ -Al₂Cu entourées par des phases riches en magnésium. La figure IV.3 (b) représente le grossissement du rectangle tel qu'illustré à la figure IV.1(d)

Les intermétalliques primaires riches en fer peuvent se former dans le four de maintien ou en cours de transfert du métal fondu aux moules. Les figures IV.2 (a) et IV.3 (c) illustrent ces plaquettes grossières β -Fe formées pendant le coulage en sable, d'une longueur approximative de 100 μ m et d'une épaisseur de 4-6 μ m. Ces phases grossières semblent être nucléées au stade pré-dendritique avant la nucléation des dendrites α -Al. Les plaquettes β -Fe moyennes d'une épaisseur inférieure à 4 μ m sont probablement formées lors de la réaction pré-eutectique. Des exemples de plaquettes β -Fe pré-eutectiques sont présentés à la figure IV.3(a), (c) et (h). Les particules primaires polyédriques α -Fe sont peu présentes dans les microstructures du moulage en sable, elles seront traitées ultérieurement.

Dans la coulée sous pression, les intermétalliques primaires riches en fer se forment avant le remplissage de la filière, principalement dans le four de maintien, dans la poche lorsque la masse fondue est transférée à la machine ou dans la chambre d'injection, avant le déplacement du piston. La masse fondue dans la chambre à injection sera donc un mélange de particules solides entourées du métal liquide. Ce mécanisme de séparation des particules primaires riches en fer peut être décrit comme celui des cristaux solidifiés extérieurement (ESC) [8]. Les intermétalliques riches en fer observées dans la coulée sous pression (figure IV.1(b) et (d)) sont principalement des plaquettes β -Fe et des particules polyédriques α -Fe. Les concentrations de Mn et de Cr dans cet alliage ne sont pas suffisantes pour changer définitivement la morphologie des plaquettes β -Fe en particules polyédriques α -Fe (sludge). De ce fait, un grand nombre de plaquettes β -Fe coexistent avec des particules polyédriques α -Fe. Les figures IV.1(b) et IV.3(f) montrent des particules polyédriques primaires α -Fe avec une taille moyenne de 10 μ m qui coexistaient avec des plaquettes β -Fe.

Les figures IV.2 (b), IV.3 (f) et IV.10 (f) montrent les composés polyédriques secondaires α -Fe (pro-eutectique), que l'on ne trouve que dans les échantillons coulés sous pression, comme indiqué dans la littérature. Ces intermétalliques sont principalement

distribués aux joints de grains et dans les zones interdendritiques de la microstructure [9]. Leur petite taille inférieure à 5 μm peut être attribuée au mélange insuffisant des solutés et à la vitesse élevée de refroidissement hors équilibre, caractéristique de la coulée sous pression dans la phase de solidification pro-eutectique [10]. Les particules pro-eutectique $\alpha\text{-Fe}$ observées ont toujours tendance à être associées aux plaquettes $\beta\text{-Fe}$ pré-eutectiques, comme le montrent les figures IV.2(b) et IV.3(f). Dans ces figures, les plaquettes $\beta\text{-Fe}$ sont couvertes par les particules $\alpha\text{-Fe}$ pro-eutectiques, ce qui suggère que ces particules sont formées avant les plaquettes $\beta\text{-Fe}$. Lorsque la vitesse de refroidissement est plus élevée lors de la coulée sous pression, la taille des composés de fer est réduite et raffinée, comme il est indiqué dans le tableau IV.1. Les figures IV.3(d) et IV.7(a)-(b) montrent ces plaquettes $\beta\text{-Fe}$ de moins de 1 μm d'épaisseur, entourées de fines particules de silicium eutectique.

La figure IV.2(b) montre également que la croissance du silicium primaire semble être délimitée ou bloquée par les plaquettes $\beta\text{-Fe}$ (flèche rouge). Cela suggère que, dans la coulée sous pression, les plaquettes $\beta\text{-Fe}$ se sont nucléées avant même la nucléation du silicium primaire. Les particules fines en écriture chinoise $\alpha\text{-Fe}$ indiquées dans la figure IV.2(d) sont rarement observées dans la coulée sous pression. Ces petites phases, dont la longueur varie de 10 à 20 microns, sont observées dans les zones eutectiques de silicium, ce qui suppose la possibilité de leur formation au stade co-eutectique de la solidification.

La figure IV.3(e) montre une écriture chinoise typique $\alpha\text{-Fe}$ dans un échantillon coulé en sable. Cette phase apparaît nucléée sur la petite particule de silicium eutectique montrée par la flèche bleue. La particule de silicium dans cette figure semble être entourée par les bras rayonnants de la phase $\alpha\text{-Fe}$, indiquant que la particule de silicium est probablement arrivée en premier avant la phase rayonnante $\alpha\text{-Fe}$. Cette morphologie en écriture chinoise peut se développer dans la dernière étape de la solidification (post-eutectique) et peut atteindre environ 80 μm de longueur.

Les figures IV.2(a) et IV.3(c) montrent la phase quaternaire $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ dans les échantillons coulés en sable. Cette phase est fréquemment observée en croissance simultanée avec la phase $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ [11]. La phase $\pi\text{-Fe}$ ($\pi\text{-Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$) a été observée dans la coulée en sable sous deux formes : soit sous forme de petits blocs ou en écritures chinoises, comme montré dans la figure IV.3(e) et (g). La morphologie en écriture chinoise de cette phase est assez rare en raison de la faible teneur en magnésium dans l'alliage (figure IV.3(g)). Cette phase, d'une taille d'environ 20 μm , a été nucléée sur du silicium eutectique, probablement à la dernière étape de la solidification.

Le magnésium en faible teneur peut être entièrement consommé dans la formation des phases Q- $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ et π - $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ et il est donc difficile de trouver la phase M- Mg_2Si . Fabrizi *et al.* [12] rapportent qu'ils n'ont pas trouvé cette phase dans un alliage AlSi9Cu3(Fe) même avec une teneur de 0,68% en poids de Mg. Seifeddine *et al.* [13] ont également signalé que les phases Mg_2Si sont difficilement trouvées dans les alliages Al-Si-Cu-Mg avec une teneur de 0,4 % en poids de Mg.

Dans ce travail, après plusieurs recherches basées sur des mesures EDS, la phase M- Mg_2Si a été identifiée dans des échantillons coulés en sable sans attaque chimique. L'excès d'eau au cours d'un long processus de polissage et l'attaque chimique réduisent cette phase à un niveau inférieur à celui des autres phases (voir figure IV.3(c)) ; il est donc impossible d'obtenir une analyse EDS précise de sa composition chimique. La figure IV.3(h) montre cette phase avec une morphologie en écriture chinoise pour un échantillon coulé en sable et non attaqué chimiquement.

Dans les échantillons coulés sous pression, les phases riches en magnésium entourant les phases de cuivre sont très fines, comme le montrent les figures IV.2(d) et IV.3(b), et leur identification est donc imprécise en raison de leur taille inférieure à 1 μm .

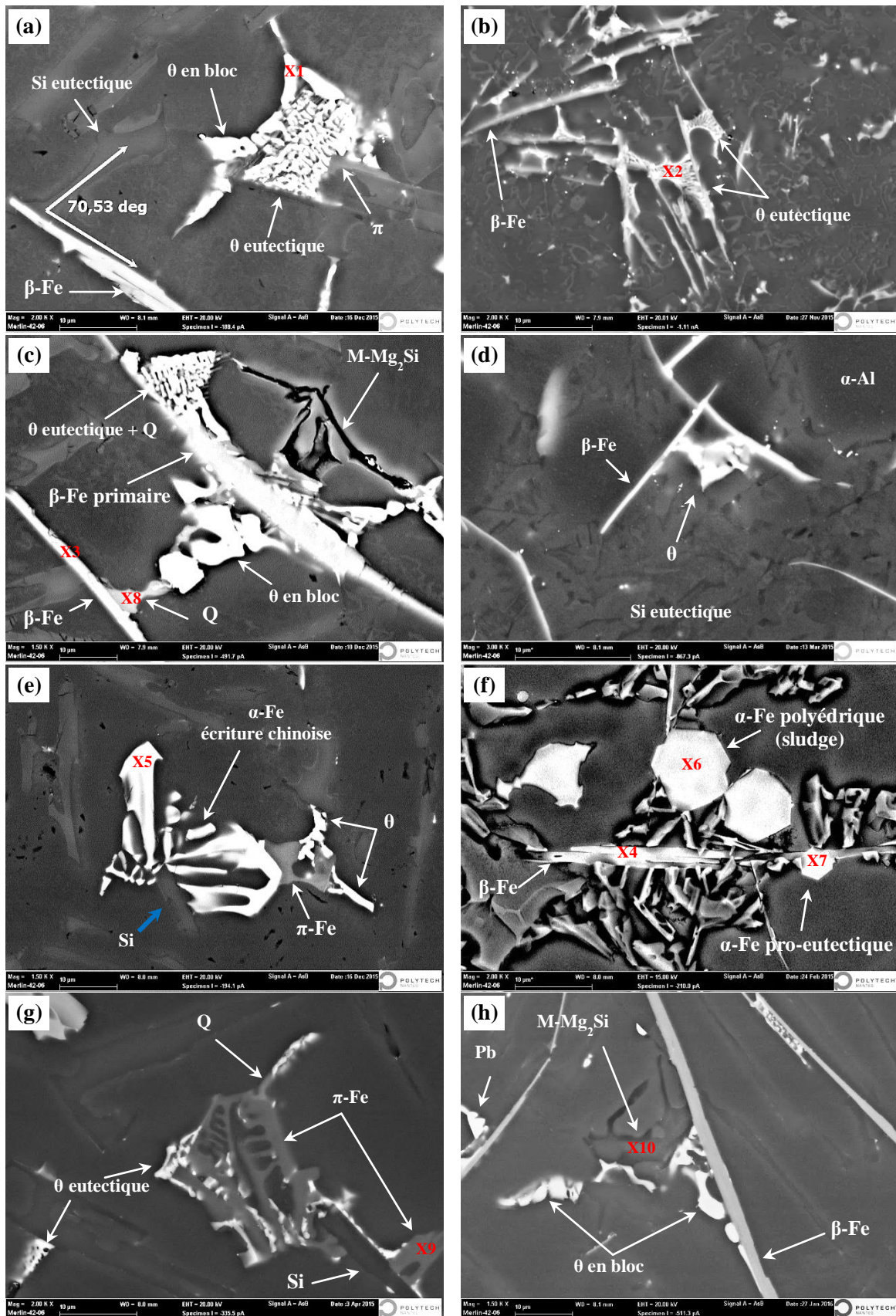


Figure IV.3 : Images BSE-MEB montrant les microstructures du même alliage obtenues par les deux procédés de coulée : ((a), (c), (e), (e), (g) et (h)) pour la coulée en sable et (b), (d) et (f) pour la coulée sous pression, où les principaux intermétalliques sont indiqués.

IV.2.3.3 Analyse spectrométrique à dispersion d'énergie (EDS)

Les analyses de composition chimique et les spectres EDS correspondants aux intermétalliques marqués X1 à X10 sur la figure IV.3 sont résumés dans le tableau IV.2 et dans la figure IV.4, respectivement. La marque X indique la position de l'acquisition du faisceau d'électrons EDS.

L'analyse de la phase compacte θ -Al₂Cu marquée (X1) dans la figure IV.3(a) a une stoechiométrie qui correspond à Al_{2,8}(CuMgSi), qui est proche de la phase θ -Al₂Cu. Cependant, la stoechiométrie de la phase eutectique du cuivre marquée (X2) à la figure IV.3(b), observée dans l'alliage coulé sous pression correspond approximativement à Al_{3,4}(CuMgFeSi). Les concentrations légèrement élevées des éléments Si, Fe et Mg sont dues aux plaquettes β -Fe et aux phases riches en Mg entourant cette phase. L'emplacement de ces phases près du point d'analyse permet de les combiner avec des analyses d'interaction par faisceau d'électrons (tableau IV.2 et figure IV.4(a)).

La figure IV.4 (b) montre les spectres superposés de l'analyse des plaquettes β -Fe recueillies aux points caractéristiques X3 et X4 de la figure IV.3 (c) et (f), respectivement. Ces analyses EDS, correspondantes aux plaquettes β -Fe dans la coulée en sable et la coulée sous pression, montrent la stoechiométrie de Al_{4,7}(FeMnCu)Si et Al_{3,1}(FeMnCu)Si, respectivement. Par conséquent, la stoechiométrie des plaquettes β -Fe dans la coulée en sable est très proche de la composition typique β -Al₅FeSi par rapport aux plaquettes dans la coulée sous pression. La différence dans la stoechiométrie des plaquettes β -Fe, comme montré également dans le tableau IV.2, est due au refroidissement hors équilibre et au temps de solidification très court dans la coulée sous pression.

La figure IV.4(c) montre la superposition des spectres de l'écriture chinoise α -Fe contre la particule polyédrique α -Fe trouvées dans la coulée en sable et la coulée sous pression, respectivement. Les analyses EDS ont été effectuées aux sites X5 et X6, comme indiqué sur les images de la figure IV.3 (e) et (f). La stoechiométrie calculée après l'analyse EDS de l'écriture chinoise α -Fe correspond à Al_{12,6}(FeMnCrCu)_{4,2}Si₂, tandis que celle du composé polyédrique α -Fe correspond à Al_{13,4}(FeMnCrCu)_{4,2}Si₂ (Tableau IV.2). Ces compositions sont très proches les unes aux autres et sont également proches de la phase typique Al₁₅(FeMn)₃Si₂ rapportée par Mondolfo [14]. Cette phase a été identifiée également par Cooper [15] comme une phase cubique Al₁₉Fe₄MnSi₂ dont la composition mesurée est proche de Al₁₃(FeMn)₄Si₃, ce qui est aussi plus proche de la phase α -Al₁₅(FeMn)₃Si₂.

Élément	W%	Intermétalliques de l'alliage coulé en sable		W%	Intermétalliques de l'alliage coulé sous pression	
		Formule calculée	Formule suggérée		Formule calculée	Formule suggérée
Al Si Cu Fe Mg	56.48 01.65 41.08 - 00.79	X1 $Al_{2,8}(CuMgSi)$	en bloc $\theta-Al_2Cu$	65.84 05.19 24.92 01.21 02.84	X2 $Al_{3,4}(CuMgFeSi)$	eutectique $Al+Al_2Cu$
Al Si Fe Mn Cu	59.10 13.10 24.74 02.68 00.38	X3 $Al_{4,7}(FeMnCu)Si$	β -Fe plaquette Al_5FeSi	49.97 16.70 31.00 02.20 00.13	X4 $Al_{3,1}(FeMnCu)Si$	β -Fe plaquette Al_5FeSi
Al Si Fe Mn Cr Cu	53.65 08.81 29.97 05.42 00.66 01.50	X5 $Al_{12,6}(FeMnCrCu)_{4,2}Si_2$	α -Fe écriture chinoise $Al_{15}(FeMnCr)_3Si_2$	54.20 08.88 28.50 06.24 01.62 00.56	X6 $Al_{13,4}(FeMnCrCu)_{4,2}Si_2$	α -Fe polyédrique $Al_{15}(FeMnCr)_3Si_2$
Al Si Fe Mn Cr Cu	-	NE		53.74 09.56 29.74 05.55 01.26 00.14	X7 $Al_{10,1}(FeMnCrCu)_{3,4}Si_2$	α -Fe pro-eutectique $Al_x(FeMnCr)_ySi_z$
Al Si Fe Mg	46.44 24.69 14.72 14.15	X8 $Al_{6,5}Mg_{2,2}FeSi_{3,3}$	$\pi-Al_8Mg_3FeSi_6$	-	NM	
Al Si Cu Mg	23.88 29.63 18.58 27.91	X9 $Al_6Cu_2Mg_{7,9}Si_{7,2}$	Q- $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$	-	NM	
Al Si Cu Mg Sn Pb	15.20 34.13 01.11 44.77 02.08 02.71	X10 $(AlCuSnPb)Mg_3Si_2$	M- Mg_2Si	-	NM	

NE: Non Existe
NM: Non Mesurable (< 1 μ m)

Tableau IV.2 : Analyses EDS des phases intermétalliques mesurées dans des échantillons coulés en sable et sous pression.

La composition chimique du tableau IV.2 montre une légère diminution des teneurs en Al, Mn et Cr et une augmentation correspondante des teneurs en Si, Fe et Cu lorsqu'on compare la particule polyédrique compacte à l'écriture chinoise. Les changements mineurs dans la composition chimique sont en bon accord avec les résultats rapportés par Fabrizi *et al.* [16].

Étant donné que la littérature ne contient pas d'informations spécifiques sur la formation de petites particules α -Fe pro-eutectiques dans les alliages coulés sous pression, la formule

proposée pour décrire leur stoechiométrie, comme mentionné précédemment, sera donc $\alpha\text{-Al}_x(\text{FeMnCr})_y\text{Si}_z$ [9].

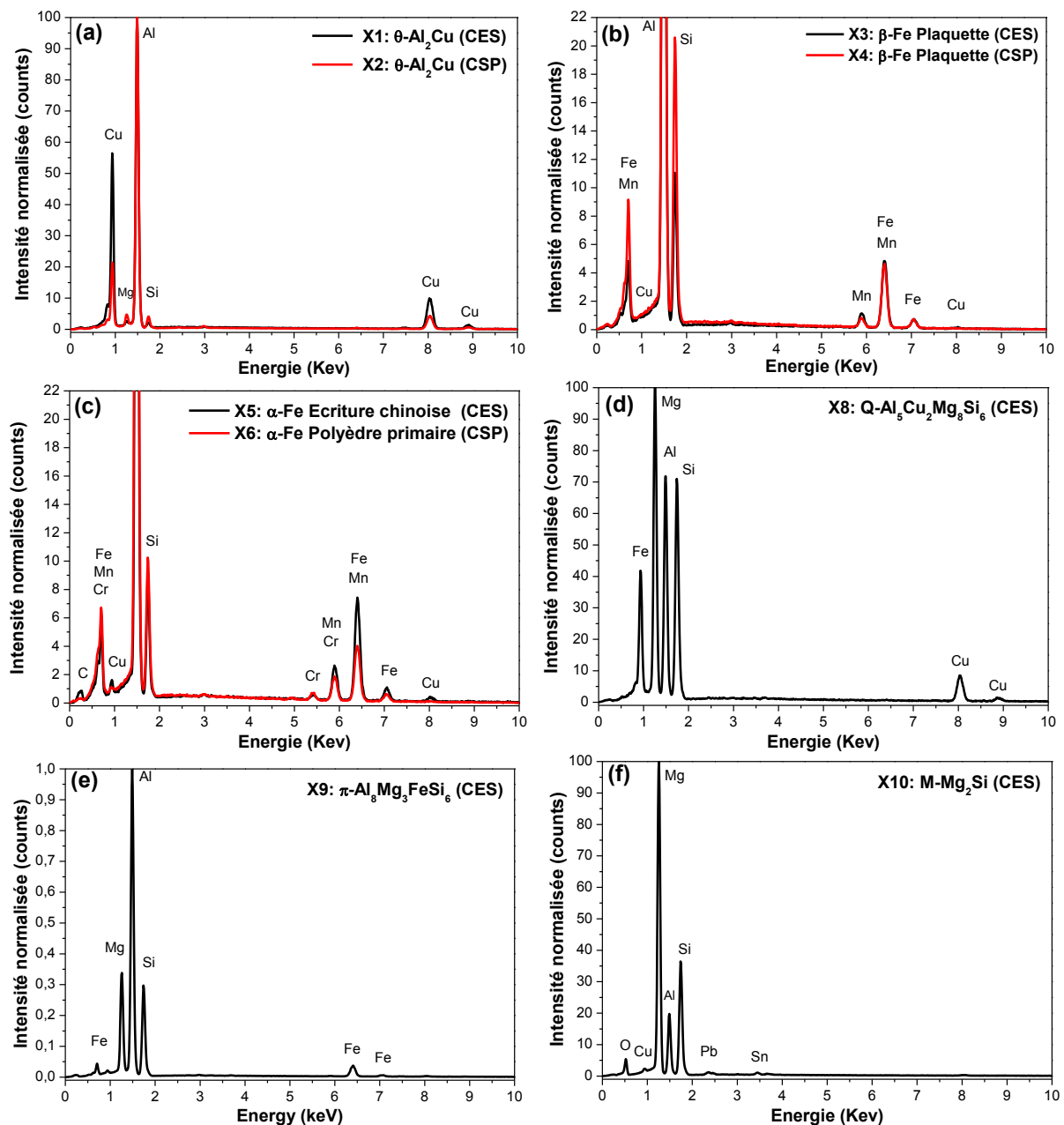


Figure IV.4 : Superposition de spectres EDS des composés intermétalliques analysés dans les coulées en sable et sous pression: (a) $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$, (b) $\beta\text{-Fe}$ et (c) $\alpha\text{-Fe}$; Spectre EDS correspondant aux phases spécifiées uniquement pour la coulée en sable: (d) $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$, (e) $\pi\text{-Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$, et (f) $\text{M-Mg}_2\text{Si}$.

Les analyses EDS du composé pro-eutectique secondaire $\alpha\text{-Fe}$ marqué (X7) dans la figure IV.3(f) montrent approximativement les mêmes spectres que ceux de la figure IV.4(c) avec une stœchiométrie correspondante à $\text{Al}_{10,1}(\text{FeMnCrCu})_{3,4}\text{Si}_2$. La comparaison entre la composition des particules polyédriques secondaires (pro-eutectique) et primaires (sludge) a

révélé que ces particules contiennent plus de Mn, Cr et Cu et moins de Si et Fe (Tableau IV.2).

Les figures IV.4(d)-(f) montrent les analyses des spectres EDS des phases grossières Q- $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$, $\pi\text{-Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ et M- Mg_2Si observées dans les échantillons coulés en sable. Les positions du faisceau incident pour les analyses EDS sont indiquées par X8, X9 et X10 sur les figures IV.3(c), (g)-(h), respectivement. Les spectres d'analyse de Q, π et M montrent une stoechiométrie correspondante à $\text{Al}_{6.5}\text{Mg}_{2.2}\text{FeSi}_{3.3}$, $\text{Al}_6\text{Cu}_2\text{Mg}_{7.9}\text{Si}_{7.2}$ et $(\text{AlCuSnPb})\text{Mg}_3\text{Si}_2$, ce qui est plus proche à leurs composition typiques Q- $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$, $\pi\text{-Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ et M- Mg_2Si , respectivement, (Tableau IV.2). Les spectres montrent que les pics de Mg sont significativement plus élevés dans les phases M- Mg_2Si et Q- $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ que dans la phase $\pi\text{-Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$, ce qui est compatible avec sa composition stœchiométrique.

IV.2.3.4 Analyse cartographique

Dans la coulée en sable, nous avons constaté que les plaquettes $\beta\text{-Fe}$ se précipitent généralement loin des phases d'écriture chinoise $\alpha\text{-Fe}$. En conséquence, deux cartographies ont été produites, l'une pour plaquettes $\beta\text{-Fe}$ dans la figure IV.5 et une autre dans la figure IV.6 pour un polyèdre primaire $\alpha\text{-Fe}$ observé en cours de sa transformation en écriture chinoise.

La figure IV.5 (a) montre une image en mode d'électrons secondaires (SE). Le contraste entre les bords des plaquettes $\beta\text{-Fe}$ et les phases $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ n'est pas clairement visible dans ce mode. Cependant, la topographie des bords des particules de silicium est clairement visible par rapport à la matrice $\alpha\text{-Al}$ grâce à l'attaque chimique de Weck. La figure IV.5 (b) montre les cartes d'analyse élémentaire EDS des éléments Si, Mg, Cu, Fe, Mn et Cr. Ces cartes montrent que les plaquettes $\beta\text{-Fe}$ contiennent du Fe, du Mn et du Si, mais ne contiennent pas de Cr. La couleur enrichie en blanc sur la carte de manganèse montre la découverte du réactif de Weck déposé à la surface de l'échantillon. La figure IV.5 (c) montre une cartographie à fort grossissement des phases délimitées par le rectangle de la figure IV.5 (a). Cette cartographie révèle que ces phases eutectiques θ peuvent être une mixture des phases θ et Q.

La figure IV.6 (a) montre la morphologie des intermétalliques dans la coulée en sable en mode BSE. Les particules $\alpha\text{-Fe}$ sous forme d'écriture chinoise sont les intermétalliques les plus visibles dans la microstructure. Elles apparaissent brillantes en raison de leur haute teneur en éléments atomiques.

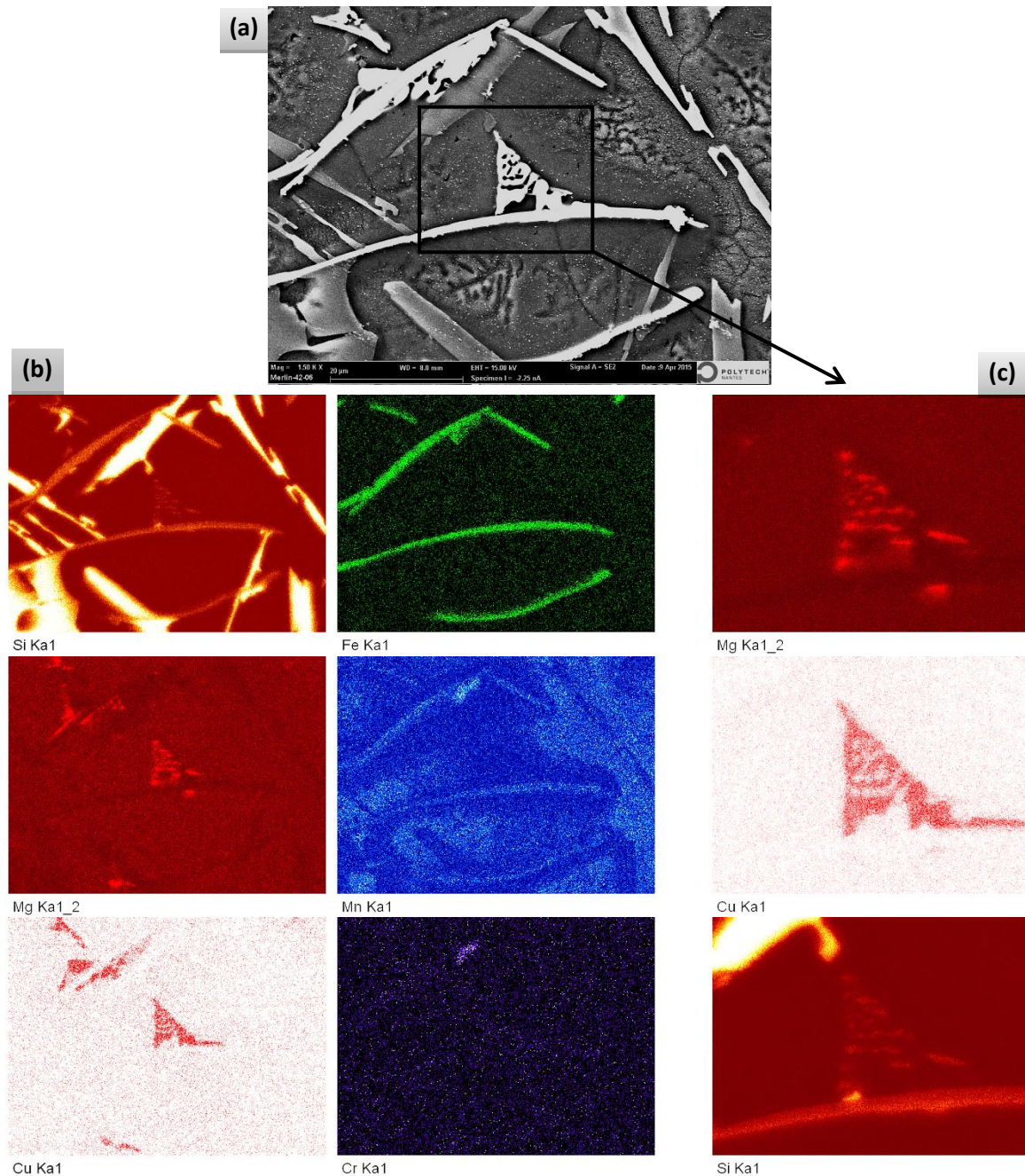


Figure IV.5 : Micrographie MEB et analyses EDS des plaquettes β -Fe dans la coulée en sable: (a) image d'électrons secondaires (SE), (b) cartes EDS correspondant aux éléments Si, Fe, Mg, Mn, Cu et Cr et (c) cartes à fort grossissement montrant les phases mixtes θ et Q.

Le polyèdre α -Fe dans la figure IV.6 (b) à (c) semble être la source de croissance des bras ramifiés de la phase en écriture chinoise. Il s'est probablement formé à une température élevée, au stade pré-dendritique de la solidification [17]. Les bras d'écriture chinoise qui semblent avoir une composition similaire à celle de la particule polyédrique sont confirmés par les cartes des éléments illustrées à la figure IV.6 (d). Ces résultats ont été confirmés par l'analyse EBSD réalisée par Fabrizi *et al.* [16].

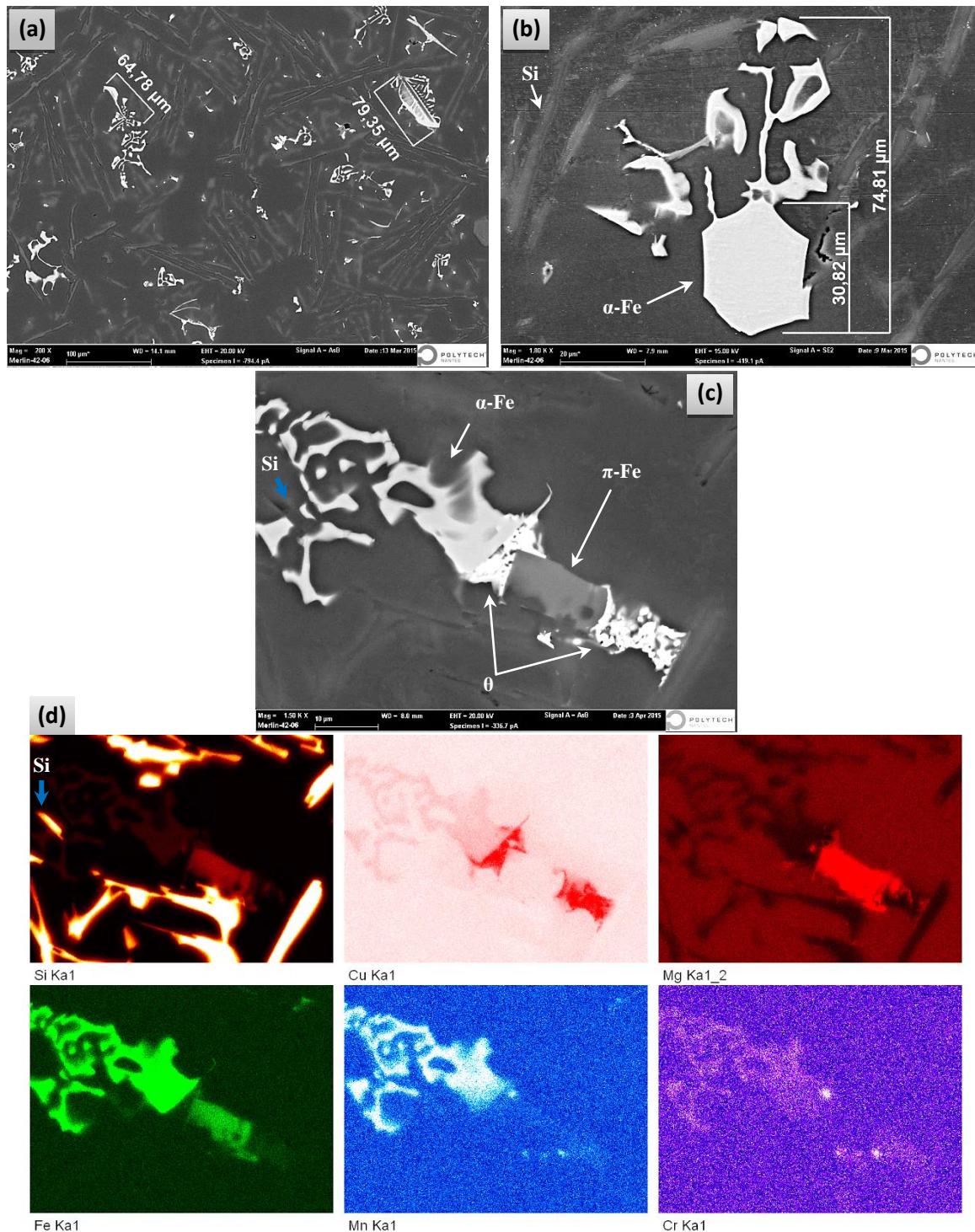


Figure IV.6 : Micrographies MEB et cartographie EDS de la phase α -Fe en écriture chinoise dans un alliage coulé en sable : (a) Image BSE montrant la morphologie des particules en écriture chinoise α -Fe, (b) image SE montrant un polyèdre α -Fe au début de son évolution en écriture chinoise ; (c) image BSE montrant les phases α -Fe, π et θ ; (d) leurs cartes EDS correspondant aux éléments Si, Cu, Mg, Fe, Mn et Cr.

La croissance des bras dendritiques ramifiés en écriture chinoise α -Fe semble avoir pris fin après la formation de l'eutectique Al-Si. Ces bras étant couverts de particules eutectiques en silicium comme il est indiqué par les flèches bleues à gauche de la figure IV.6 (c) et dans

la carte d'élément Si (figure IV.6 (d)). De toute évidence, la présence d'une molécule de Si eutectique à travers les bras d'écriture chinois indique que la molécule de Si eutectique est arrivée en premier, et que les bras de la phase en écriture chinoise ont été formés dans la phase post-eutectique de solidification après la formation des particules eutectique Al-Si [18]. Un autre exemple de ce type de nucléation est montré également dans la figure IV.3 (e) par une flèche bleue.

La couleur rouge sur les cartographies dans les figures IV.6 (d) et IV.7 (c) correspond à l'identification du cuivre dans les phases observées. La carte EDS de l'élément Cu montre une couleur rouge légèrement enrichie dans la phase α -Fe de l'écriture chinoise de la coulée en sable (figures IV.6 (d)), tandis que la carte de l'élément Cu ne montre aucune couleur enrichie dans le cas de la particule polyédrique α -Fe pour la coulée sous pression (figure IV.7 (c)). Cela peut être expliqué par le temps de solidification plus court dans la coulée sous pression, qui laisse moins de temps aux particules polyédriques pour croître en échangeant les atomes de cuivre du liquide à leurs structures atomiques.

Les figures IV.7 (a) et (b) présentent les micrographies BSE et InlensDuo (mode BSE couplé au mode SE) montrant la morphologie et la distribution des intermétalliques riches en fer dans les échantillons coulés sous pression. La figure IV.7 (a) ne montre aucune différence significative de contraste entre les particules du silicium eutectique et la matrice α -Al. Le faible contraste a été accentué en immergeant l'échantillon dans le réactif de Weck, comme le montre la figure IV.7 (b). Le silicium semble plus brillant que la matrice en aluminium en raison du poids atomique élevé des dépôts du réactif. Le réactif de Weck a donc révélé toutes les colonies eutectiques qui n'étaient pas visibles lorsque l'échantillon a été attaqué par l'acide sulfurique.

La figure IV.7 (c) montre les cartes d'analyse élémentaire des éléments Si, Cu, Mg, Fe, Mn et Cr correspondant à la microstructure de la figure IV.7 (b). Ces cartes EDS montrent la présence de Mn et Cr dans la particule polyédrique α -Fe et non dans les plaquettes environnantes β -Fe. Cette figure montre que la particule polyédrique α -Fe est relativement plus grande (environ 18 μm), ce qui suggère qu'elle est probablement formée au stade pré-dendritique. La particule primaire α -Fe croît à une température supérieure à celle des dendrites α -Al et consomme une partie du silicium présent dans les alliages. C'est pourquoi on la trouve régulièrement dans les zones où il n'y a pas de concentration de silicium eutectique.

Il a été rapporté que la phase primaire polyédrique α -Fe n'a jamais été observée nucléer sur d'autres phases existant dans le liquide. Il se nucléée et croît plus facilement et plus

rapidement que la phase β -Fe, et domine donc à des vitesses de refroidissement élevées [17]. La particule primaire α -Fe avec une grande morphologie en écriture chinoise n'a jamais été observée en moulage sous pression. Les particules polyédriques primaires α -Fe et pro-eutectiques secondaires avec les fines plaquettes β -Fe étaient les phases intermétalliques les plus dominantes dans les microstructures de la coulée sous pression (figure IV.7(a)- (b)). La taille moyenne des particules primaires polyédriques α -Fe observée dans la coulée sous pression (figure IV.7(b)) a été considérablement réduite par rapport à celle de la coulée en sable, de moins de 50% environ, comme il est mentionné dans le tableau IV.2. La petite taille de ces particules est associée à la courte période de temps disponible pour leur croissance et au cisaillement de haute pression qui se produit pendant la solidification des alliages dans le procédé sous pression.

Les plaquettes β -Fe semblent avoir une taille plus longue, plus mince et beaucoup d'entre elles sont courbées. Ces observations suggèrent que les plaquettes β -Fe ont été soumises à de fortes contraintes. Les courbures de ces phases montrent leur résistance aux énormes forces d'écoulement eutectiques lors de la dernière phase de solidification qui peuvent probablement être dues à la force de pression appliquée par la machine (force de serrage).

La figure IV.7(b) confirme que les petites particules pro-eutectiques α -Fe se forment d'abord avant les fines plaquettes pré-eutectiques β -Fe. La particule pro-eutectique α -Fe, comme le montre la flèche rouge, semble être assez lourde pour arrêter l'avancement de la plaquette β -Fe poussée par le liquide pendant la solidification. Les plaquettes courbées β -Fe ont déjà été signalées par Cao *et al.* [19]. Ils ont rapporté que les phases riches en fer peuvent se nucléer sur les côtés mouillés des double films d'oxyde, tandis que l'espace entre les côtés secs des films d'oxyde constitue les fissures communément observées dans les plaquettes β -Fe. Ce phénomène a été effectivement observé dans ce travail, comme indiqué dans la figure IV.1(d) par β -Fe fractionnée. Ils rapportent également que les oxydes sont généralement responsables de la courbure des fines plaquettes β -Fe. Cependant, dans leur travail, les plaquettes courbées β -Fe n'ont été trouvées qu'à la base de la coulée. Il semble peu probable que les oxydes soient le résultat des forces qui ont courbé les plaquettes β -Fe. Nous pensons que la courbure des fines plaquettes β -Fe dans ce cas est due à l'action de la force gravitationnelle du poids propre de la coulée et à la modification du strontium, qui augmente la fluidité du liquide. Dans ce travail, les plaquettes minces courbées ne sont observées que dans les échantillons obtenus par le procédé sous pression, ce qui est le résultat de la vitesse

de refroidissement élevée et en particulier de la pression exercée par la force de serrage du moule.

Les cartes EDS des éléments Cu et Mg dans la figure IV.7(c) montrent la co-formation de phases minuscules riches en Cu et Mg dont le diamètre est inférieur à 2 μm . Ces minuscules phases non identifiables se produisent probablement dans la réaction post-eutectique lorsque le dernier pourcentage du liquide se solidifie.

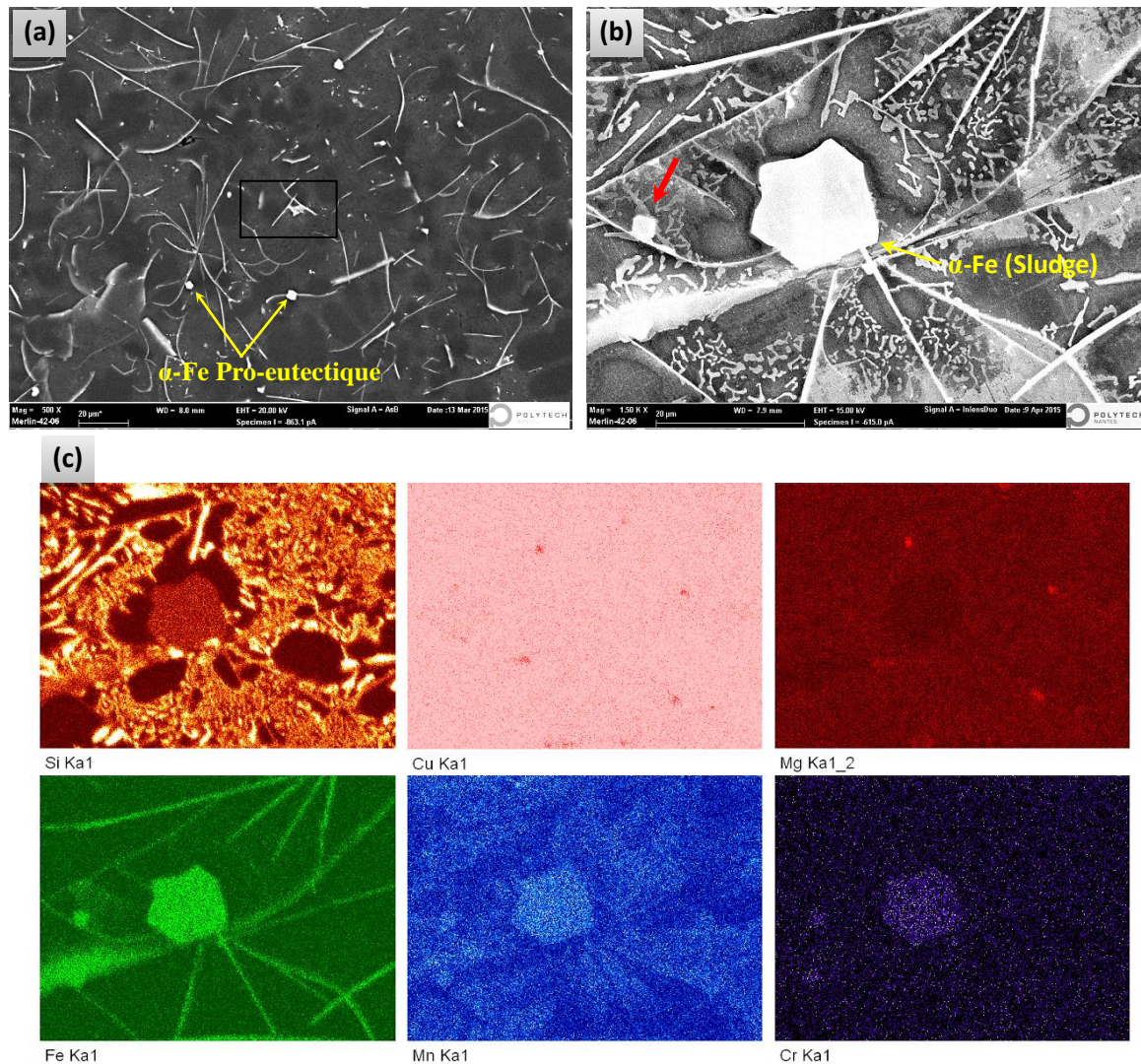


Figure IV.7 : Micrographies MEB et cartographie EDS de la phase $\alpha\text{-Fe}$ polyédrique dans l'alliage coulé sous pression: a) Image BSE montrant les morphologies des particules pro-eutectiques $\alpha\text{-Fe}$ et des plaquettes courbées $\beta\text{-Fe}$; b) Image InlensDuo montrant le polyèdre primaire $\alpha\text{-Fe}$, et c) leurs cartes EDS correspondant aux éléments Si, Cu, Mg, Fe, Mn et Cr.

IV.2.4 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus utilisées pour identifier et caractériser divers aspects des métaux liés à la disposition et à l'espacement de leurs atomes.

L'ajout d'éléments d'alliage, le chauffage ou le refroidissement et les contraintes résiduelles provoquent de légers changements dans les espacements interplanaires, entraînant de légers décalages dans les angles auxquels la diffraction se produit [20]. La mesure des contraintes résiduelles est beaucoup plus complexe, mais l'utilisation de la diffraction des rayons X quantifie ces changements. Les micro-contraintes (ou microdéformations) sont liées à des variations à petite échelle autour de la valeur moyenne de la distance interplanaire, ce qui conduit à un élargissement des raies. Pour les macro-contraintes, elles peuvent être causées par une déformation uniforme d'un ensemble de grains entraînant une déformation globale des distances interréticulaires inférieures à 0,2 %. Une raie de diffraction correspondant à une famille de plans cristallins subira un déplacement conduisant à de légers décalages sur les pics de diffraction des rayons X [21].

La figure IV.8(a) montre les diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons de moulage en sable et sous pression. Les intensités des diagrammes de diffraction des rayons X sont normalisées et présentées en décalage à des fins de comparaison. La recherche dans la base de données du JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standards) a montré que les pics majeurs observés correspondent aux phases Al et Si. Ces phases peuvent être indexées à l'aide des cartes JCPDS sous les numéros : 00-004-0787 et 00-027-1402, respectivement. Cependant, il est à noter que les pics des échantillons coulés sous pression sont tous légèrement décalés vers l'avant par rapport aux pics des échantillons coulés en sable. Le grossissement du pic correspondant à l'intensité maximale Al (111), comme le montre la figure IV.8(b), montre un décalage angulaire ($\Delta 2\theta$) de $0,0224^\circ$ et pas d'élargissement des pics (même largeur à mi-hauteur FWHM). Le décalage des angles de diffraction des rayons X a révélé la présence de contraintes résiduelles élevées (macro-contraintes) dans les échantillons coulés sous pression comparativement aux échantillons coulés en sable. Ces changements dans les positions des pics sont donc attribués à la déformation uniforme des grains résultant de la pression lors de la dernière étape de solidification et à la vitesse de refroidissement élevée.

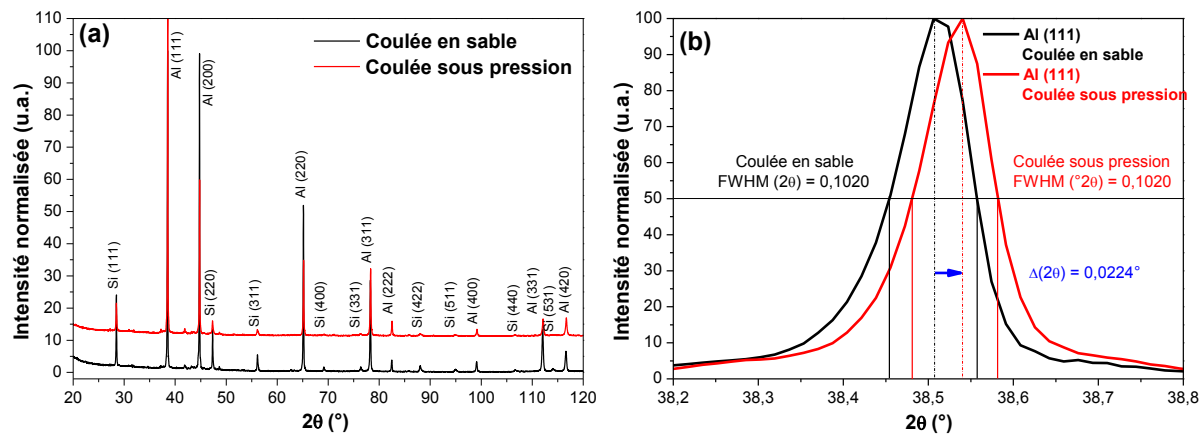


Figure IV.8 : (a) Superposition de diagrammes DRX normalisés obtenus à partir des analyses effectuées sur des échantillons coulés en sable et sous pression, (b) expansion des pics correspondant à l'intensité maximale Al (111).

Les diagrammes de diffraction des rayons X peuvent également identifier les composants des différentes phases, mais la quantité utilisée peut poser certaines difficultés, en particulier lorsque le pourcentage de phases ou les composés individuels présents dans les échantillons sont inférieurs à 1 ou 2% [20]. Pour l'identification des phases mineures, les échantillons ont été gravés en profondeur pendant 30 secondes afin de dissoudre légèrement la matrice épaisse de α -Al et de faire ressortir les autres phases fines. La figure IV.9 montre la superposition du diagramme de diffraction des rayons X expansé pour ces échantillons coulés en sable et sous pression. Les phases les plus importantes présentes dans les spectres, en dehors de la matrice α -Al et du Si eutectique, peuvent être indexées avec des cartes JCPDS sous les numéros: θ -Al₂Si, 00-25-0012; Q-Al₅Cu₂Mg₈Si₆, 00-41-1068; π -Al₈Mg₃FeSi₆, 00-25-1085 ; et M-Mg₂Si, 00-35-0773.

Pour certaines phases de fer, leur identification fait encore l'objet d'un débat permanent. L'existence de ces phases dépend principalement de la vitesse de refroidissement, de la composition chimique et de leur solidification historique. Sur la base des résultats de diffraction des rayons X obtenus, la phase β -Al₅FeSi serait attribuée aux cartes JCPDS sous la référence 00-054-0376, alors que pour la phase α -Al₁₅(FeMnCr)₃Si₂, elle est indexée sous la référence 01-71-4015. Selon Orozco-González *et al.*[22], cette dernière phase correspond à la structure cristalline cubique α bcc-Al₁₇Fe_{3,2}Mn_{0,8}Si₂.

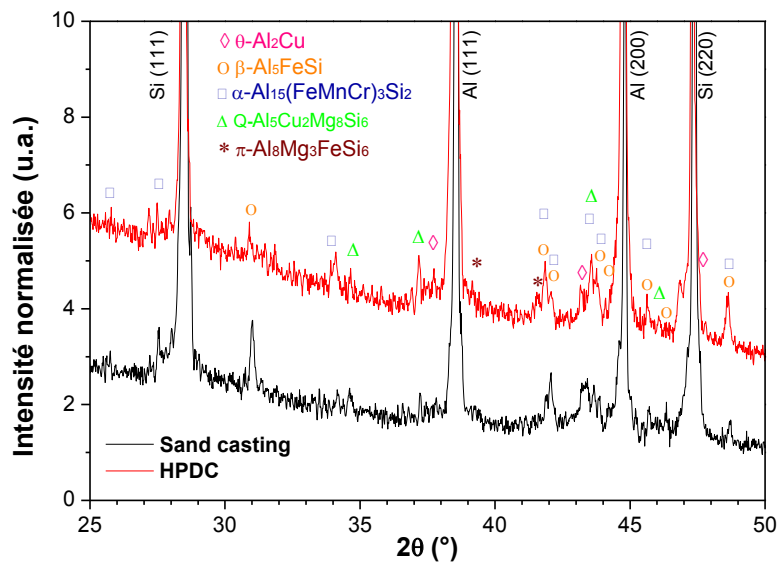


Figure IV.9 : Superposition des diagrammes DRX normalisés d'échantillons attaqués profondément montrant les phases intermétalliques mineures identifiées.

IV.2.5 Morphologie des intermétalliques en trois dimensions

La figure IV.10 montre les micrographies d'échantillons attaqués chimiquement en profondeur pendant 30 secondes, à l'exception de l'échantillon de la figure IV.10(b) qui a été attaqué en profondeur pendant deux heures. Les différents intermétalliques observés dans cette figure présentent une grande variété de morphologies en fonction du processus de coulée et du stade de leur formation lors de la solidification. On peut le voir en comparant les microstructures de la coulée en sable (figure IV.10(a), (c), (e) et (g)) directement avec les microstructures de la coulée sous pression (figure IV.10(b), (d), (f) et (h)).

Les phases θ -Al₂Cu sont plus prononcées dans la coulée en sable et ont été observées dans des précipitations séparées ou simultanément avec les phases Q sur des plaquettes préexistantes β -Fe et Si (Figure IV.10(a)). Cependant dans la coulée sous pression après une attaque chimique profonde de deux heures, elles sont apparues précipitées sous forme de très fines phases dendritiques dispersées dans la microstructure, comme montré dans la figure IV.10(b). Ces nombreuses phases dendritiques de cuivre sont semblables aux feuilles de la fougère dans une forêt. Leurs minuscules dendrites compactes d'environ 8 μ m de longueur étaient en moyenne 4 fois plus petites que les phases de cuivre dans les échantillons coulés en sable.

Comme prévu dans la coulée en sable, le silicium eutectique en 3-D (tridimensionnel) se présente sous la forme de flocons complexes constitués de plaquettes de silicium facettés (figure IV.10 (g)). Contrairement à la coulée en sable, les figures IV.10(f) et (h) pour la

coulée sous pression montrent de petites plaquettes de silicium relativement lisses sur les surfaces externes et qui semblent arrondies avec quelques signes de facettes. Il est important de comprendre que la solidification du silicium commence souvent par la précipitation de la phase primaire du silicium dans la réaction pré-eutectique. Ce silicium primaire est généralement présent dans les deux procédés de la coulée sous forme de cristaux polyédriques réguliers ou de cristaux massifs en forme de plaques lorsqu'on le voit en 3-D. Dans la coulée sous pression, la morphologie du silicium primaire est similaire en apparence à celle du moulage en sable, mais à plus petite échelle. On peut le voir en comparant la figure IV.10(c) avec (d). Comme le montre cette figure, la taille du silicium primaire dans la coulée sous pression a été réduite de manière significative d'environ 2,5 fois par rapport à la coulée en sable.

Xu *et al.* [23] ont constaté que dans toutes les sections polies d'un échantillon, les cristaux de silicium primaire octaédriques seront coupés à des angles aléatoires et, par conséquent, une variété de contours polygonaux de silicium primaire octaédrique dans la section polie seront observés en 2-D comme des contours triangulaires, carrés, trapézoïdaux et hexagonaux. Le silicium hexagonal primaire illustré à la figure IV.10(c) devrait donc être du silicium primaire octaédrique parfait. Le plan de cet hexagone a été observé parallèlement au plan de polissage. Les formes les plus courantes des particules Si primaires sont les parfaits cristaux octaédriques et les cristaux jumelés spinelle. Les cristaux de spinelle typiques contiennent un plan de maillage qui sépare deux formes octaédriques auxquelles font face les plans $\{111\}$ [24]. La figure IV.10(d) montre un cristal de spinelle avec un plan de maillage traversant un angle rentré comme indiqué par la flèche rouge.

Il est à noter que les phases β -Fe apparaissent sous forme d'aiguilles lorsqu'elles sont observées en 2-D, alors qu'elles prennent une morphologie plaquettaire lorsqu'on les observe en 3-D après la technique d'attaque chimique profonde. Les figures IV.10(e) et (f) montrent une réduction significative de la taille des plaquettes β -Fe dans la coulée sous pression par rapport à la coulée en sable. Les mesures de la longueur de ces plaquettes dans la coulée en sable montrent une réduction de plus de cinq fois leur longueur dans la coulée sous pression. La figure IV.10(e) montre également les phases θ - Al_2Cu attachées à la plaquette β -Fe, ce qui confirme l'affirmation précédente selon laquelle les plaquettes β -Fe sont des sites favorables pour la nucléation des phases θ - Al_2Cu . La figure IV.10(f) montre également la morphologie des particules polyédriques α -Fe (sludge) formées dans les échantillons coulés sous pression et qui ont des morphologies régulières du dodécaèdre rhombique [8].

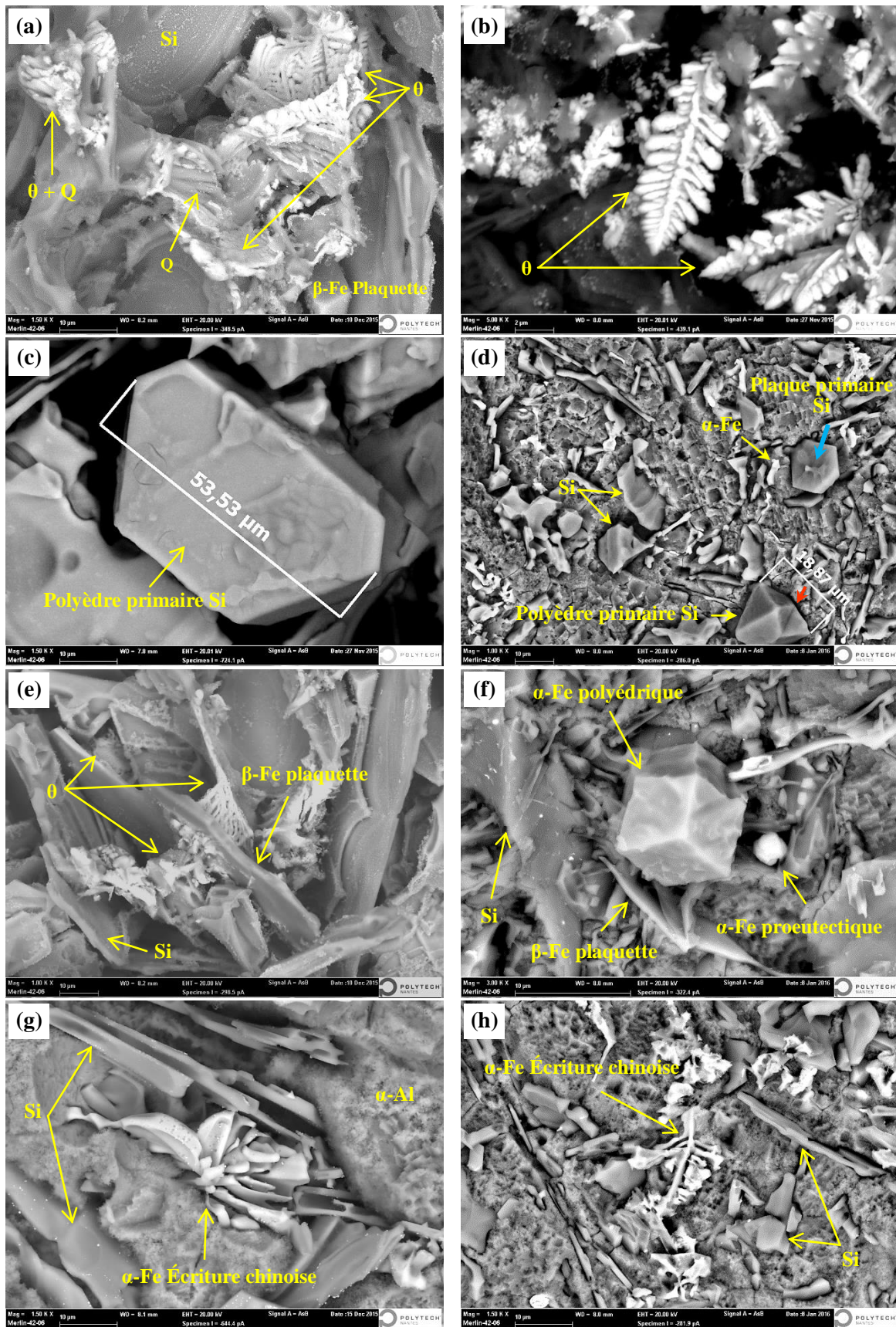


Figure IV.10 : Images 3-D (BSE-MEB) d'échantillons attaqués chimiquement en profondeur montrant la morphologie de : (a)-(b) θ -Al₂Cu, (c)-(d) particules primaires de Si, (e)-(f) β -Fe

plaquettes et particules primaires polyédriques α -Fe, (g)-(h) écriture chinoise α -Fe ; en ((a), (c), (e) et (g))) la coulée en sable et ((b), (d), (f) et (h)) la coulée sous pression.

Les figures IV.10(g) et (h) montrent les morphologies 3-D de la phase en écriture chinoise α -Fe, qui apparaît comme une structure unique interconnectée ressemblant à une morphologie de squelette [25]. Dans la coulée en sable, où la vitesse de refroidissement est réduite, les phases en écriture chinoise α -Fe ont une morphologie squelettique plus grande et leurs bras dendritiques deviennent plus épais, comme le montre la figure IV.10(g). Ces intermétalliques étaient les plus visibles dans la coulée en sable, mais ils étaient rarement trouvés dans la coulée sous pression (figure IV.10(h)). Nous pensons que ces intermétalliques précipiteront sous une autre forme intermétallique dans la coulée sous pression, comme les particules polyédriques α -Fe.

IV.2.6 Morphologies spéciales du silicium primaire

La morphologie, la taille et la distribution du silicium primaire peuvent changer de façon significative pendant la solidification, selon la composition, la vitesse de refroidissement et la modification chimique [26]. Le silicium primaire a toujours tendance à prendre des morphologies différentes telles que des cristaux polyédriques parfaits, en forme de plaques, en forme d'étoile ou des cristaux dendritiques. Dans cet alliage proche de l'eutectique, les particules en forme étoilée, dendritique et l'octaèdre imparfait (cristaux creux en forme de trémie) ne sont pas observées. Avec une vitesse de refroidissement plus élevée, la présence de cristaux polyédriques parfaits est toujours plus élevée dans la coulée sous pression que dans la coulée en sable. Atasoy *et al.* [27] ont observé que les cristaux octaédriques se développaient sur une large gamme de vitesses élevée dans des alliages hyper-eutectiques à croissance directionnelle. Des cristaux hexagonaux en forme de plaques ont été observés à faible vitesse de refroidissement. Lorsque la force motrice est réduite à faible vitesse de refroidissement, la croissance peut être facilitée par le mécanisme TPPE sur l'interface [28], comme le montre le schéma de la figure IV.11(b). Les plaques hexagonales primaires en silicium avec des facettes {111} et des plans maclés ont été mentionnées dans des publications antérieures [24, 27, 29-30]. Les auteurs affirment que l'existence de deux ou plusieurs plans maclés parallèles le long des bords qui sont parallèles à l'une des directions {110} suggère que la plaque hexagonale se développe le long des directions {112} par le mécanisme TPPE.

La figure IV.11(c)-(g) illustre le mécanisme de croissance du TPPE selon le modèle de Hamilton et Seidensticker [31]. La figure IV.11(c) montre un cristal de silicium, contenant un

seul plan maclé, contourné par les six lignes d'intersection des paires de plans $\{111\}$. L'angle extérieur entre ces plans de délimitation est alternativement de 141° et 219° . Le premier est un coin rentrant ; le second est une structure en forme de crête. En raison de la liaison plus favorable pour un atome joignant un coin rentrant qu'un coin joignant une crête, les coins rentrants sont des sites de nucléation plus favorables que les crêtes. La croissance rapide sur le coin rentrant s'arrête lorsqu'un solide trigonal entièrement délimité par des crêtes se forme, comme le montre la figure IV.11(d). Cependant, si le cristal a deux plans maclés au lieu d'un seul, comme le montre la figure IV.11(e), il aura six coins rentrants situés le long des directions $\langle 211 \rangle$. Dans ce cas, la croissance sur les coins rentrants génère plus de coins rentrants. La figure IV.11(f)-(g) montre la croissance d'un cristal solide en plusieurs étapes qui peuvent être produites simultanément [26].

La figure IV.11(a) montre une micrographie MEB du silicium primaire massif en forme de plaque avec une forme hexagonale parfaite qui a été trouvée dans la coulée en sable [32]. Les angles de cette plaque hexagonale sont de 120° , ses bords sont égaux et ont une longueur moyenne d'environ $47 \mu\text{m}$. Ce cristal hexagonal en forme de plaque, lorsqu'il a été observé pour la première fois, était dans sa position horizontale sous la forme d'un hexagone parfait comme montré sur la figure IV.11(b). La force induite par le faisceau d'électrons sur la surface du cristal l'a fait basculer de sa position horizontale vers une position inclinée, comme le montre la figure IV.11(a). L'instabilité de cette plaque est due à l'attaque profonde d'environ deux heures qui a dissous efficacement la matrice d'aluminium à la surface de l'échantillon. Grâce à de cette inclinaison, on a observé que la plaque hexagonale ne contenait qu'un seul plan de maclage parallèle à ses deux faces extérieures. La figure IV.11(a) confirme les conclusions de Hamilton et Seidensticker [31] uniquement aux premiers stades de la croissance. Le cristal en forme de plaque a été observé comme une plaque hexagonale parfaite avec des faces planes parallèles à un plan de maclage interne $\{111\}$. Les bords de la plaque sont formés par trois rainures de 141° alternant avec trois crêtes de 219° . Cependant, la croissance latérale, qui nécessite au moins deux plans maclés qui génèrent d'autres angles plus rentrants, n'a pas été observée. De plus, le périmètre du coin concave qui arrête la croissance lorsque la plaque est complètement délimitée par des crêtes de 219° n'est pas atteint, comme le montre la figure IV.11(d). La croissance importante de cette plaque (d'environ $85 \mu\text{m}$) et sa forme hexagonale parfaitement régulière sans être entièrement limitée par la formation de crêtes montre qu'il n'y a aucune preuve que le mécanisme de croissance devrait avoir un

deuxième plan double pour la croissance des cristaux de silicium primaire, comme dans le système TPRE.

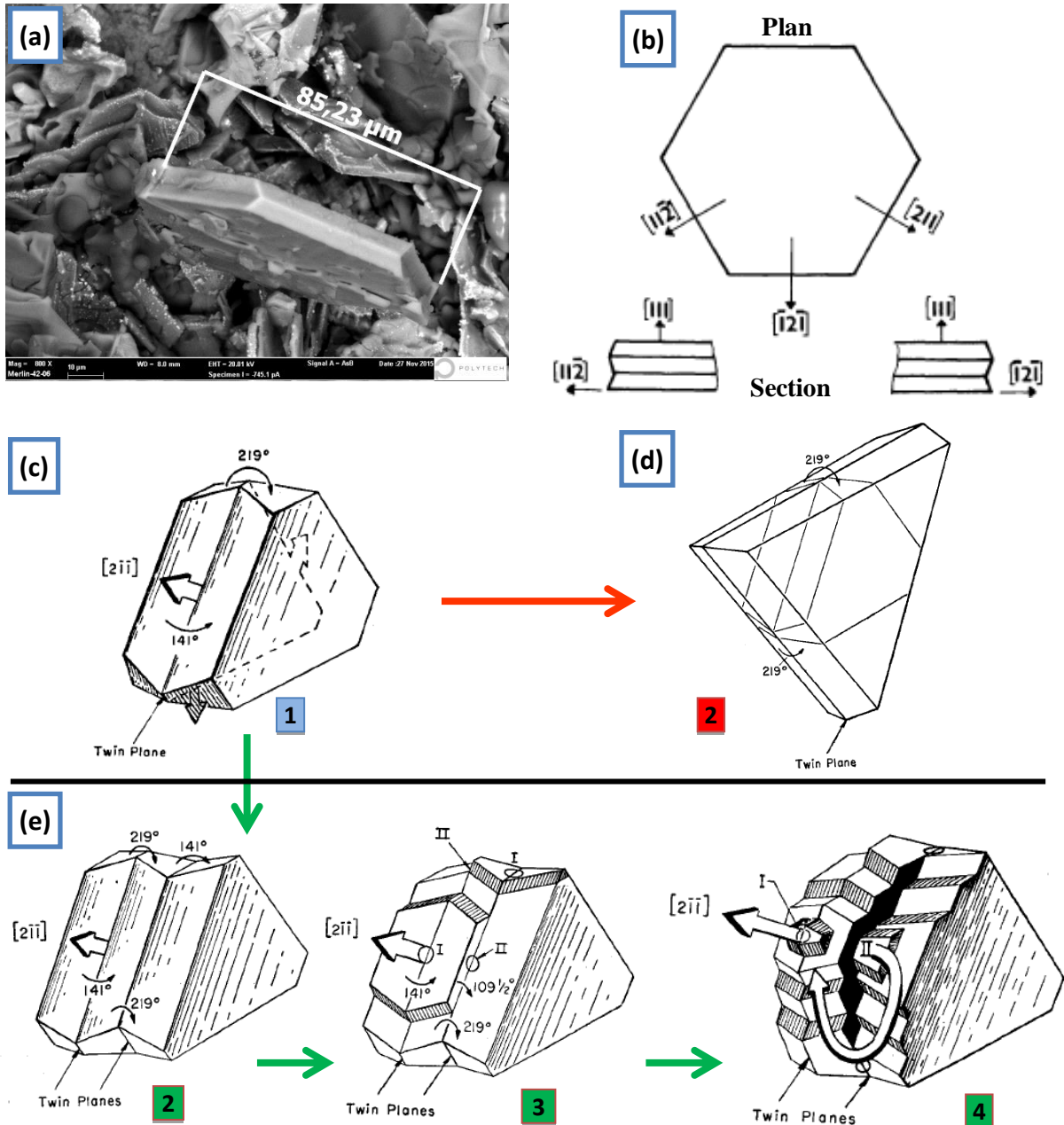


Figure IV.11 : (a) Image BSE-MEB d'une plaque de Si primaire de forme hexagonale parfaite formée dans la coulée en sable [32]; (b) schéma de cristaux multiples en forme de plaques de maillage montrant des arêtes et des rainures rentrantes alternées [30]; (c) cristal avec un seul plan maillé, (d) arrêt de la croissance et fermeture des plans maillés en raison de la formation des crêtes, (e) évolution du cristal avec plusieurs plans de maillage [31].

La figure IV.12(a) montre un type de plaque hexagonale typique observée dans la coulée sous pression [32]. En comparant cette figure avec la figure IV.11(a) de la coulée en sable, on peut constater que la vitesse et la pression de refroidissement élevées peuvent considérablement affiner les plaques de silicium primaire et réduire leurs tailles moyennes de

85 à 17 μm . La figure IV.12(b) montre les résultats de Wang *et al.* [33] sur le mécanisme de croissance du silicium primaire en fonction de la surfusion. Ils ont suggéré que la croissance des cristaux facettés devrait se faire en trois étapes. Le stade initial est une croissance non facettée avec une forme externe arrondie (0-15 μm). A ce stade, la croissance initiale du germe cristallin est contrôlée par diffusion; ainsi, les vitesses de croissance radiales du germe cristallin isolé flottant dans la fusion des alliages Al-Si sont isotropes. Dans la seconde étape, entre environ 15 et 50 μm , une morphologie à facettes prédomine, les $\{111\}$ facettes imposant une forme octaédrique plus ou moins parfaite. Dans la troisième étape, lorsque le diamètre dépasse environ 50 μm , l'effet déstabilisant des tendances représentées par les déviations par rapport à la forme octaédrique commence à l'emporter sur la tendance, ce qui entraîne des cristaux de trémie creux et des excroissances dendritiques. À ce stade, les particules deviennent instables en raison de la précipitation des impuretés le long des plans $\{111\}$. La croissance des coins est encore permise, mais la croissance le long des plans $\{111\}$ forme des macrosteps [23]. Les diamètres des cristaux auxquels les transitions se produisent sont susceptibles de varier en fonction des différentes conditions de gel. Des vitesses de refroidissement élevées pendant la solidification obligent la croissance du Si primaire à entraver la troisième étape. Cela permet de conserver les particules de Si primaire dans des tailles inférieures à 50 μm [34]. Faust et John [35] ont rapporté que la présence de deux plans de maclage ou plus assure une réentrance indestructible dans les cristaux en forme de plaque. La nucléation sera plus facile au niveau des rainures (G) qu'au niveau des arêtes (R) (Figure IV.12(c)). Si la sursaturation est maintenue basse par refroidissement lent après la formation des noyaux d'origine, seuls les noyaux contenant des plans maclés continueront à se développer. Si la vitesse de refroidissement est rapide, de sorte qu'une sursaturation élevée est créée, la présence de réentrances sera relativement moins avantageuse.

La plaque dans la figure IV.12(a) a une forme hexagonale parfaite intermédiaire entre un hexagone régulier et un triangle équilatéral [32]. Cependant, cette figure montre une vue horizontale d'une plaque épaisse de Si sur laquelle les réentrances ne sont pas visibles en vue latérale. On peut donc s'attendre à ce que les plaquettes qui se rapprochent d'une forme triangulaire aient encore tendance à être hexagonales, comme on peut le voir avec la flèche bleue sur la figure IV.10(d). En général, dans la coulée sous pression, la majorité des particules de silicium primaires en forme de plaques ne sont pas parfaitement formées, mais présentent une déformation et un développement imparfaits dus à toutes les perturbations qui se produisent pendant la croissance [35]. Un comportement étrange a été observé à la fin de la

période de croissance des plaques primaires dans la coulée sous pression. Aux sommets de ces particules, elles ont souvent la forme d'une petite boucle de cheveux ou d'un petit chapeau. Cela est dû aux perturbations des facettes qui avaient commencé à se développer aux coins de la plaque, indiquant que l'interface était devenue localement instable. La perturbation de la croissance se produit lorsque le cristal se refroidit rapidement à la température ambiante. Les différentes parties du cristal refroidissent à des vitesses différentes. La périphérie est plus froide que le centre et par conséquent, elle se contracte plus que le centre et comprime le cristal. Maintenant, le centre est le plus chaud et peut donc être le dernier à se solidifier pour donner cette forme. Ces déformations se produisent principalement au sommet du cristal sous pression, comme on peut le voir aux figures IV.10(d) et IV.12(a) (indiquées par des flèches bleues). La caractéristique la plus frappante des particules du silicium primaires formées dans la coulée sous pression est que cette déformation n'est visible que dans les particules en forme de plaque, mais pas dans les particules polyédriques en forme octaédriques (Figure IV.10(d)).

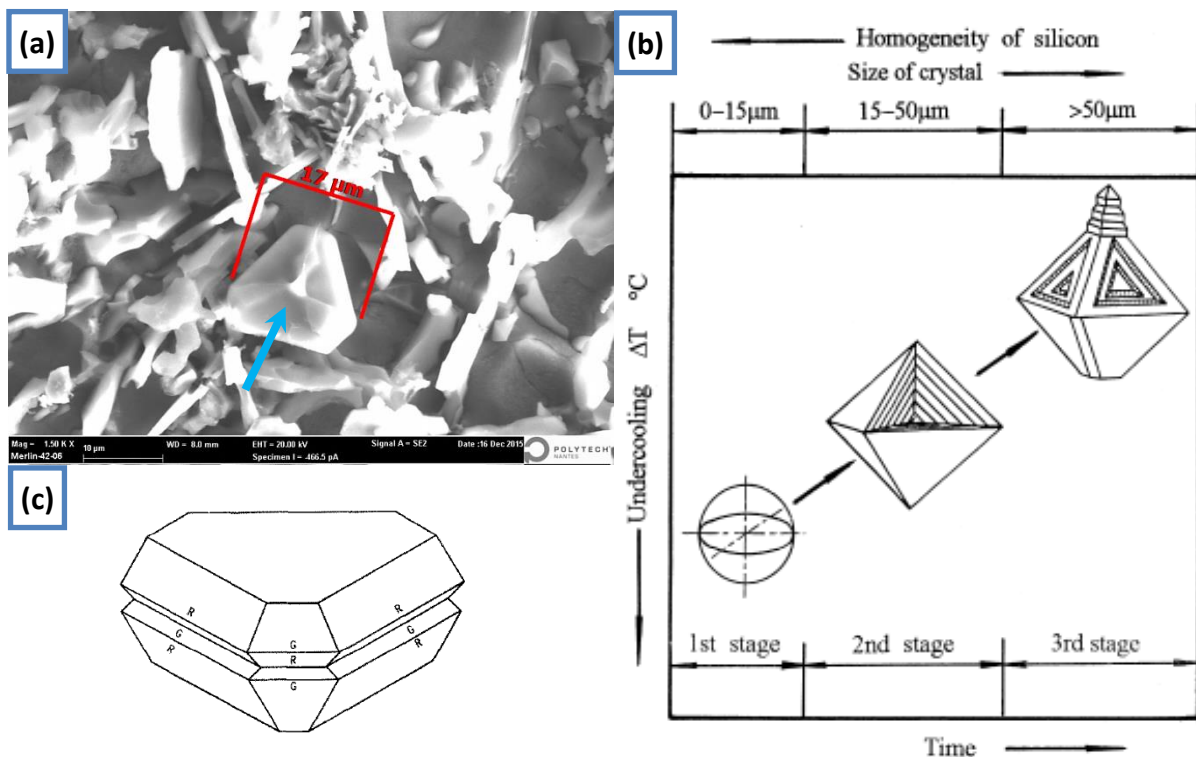


Figure IV.12 : (a) Forme hexagonale d'une plaque observée dans la coulée sous pression, (b) les trois stades de croissance du silicium primaire en fonction de surfusion [32], (c) plaque idéale avec des plans de maillage [35].

IV.2.7 Essais de dureté

La taille et la morphologie du silicium eutectique dans les pièces coulées en alliage eutectique Al-Si sont contrôlées par la solidification rapide. Cependant, la distribution du

silicium primaire est en grande partie déterminée par les processus de coulée où les cristaux de silicium sont initiés. Lorsque tout le silicium primaire est initié et développé dans un moule en sable, il a tendance à se répartir uniformément dans toute la coulée résultante. Dans la coulée sous pression, la masse fondue est fortement refroidie, ce qui provoque l'apparition de cristaux primaires à divers endroits le long du trajet d'écoulement. La distribution et la taille des cristaux de silicium primaires sont généralement non uniformes.

La phase de silicium a une rigidité et une résistance supérieures à celles de la matrice α -Al. De petites indentations permettent d'éviter les cristaux de silicium primaire ou le silicium eutectique grossier. Par conséquent, l'essai de dureté dans ce travail est limité aux indentations à grande échelle (HV5). Une série de 15 empreintes ont été réalisées pour obtenir une valeur moyenne statistiquement significative de la dureté dans ces échantillons. Les empreintes ont été prises à des endroits éloignés de toute porosité et de la zone de refroidissement rapide, comme le montre la figure IV.1.

La dureté élevée dépend généralement du processus de coulée et de la vitesse de refroidissement. Comme le montre la figure IV.13, la dureté des échantillons coulés sous pression était, en moyenne, 11 % plus élevée que celle des échantillons coulés en sable. La dureté élevée de la coulée sous pression peut être attribuée à la solution solide sursaturée et à la microstructure hautement raffinée.

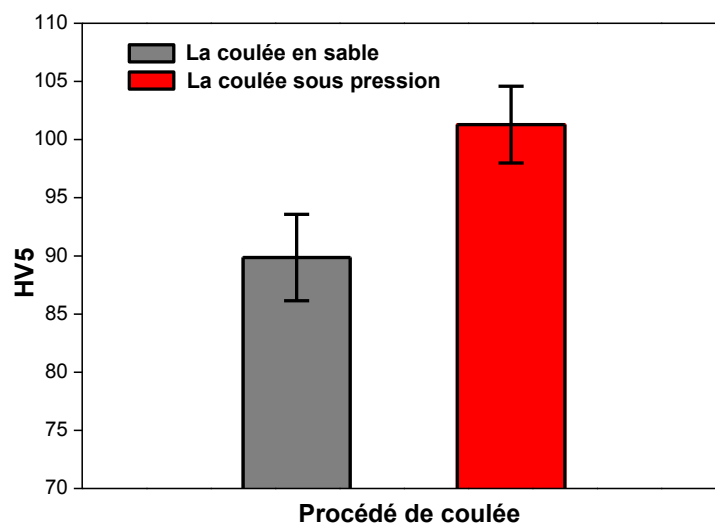


Figure IV.13 : Représentation graphique des valeurs de dureté de l'alliage produit par les coulées en sable et sous pression.

IV.3 Effet des éléments d'addition et les traitements thermiques sur le durcissement des alliages d'aluminium

IV.3.1 Introduction

L'influence de la teneur en Cu sur la microstructure et la dureté a été étudiée par plusieurs chercheurs. Lorsque la teneur en Cu augmente, la dureté de la matrice et la résistance à la traction augmentent au détriment de la ductilité [36-37]. Un effet similaire a été observé pour l'addition de Mg, il améliore la dureté et la résistance à la traction [38] et modifie également le silicium eutectique [39]. De plus, l'augmentation de la teneur en Mg à des niveaux élevés ($Mg > 1\%$ en poids) peut transformer complètement les aiguilles β - Al_5FeSi en phases π - $Al_8Mg_3FeSi_6$ en forme d'écriture chinoise [40].

Le but principal du traitement thermique de mise en solution (MES) est d'obtenir une solution solide sursaturée ; cependant, une température de solution plus élevée pourrait conduire à la fusion naissante des phases Al_2Cu dans les alliages Al-Si-Cu. Ce phénomène a été étudié par Samuel [41] pour les alliages Al-Si-Cu-Mg. Les résultats ont montré que dans les alliages à faible teneur en magnésium (0,04% en poids de Mg), θ - Al_2Cu fond à 540°C. L'augmentation de la teneur en magnésium (0,5% en poids de Mg) réduit la température de fusion initiale des phases Q - $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$ et θ - Al_2Cu à 505 °C. De plus, Jarfors *et al.* [42] ont rapporté que pour éviter la fusion des joints de grains, la température de solution restrictive pour les alliages Al-Si-Cu devrait être limitée à 525 °C pour 1 % en poids de Cu et à 495 °C pour plus de 2 % en poids de Cu ; les auteurs ont également rapporté que les alliages Al-Si-Mg permettent des températures plus élevées que les alliages Al-Si-Cu-Mg.

Le vieillissement artificiel est l'étape finale dans le développement des propriétés des alliages d'aluminium traités thermiquement. Le vieillissement se produit généralement à une température élevée de 170-210°C [43], et sa réponse dépend principalement du degré de sursaturation par les éléments Mg et Cu, qui sont les principaux paramètres attendus pour contrôler les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium après le traitement thermique de mise en solution [44].

Cette partie examine les effets des temps de mise en solution et de vieillissement sur la microdureté des alliages Al-Si-Cu et Al-Si-Mg. La microscopie optique et la microscopie électronique à balayage (MEB) équipées de spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) sont utilisées pour identifier les différentes phases intermétalliques dans les deux alliages tels qu'ils sont coulés et après traitement thermique. Les évolutions des microstructures des deux

alliages en fonction des différents temps de mise en solution et de vieillissement ont été également suivies par des scannes de diffraction de rayons X et des mesures de microdureté. Les mécanismes de durcissement de ces alliages contenant de petites quantités de Cu et de Mg seront analysés et discutés afin de déterminer les meilleurs temps optimaux de mise en solution et de vieillissement pour les applications typiques possibles de ces alliages.

IV.3.2 Microstructures à l'état de coulée

La figure IV.14 montre les microstructures des alliages E1 et E2 tels que coulés. Les microstructures sont constituées de dendrites d'aluminium primaire (α -Al), marquées (1), entourées du Si eutectique, marqué (2), et des différentes phases intermétalliques (marquées 3 à 8), qui sont identifiées comme suit : (3) la phase primaire α -Al₁₅(FeMnCr)₃Si₂ en forme d'étoile; (4) la phase α -Al₁₅(FeMnCr)₃Si₂ en écriture chinoise; (5) θ -Al₂Cu ; (6) la phase β -Al₅FeSi en aiguille ou plaquette; (7) la phase π -Al₈FeMg₃Si₆ et (8) la phase M-Mg₂Si en écriture chinoise également.

Il a été rapporté que la vitesse de refroidissement est l'un des paramètres les plus importants pour déterminer les propriétés mécaniques ou physiques des alliages [45]. La coulée dans des moules de petite section augmente la vitesse de refroidissement et réduit le temps de solidification, ce qui conduit à des microstructures plus raffinées [46]. Dans cette partie, les échantillons solidifiés dans des moules métalliques de cavité de 10 mm de diamètre ont donné des dendrites α -Al et des intermétalliques beaucoup plus petites en taille avec du silicium eutectique plus raffiné. La taille moyenne de l'espacement des bras dendritiques secondaires (SDAS) observée dans les échantillons de l'alliage E1 et E2 est de 18 et 24 μ m, respectivement. Le silicium eutectique dans l'alliage E1 (figure IV.14(a) et (c)) se présente sous la forme de larges plaquettes aciculaires comparativement à la structure lamellaire fibreuse de l'alliage E2 (figure IV.14(b) et (d)). Ce résultat est dû à l'addition de 0,65 % en poids de Mg, ce qui réduit la température eutectique et entraîne un sous-refroidissement plus élevé [38].

La forme des composés α -Fe marqués (3) dans l'alliage E1 a principalement acquis une morphologie en forme d'étoile ou étoile éclatée (figure IV.14(a), (c) et (e)), qui se forme souvent dans les dendrites d'aluminium primaire. Pendant la période pré-dendritique de solidification, la phase primaire α -Fe, formée à haute température, consomme une partie du silicium présent dans l'alliage, ce qui explique son existence toujours là où la concentration globale en silicium est très faible [47].

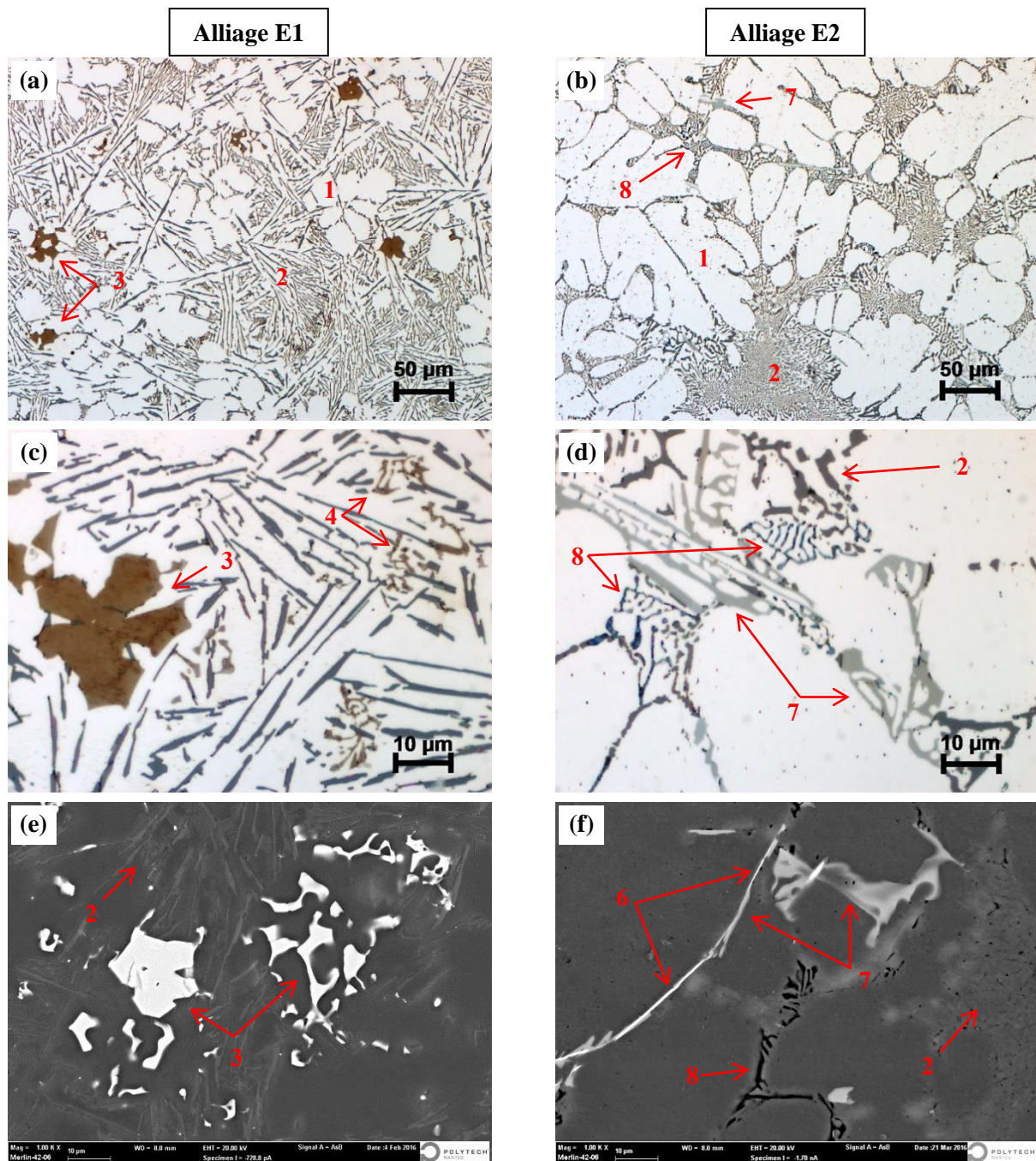


Figure IV.14 : Micrographies optiques montrant (a-b) la taille des dendrites α -Al marquées (1) ; (c-d) la morphologie des particules de silicium eutectique marquées (2) ; et (e-f) (BSE)-(MEB) images correspondant respectivement aux alliages E1 et E2 tels que coulés. Les phases marquées par (3) et (4) se réfèrent respectivement aux phases α - $\text{Al}_{15}(\text{FeMnCr})_3\text{Si}_2$ en morphologie étoilée et aux écritures chinoise dans l'alliage E1 ; ainsi que par (6), (7) et (8) pour les phases β - Al_5FeSi , π - $\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$ et $\text{M-Mg}_2\text{Si}$, respectivement dans l'alliage E2.

La phase α -Fe en morphologie d'écriture chinoise, marquée (4) dans la figure IV.14(c), s'est développée avec la phase eutectique Al-Si après la croissance des dendrites α -Al et les phases étoilées α -Fe. Cette phase en écriture chinoise forme avec la phase eutectique fine Al-

Si à la fin de la solidification (co- ou post-eutectique) [48]. Aucune phase en forme d'aiguille β -Fe n'a été observée dans la microstructure de l'alliage E1. Le facteur de ségrégation des composés intermétalliques primaires (sludge factor) calculé pour l'alliage E1 est d'environ 1,38 ; la formation des composés intermétalliques primaires de fer dans cet alliage est en bon accord avec les résultats rapportés par Shabestari [47].

Les phases de θ - Al_2Cu , marquées (5) dans la figure IV.15(a), sont trop petites et finement dispersées pour être clairement visibles sous un microscope optique. Ceci peut être attribué à la faible teneur en cuivre (0,31 % en poids de Cu) de l'alliage E1 et à la vitesse de refroidissement élevée dans les moules métalliques.

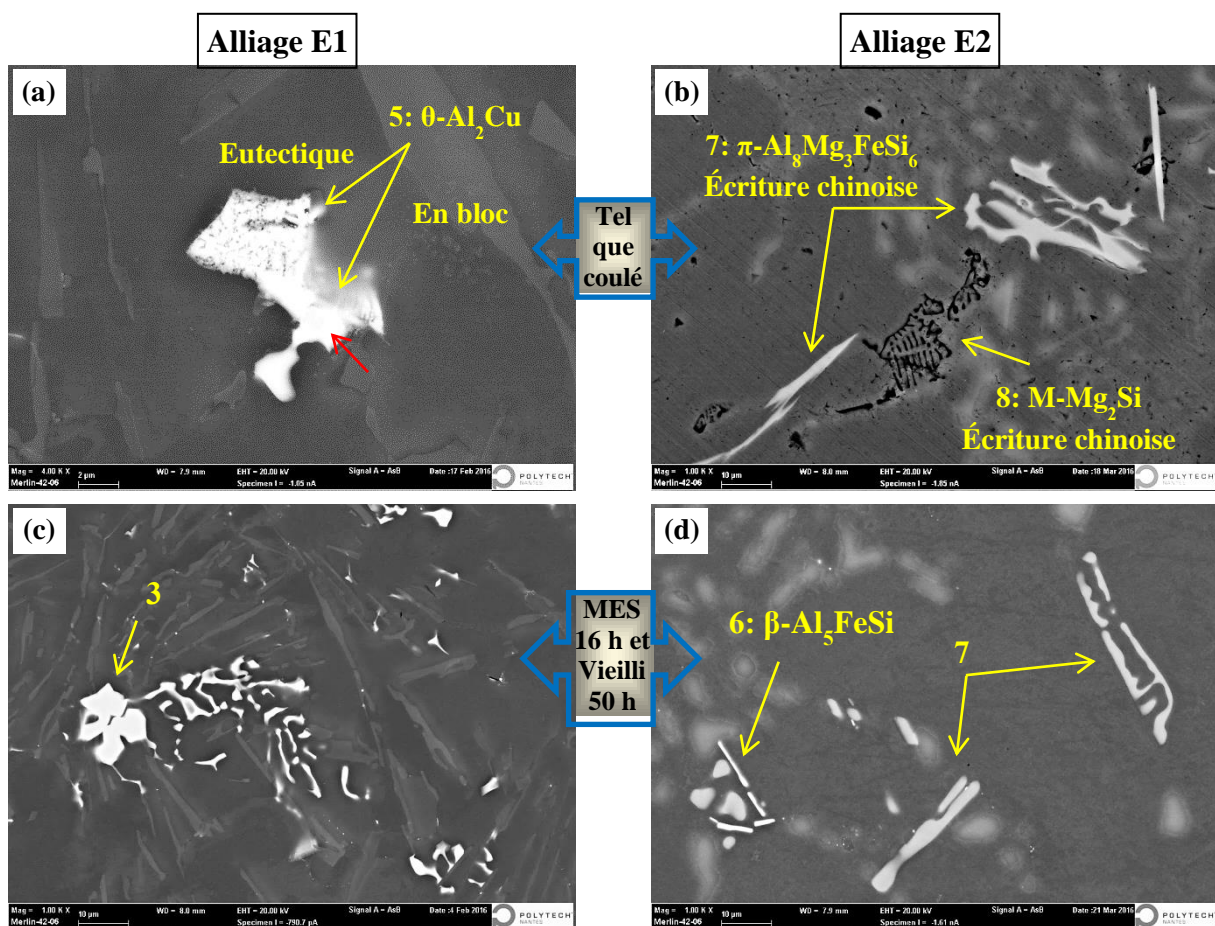


Figure IV.15 : Micrographies (BSE)-MEB des alliages E1 et E2 (a-b) à l'état coulé ; et (c-d) après une MES de 16 h à 525 °C suivie de 50 h de vieillissement à 210 °C.

L'ajout de Mg modifie non seulement le silicium eutectique mais transforme également la phase β - Al_5FeSi à la phase π - $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$, marquée respectivement (6) et (7). La figure IV.14(f) montre quelques phases β - Al_5FeSi qui ont été observées conjointement avec la phase π - $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ dans la microstructure de l'alliage E2. Farkoosh *et al.* [49] ont rapporté qu'avec $\text{Mg} > 0,47$ % en poids, une réaction péritectique transforme la phase β en la phase π ,

et à des niveaux de Mg supérieurs à 0,6 % en poids, la phase β est complètement remplacée par la phase π ; ceci est dû à la consommation de tout le fer (Fe) pour la formation de la phase π . Les images microscopiques optiques de la figure IV.14(d) montrent cette phase de couleur marron clair, tandis que dans les micrographies électroniques rétrodiffusées (BSE)-MEB données dans la figure IV.15(b) et (d), elle apparaît en gris clair.

D'autres additions de magnésium convertissent d'abord la phase β en phase π , et lorsque toute la phase β est transformée en phase π , le magnésium en excès apparaît dans la phase M-Mg₂Si, marquée (8). Cette phase a une morphologie en écriture chinoise, avec une gamme de couleurs allant du bleu vif au noir lorsqu'elle est visualisée en microscopie optique (figure IV.14(d)). Dans les micrographies (BSE)-MEB (figures IV.14(f) et IV.15(b)), la phase apparaît avec une morphologie d'écriture chinoise noire foncée [50].

IV.3.3 Identification de phase

Dans cette partie de la recherche, l'analyse de la composition chimique et les spectres EDX correspondant aux phases identifiées dans les deux alliages sont présentés au tableau IV.3 et à la figure IV.16.

La stoechiométrie calculée pour les composés en étoile dans l'alliage E1 correspond à Al_{10,6}(FeMnCrV)_{2,9}Si₂ (figure IV.16(a)). Cette phase est donc plus proche de la phase primaire Al₁₅(FeMn)₃Si₂ observée par Mondolfo [14], où le fer, le manganèse, le chrome et le vanadium sont tous des éléments de transition et peuvent être remplacés les uns par les autres dans la réaction pré-dendritique. Cependant, la stoechiométrie des particules en écriture chinoise α -Fe, marquées (4), observées dans le même alliage E1 correspond approximativement à Al₁₇(FeMnCrCu)_{2,5}Si₂. La présence de traces de cuivre confirme que cette phase se forme dans la réaction eutectique à la fin du processus de solidification avec la phase θ -Al₂Cu (figure IV.16(c)). Ces résultats stoechiométriques sont proches de ceux trouvés par Hernández *et al.* [51]. L'identification des phases α -Fe varie d'un alliage à un autre car la même phase peut avoir des morphologies très différentes selon la composition chimique de l'alliage et son stade de solidification [48].

La micrographie (BSE)-MEB présentée à la figure IV.15(a) montre que le cuivre peut être présent sous différentes formes, comme des blocs compacts θ -Al₂Cu, en phases eutectiques (Al + θ -Al₂Cu) ou comme un mélange des deux formes. L'analyse de la phase au niveau du bloc compact θ -Al₂Cu, indiquée par la flèche rouge dans la figure IV.15(a), montre qu'elle a une stoechiométrie correspondante à Al_{1,5}(CuMgNiZnSi), qui est proche de la phase

θ -Al₂Cu. Le spectre EDS correspondant à cette phase présenté à la figure IV.16(e) montre également la présence de petites quantités de Mg, Ni, Si, Zn et Sn.

Alliage	Phase	Élément (%)		Formule calculée	Formule suggérée
E1	N°:3	Al	56.66	α -Fe en étoile Al _{10.6} (FeMnCrV) _{2.9} Si ₂	α -Al ₁₅ (FeMnCr) ₃ Si ₂
		Si	11.18		
		Fe	19.77		
		Mn	8.99		
		Cr	2.59		
		V	0.81		
E1	N°:4	Al	69.97	α -Fe écriture chinoise Al ₁₇ (FeMnCrCu) _{2.5} Si ₂	α -Al ₁₅ (FeMnCr) ₃ Si ₂
		Si	8.54		
		Fe	15.20		
		Mn	4.40		
		Cr	0.90		
		Cu	0.99		
E2	N°:5	Al	53.68	θ en bloc Al _{1.5} (CuMgNiZnSi)	θ -Al ₂ Cu
		Si	3.73		
		Mg	2.87		
		Ni	1.05		
		Cu	36.08		
		Zn	1.60		
E2	N°:6	Al	59.78	β -Fe aiguille Al ₅ (FeMnMg)Si _{1.4}	β -Al ₅ FeSi
		Si	17.54		
		Fe	20.48		
		Mn	0.60		
		Mg	1.59		
E2	N°:7	Al	51.54	π écriture chinoise Al _{11.6} FeMg _{3.4} Si _{5.5}	π -Al ₈ FeMg ₃ Si ₆
		Si	25.59		
		Fe	9.19		
		Mg	13.68		
E2	N°:8	Al	36.19	M écriture chinoise Al _{1.4} Mg _{1.6} Si	M-Mg ₂ Si
		Si	26.74		
		Mg	37.07		

Tableau IV.3 : Analyses EDS des phases intermétalliques mesurées dans les alliages E1 et E2.

Dans le cas de l'alliage E2, les analyses EDS montrent que la phase β -Fe en forme d'aiguille a une stoechiométrie correspondante à Al₅(FeMnMg)Si_{1.4} (figure IV.16(b)), et qui est très proche à la phase typique β -Al₅FeSi. Le spectre de la phase π -Fe en morphologie d'écriture chinoise montré dans la figure IV.16(d) révèle que les seuls éléments associés à cette phase sont Fe, Mg, Si, et Al. La formule calculée à partir de l'analyse EDS de cette phase correspond à Al_{11.6}FeMg_{3.4}Si_{5.5}, ce qui est assez proche de la stoechiométrie de la phase typique π -Al₈FeMg₃Si₆. La concentration légèrement élevée de l'élément Al est causée par

l'aluminium de la matrice environnante. Ce résultat est en bon accord avec l'identification de la phase π - $\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$ publiée par Samuel *et al.* [40]. L'analyse EDS de la phase M en morphologie d'écriture chinoise noire présentée au tableau IV.3 révèle une stoechiométrie de $\text{Al}_{1.4}\text{Mg}_{1.6}\text{Si}$, qui est proche de $\text{M-Mg}_2\text{Si}$. Comme le polissage mécanique enlève la plus grande partie de la surface de la phase M aux différentes étapes de polissage, la concentration d'aluminium est beaucoup plus élevée que la concentration stoechiométrique prévue. Le spectre EDS pour cette phase, illustré à la figure IV.16(f), montre clairement que le pic Al est supérieur au pic Si. Ceci est dû au fait qu'une partie du signal est transmise par la matrice.

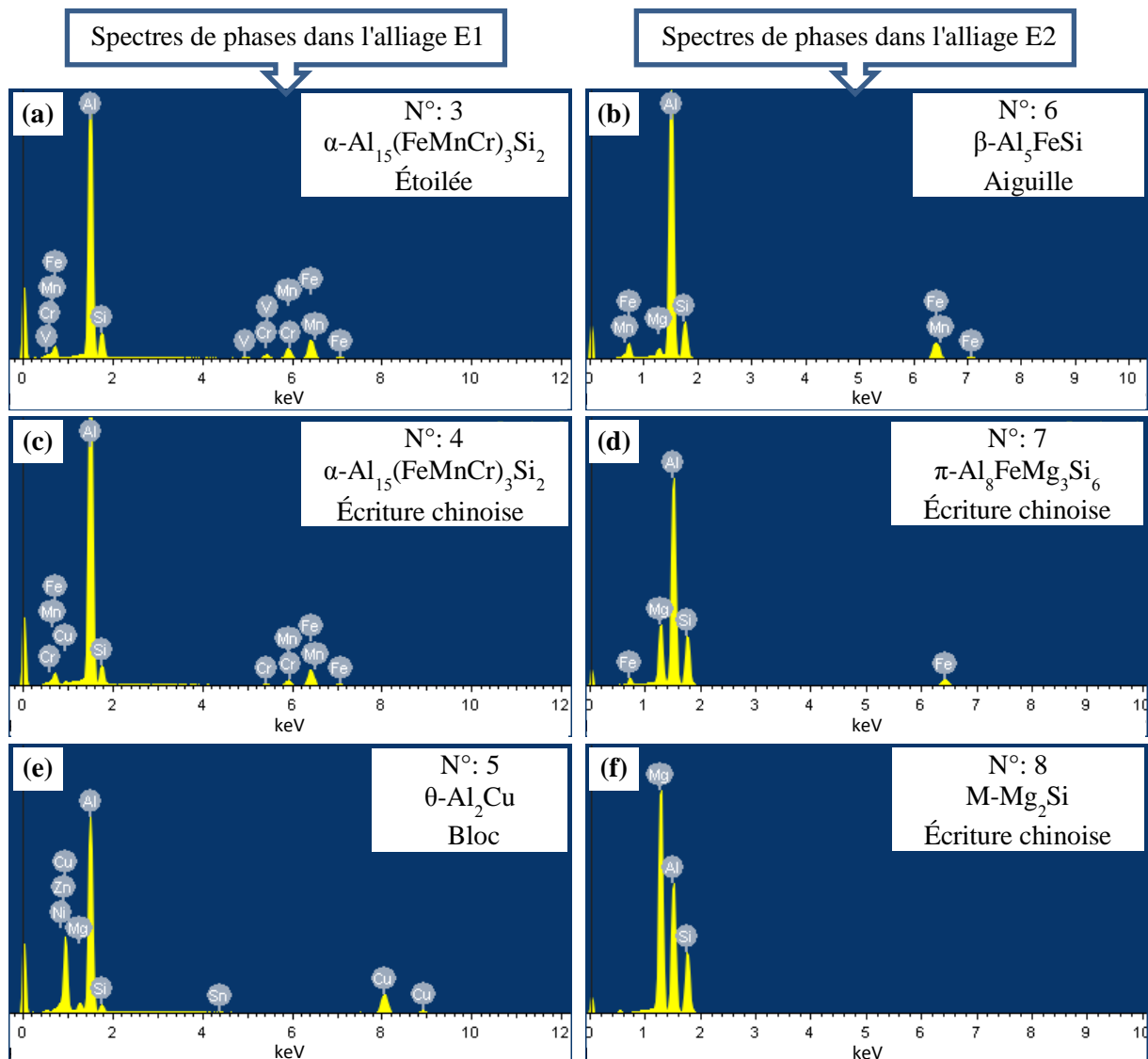


Figure IV.16 : Spectre EDS correspondant à (a) $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{FeMnCr})_3\text{Si}_2$ en morphologie étoilée; (b) $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$; (c) $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{FeMnCr})_3\text{Si}_2$ en morphologie d'écriture chinoise; (d) $\pi\text{-Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$; (e) $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ et (f) $\text{M-Mg}_2\text{Si}$.

IV.3.4 Effet de la mise en solution

La figure IV.17 montre l'évolution de la morphologie des particules de silicium à différents temps de MES à 525 °C. A 5 min de MES (figure IV.17(a)-(b)), les particules de silicium ne sont que partiellement dissoutes dans la matrice α -Al. A 15 min de MES (figure IV.17(c)-(d)), les particules de silicium se divisent en plusieurs petites particules qui tentent de se sphéroïdiser. L'augmentation du temps de MES de 15 min à 8 h (Figure IV.17(e)-(f)) a montré la fragmentation, la sphéroïdisation et le grossissement des particules de Silicium. Avec une MES prolongée à 16 heures, les particules de silicium deviennent plus épaisses et plus espacées (figure IV.17(g)-(h)).

Selon la littérature, la fragmentation et la sphéroïdisation du silicium eutectique se produit dans une première étape, dans une deuxième étape, le silicium eutectique devient plus large. Par conséquent, la durée de mise en solution optimal recommandé doit être choisie à la fin de la première étape [52].

Les phases α -Fe en écriture chinoise et en morphologie d'étoile dans l'alliage E1 n'ont pas été significativement affectées par la MES. Les changements insignifiants dans la morphologie de ces particules sont liés à leur point de fusion élevé [53]. Pour l'alliage E2, la flèche jaune dans figure IV.17(f) montre la dissolution incomplète de la phase M-Mg₂Si, même après 8 h de MES. Avec une augmentation supplémentaire de temps de MES jusqu'à 16 h, les traces de la phase π -Al₃FeMg₃Si₆ sont les seules phases de magnésium observées dans la microstructure. La dissolution de cette phase se produit en libérant son Mg et son Si dans la solution solide d'aluminium, ce qui conduit à sa transformation en fines aiguilles de type β -Al₅FeSi, comme le montrent les figures IV.17(f) et IV.15(d). Les analyses EDS présentées au tableau IV.3 confirment que cette phase, nouvellement formée, a une composition similaire à celle de la phase β -Al₅FeSi [54].

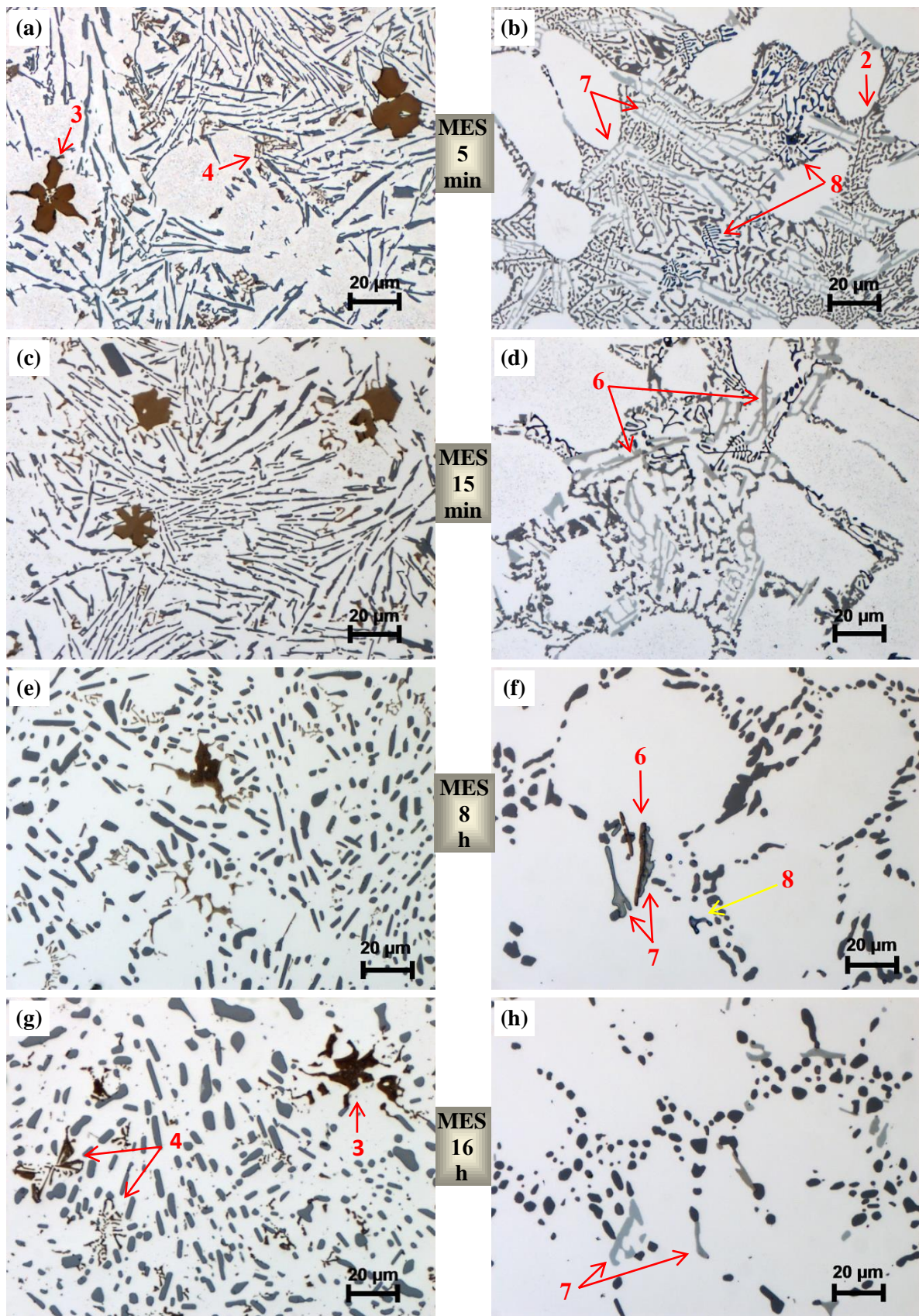


Figure IV.17 : Microstructures des alliages E1 (a), (c), (e), (g) et E2 (b), (d), (f), (h) montrant la fragmentation, la sphéroïdisation et le grossissement du silicium eutectique après différents temps de mise en solution à 525 °C.

IV.3.5 Résultats des tests de microdureté

IV.3.5.1 État tel que coulé

L'amélioration des propriétés mécaniques des alliages E1 et E2 est généralement attribuée à la variation de la morphologie et de la taille des particules de silicium eutectique formées lors du processus de solidification, qui dépendent de la vitesse de refroidissement. Dans les conditions réelles, les résultats de la microdureté des alliages E1 et E2 sont respectivement de 79,55 HV5 et 73,25 HV5. La réduction de 8% de la microdureté de l'alliage E2 par rapport à l'alliage E1 est principalement due à la faible quantité de particules de silicium eutectique dans l'alliage E2 et à l'effet significatif de la modification du magnésium qui affine la taille et la morphologie des microstructures et transforme les particules de silicium d'une forme de plaquette aciculaire en une forme fibreuse.

IV.3.5.2 État de mise en solution

La figure IV.18(a) montre l'évolution de la microdureté de l'alliage E1 en fonction de temps de mise en solution à 500 et 525 °C. La microdureté à l'état coulé est généralement plus élevée qu'à l'état traité thermiquement. La diminution de la microdureté de l'alliage dans ce cas est principalement due au changement de morphologie des particules eutectiques de Si, de plaquettes aciculaires dures et fragiles à des particules fibreuses de forme sphérique.

La microdureté de l'alliage E1 diminue rapidement au cours des 5 premières minutes de traitement de MES, à cause de la plus forte fragmentation du silicium eutectique. L'augmentation du temps de MES à 15 min augmente la valeur de microdureté, ce qui peut être attribué à la sursaturation relativement élevée de la matrice d'aluminium α -Al par les atomes de Cu et de Si. Avec une augmentation supplémentaire du temps de MES, la valeur de microdureté diminue légèrement et augmente ensuite jusqu'à atteindre un deuxième pic à 4 h de MES. Enfin, les valeurs de microdureté diminuent continuellement au-delà de ce point en raison du grossissement du silicium eutectique et de l'augmentation de la distance entre les particules du silicium eutectique.

Dans le cas de l'alliage E2 (figure IV.18(b)), la microdureté diminue à 15 min du temps de MES en raison de la forte fragmentation du silicium eutectique et du début de la dissolution des phases M - Mg_2Si et π - $Al_8FeMg_3Si_6$. En augmentant le temps de MES de 15 min à 16 h, la microdureté augmente remarquablement. Ceci est dû à la dissolution et à la décomposition accélérée des phases riches en Mg dans la matrice α -Al pendant le traitement de MES (figure IV.17(h)).

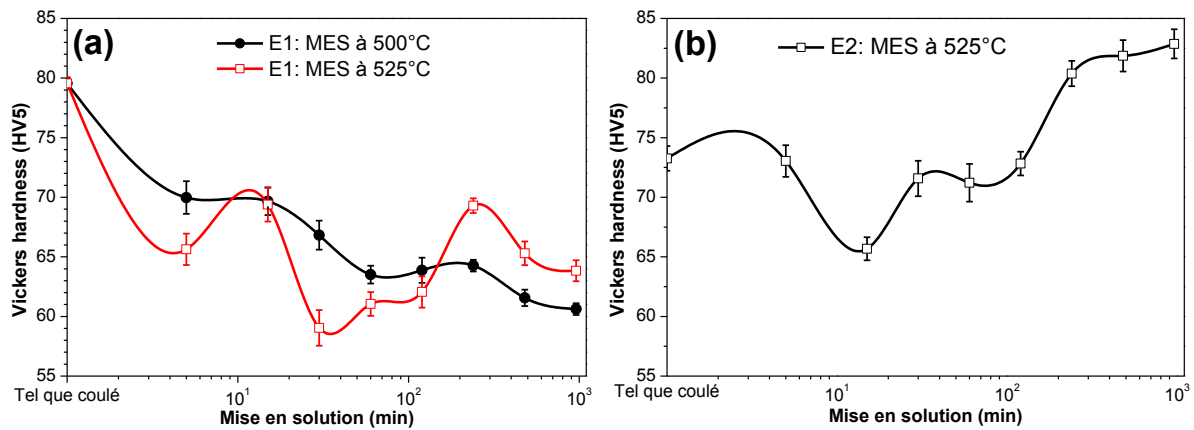


Figure IV.18 : Microdureté des alliages mise en solution à différents temps de maintien : (a) E1 à 500 et 525 °C et (b) E2 à 525 °C.

IV.3.5.3 État de vieillissement

Pour déterminer l'évolution du vieillissement dans les alliages E1 et E2 après chaque traitement de MES, une série de mesures de microdureté ont été effectuées pour différents temps de vieillissement à 210 °C. Le traitement de vieillissement à 210 °C peut permettre une stratégie économique importante dans les domaines industriels pour minimiser le temps et le coût du traitement thermique [55]. La figure IV.19 montre la variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement pour les alliages E1 et E2. Les valeurs initiales dans ces courbes de vieillissement correspondent à l'état de mise en solution sans aucun traitement du vieillissement.

Les figures IV.19(a) et (b) montrent les courbes de microdureté de l'alliage E1 qui se chevauchent entre elles. Cette observation indique que ni le temps de MES prolongé ni l'augmentation de la température de MES ont un effet notable sur le mécanisme de précipitation dans l'alliage E1 pendant le vieillissement après la trempe de 500 ou 525 °C. Les phases de Cu peuvent donc se dissoudre rapidement dans la matrice après un court temps de solution, et la quantité de Cu de 0,3 % en poids est insuffisante pour obtenir une réponse bénéfique au durcissement par vieillissement. Malgré la faible réponse au durcissement de l'alliage E1, sa microdureté maximale a été obtenue après un temps de solution de 15 min à 525 °C suivi de 2 h de vieillissement à 210 °C, comme indiqué par la flèche rouge dans la figure IV.19(b).

Dans le cas de l'alliage E2 contenant du magnésium, la figure IV.19(c) montre que la réponse au vieillissement est très importante pour cet alliage. Le temps de MES, qui varie de 4 à 16 heures, a généralement produit la plus grande réponse au durcissement par vieillissement. Le pic de durcissement dans cet alliage a été observé après un temps de MES

de 8 h à 525 °C suivi d'un vieillissement de 40 min à 210 °C, comme le montre la flèche bleue dans la figure IV.19(c). La comparaison des pics de durcissement les plus élevés des deux alliages E1 et E2 montre que la microdureté passe de 77 HV à 117 HV, soit une augmentation d'environ 34% pour l'alliage contenant du magnésium par rapport à celui contenant du cuivre [figure IV.19(d)].

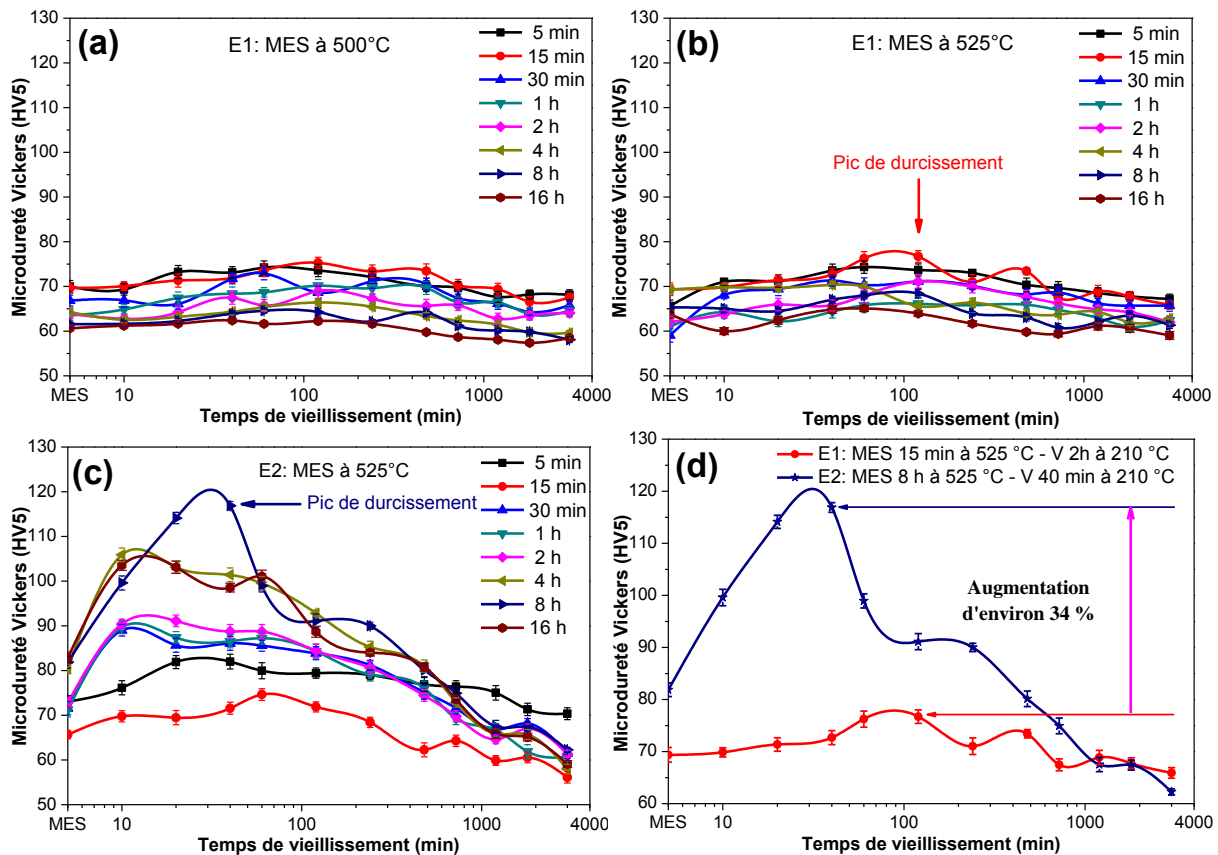


Figure IV.19 : Courbes de microdureté en fonction du temps de vieillissement après différents temps de MES pour : (a)-(b) alliage E1, (c) alliage E2 et (d) différence entre les pics de durcissement les plus élevés pour les deux alliages.

IV.3.6 Analyses DRX

IV.3.6.1 État tel que coulé

La figure IV.20 montre les diagrammes de diffraction des rayons X des deux alliages tels que coulés observés entre 20° et 80° (2 θ). Les phases présentes dans les diagrammes DRX peuvent être indexées à l'aide de cartes JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standards) sous les codes numériques : Al, 00-004-0787 ; Si, 00-027-1402 ; Si, 00-027-1402 ; θ -Al₂Si, 00-25-0012 ; π -Al₈Mg₃FeSi₆, 00-25-1085 ; M-Mg₂Si, 00-35-0773 ; β -Al₃FeSi, 00-054-0376 et α -Al₁₅(FeMnCr)₃Si₂, 01-71-4015.

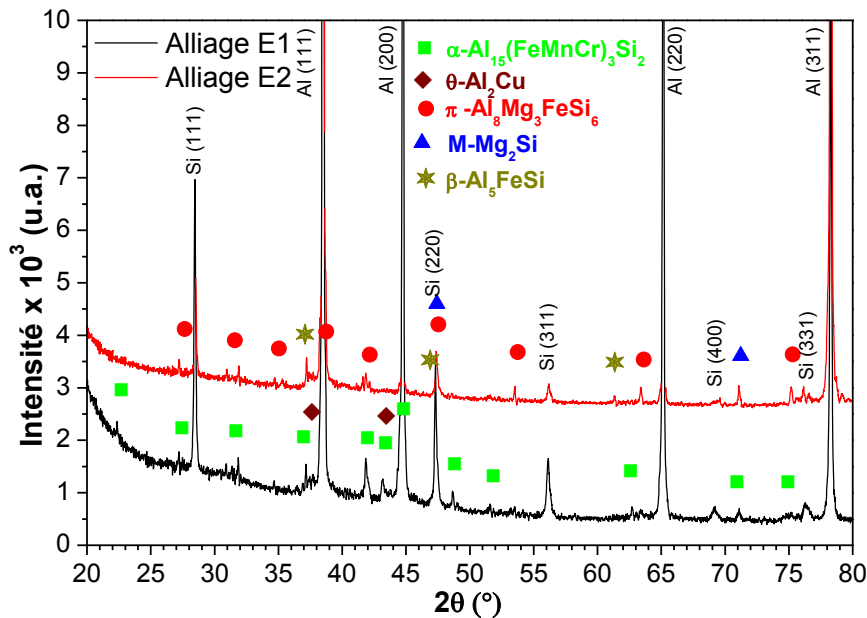


Figure IV.20 : Diagrammes DRX des alliages E1 et E2 montrant les phases intermétalliques mineures identifiées.

IV.3.6.2 Comportement des précipitations

Les échantillons des deux alliages pour les MES, aux pics de durcissement et aux fins de vieillissement, ont été observées en mesurant leurs profils DRX. La figure IV.21(a) montre les diagrammes DRX de l'alliage E1 pour les échantillons MES à 525°C pendant 15 minutes, au pic de durcissement (2 h) et à la fin du processus de vieillissement (50 h). Pour l'alliage E2, la figure IV.21(b) montre les diagrammes DRX pour les échantillons MES à 525°C pendant 8 h, au pic de durcissement (40 min) et à la fin du vieillissement (50h).

Dans les deux alliages, les variations de l'intensité des petits pics correspondant à la précipitation des phases de durcissement θ -Al₂Cu et M-Mg₂Si n'apparaissent pas dans les diagrammes DRX en raison des faibles quantités de Cu et de Mg par rapport à la forte teneur en Si; cependant, la variation de mi-hauteur des pics et le décalage des positions des raies de Bragg correspondant à la matrice α -Al peuvent révéler la précipitation de ces phases. Pour permettre une comparaison des pics Al (111), les courbes dans la figure IV.21(c) et (d) sont tracées avec la fonction cascade, avec un décalage X et Y égal à zéro. Pour l'alliage E1, la figure IV.21(c) montre un décalage du pic de durcissement, vers l'avant aux angles droits d'environ 0,015(°) par rapport aux autres pics. Une réduction de FWHM a également été observée avec une augmentation de l'intensité. Pour l'alliage E2, la figure IV.21(c) montre également un déplacement de 0,01(°) entre le pic de vieillissement et les autres pics avec la même FWHM.

Le décalage des raies de DRX dans les échantillons des pics de durcissement révèle la présence des phases de durcissement. Ce décalage dans les rails de diffraction peut être attribué à la variation du paramètre de mail causée par les dislocations dans la matrice pendant les précipitations. Mittemeijer [56] a rapporté que la diminution de la concentration en soluté dans la matrice due à la précipitation dans les alliages de durcissement par vieillissement peut être révélée par un déplacement progressif de la position de réflexion des raies de Bragg de la matrice dans un diagramme DRX. À cet égard, Ji [57] rapporte que le changement de forme et de position des pics peut être attribué aux paramètres microstructuraux tels que : la désorientation des cristaux, la densité de dislocation et les précipitations suite aux traitements thermiques. Ces résultats confirment donc que le déplacement des rails DRX après le traitement thermique de vieillissement évolue de la même manière que les valeurs de microdureté [58].

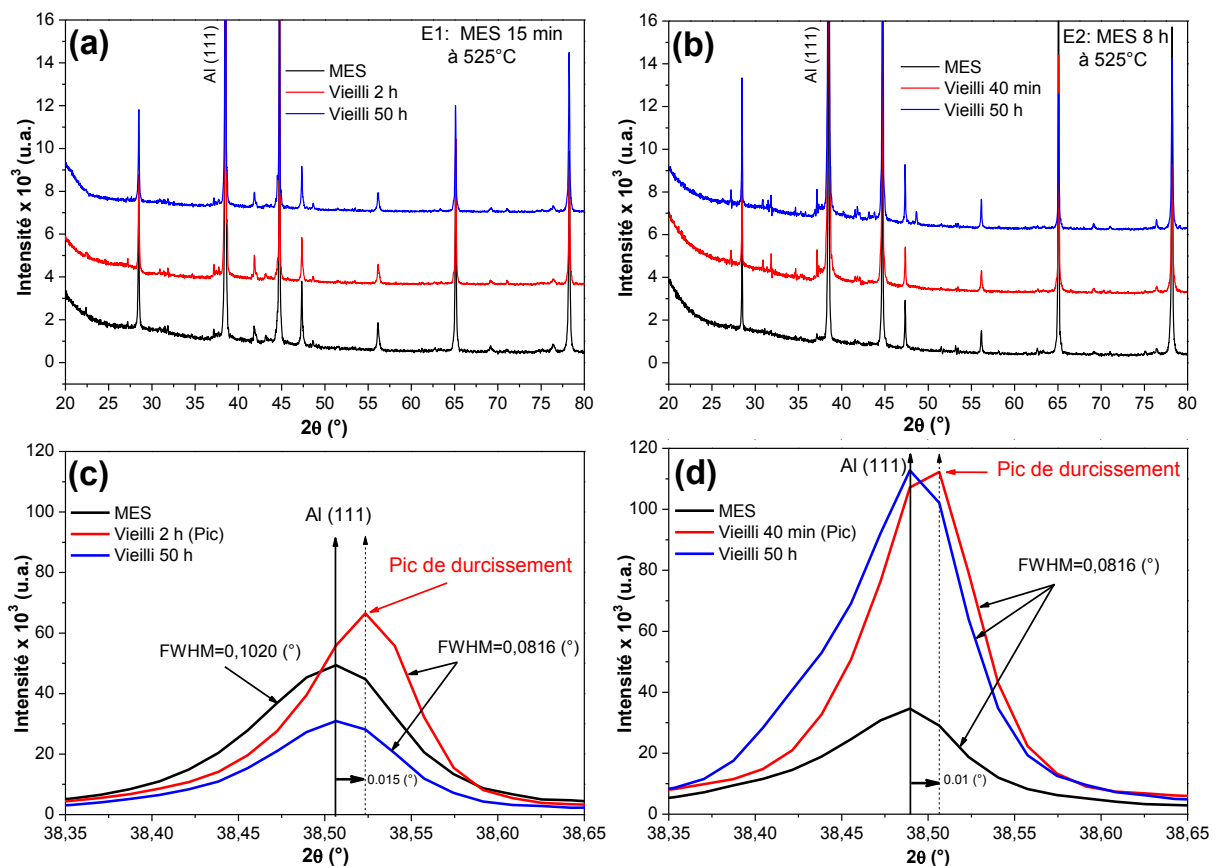


Figure IV.21 : Diagrammes XRD des alliages E1 et E2 (a-b) avec leurs diagrammes XRD expansés (c-d) au pic Al (111).

Références bibliographiques

- [1] G. Gustafsson, T. Thorvaldsson, GL. Dunlop, Microstructure of Cast Al-Si-Mg Alloys. *Metall Trans A*. 1986;17:45–52.
- [2] SG. Shabestari, The effect of iron and manganese on the formation of intermetallic compounds in aluminum–silicon alloys. 2004;383:289–298.
- [3] L. Gao, Y. Harada, S. Kumai, Microstructural characterization of aluminum alloys using Weck’s reagent, part I: Applications. *Mater Charact*. 2014;107:426–433.
- [4] JA. Taylor, GB. Schaffer, DH. Stjohn, The Role of Iron in the Formation of Porosity in Al-Si-Cu-Based Casting Alloys: Part III. A Microstructural Model. *Metall Mater Trans A*. 1999;30:1657–1662.
- [5] L. Liu, AM. Samuel, FH. Samuel, et al, Role of iron in relation to silicon modification in Sr-treated 319 and 356 alloys. *Int J Cast Met Res*. 2003;16:397–408.
- [6] SZ. Lu, A. Hellawell, The mechanism of silicon modification in aluminum-silicon alloys: Impurity induced twinning. *Metall Trans A*. 1987;18:1721–1733.
- [7] AMA. Mohamed, FH. Samuel, A Review on the Heat Treatment of Al-Si-Cu/Mg Casting Alloys. *Conv Nov Appl*. 2012;229:55–72.
- [8] S. Ferraro, A. Fabrizi, G. Timelli, Evolution of sludge particles in secondary die-cast aluminum alloys as function of Fe, Mn and Cr contents. *Mater Chem Phys*. 2015;153:168–179.
- [9] G. Timelli, A. Fabrizi, S. Capuzzi, et al, The role of Cr additions and Fe-rich compounds on microstructural features and impact toughness of AlSi9Cu3(Fe) diecasting alloys. *Mater Sci Eng A*. 2014;603:58–68.
- [10] G. Timelli, F. Bonollo, The influence of Cr content on the microstructure and mechanical properties of AlSi9Cu3(Fe) die-casting alloys. *Mater Sci Eng A*. 2010;528:273–282.
- [11] SG. Shabestari, S. Ghodrati, Assessment of modification and formation of intermetallic compounds in aluminum alloy using thermal analysis. 2007;467:150–158.
- [12] A. Fabrizi, S. Ferraro, G. Timelli, The influence of Sr, Mg and Cu addition on the microstructural properties of a secondary AlSi9Cu3(Fe) die casting alloy. *Mater Charact*. 2013;85:13–25.
- [13] S. Seifeddine, E. Sjölander, T. Bogdanoff, On the Role of Copper and Cooling Rates on the Microstructure, Defect Formations and Mechanical Properties of Al-Si-Mg Alloys. *Mater Sci Appl*. 2013;04:171–178.
- [14] LF. Mondolfo, *Aluminum Alloys: Structure and Properties*. Butterworth. 1976. p. 759–764.
- [15] M. Cooper, The crystal structure of the ternary alloy $\alpha(\text{AlMnSi})$. *Acta Cryst*. 1967;23:1106–1107.
- [16] A. Fabrizi, G. Timelli, S. Ferraro, et al, Evolution of Fe-rich compounds in a secondary

- Al–Si–Cu alloy: influence of cooling rate. *Int J Mater Res.* 2015;106:719–724.
- [17] X. Cao, J. Campbell, The solidification characteristics of Fe-rich intermetallics in Al-11.5Si-0.4Mg cast alloys. *Metall Mater Trans A.* 2004;35:1425–1435.
- [18] T. Sivarupan, JA. Taylor, Cáceres CH. SDAS, Si and Cu Content, and the size of intermetallics in Al-Si-Cu-Mg-Fe alloys. *Metall Mater Trans A.* 2015;46:2082–2107.
- [19] X. Cao, J. Campbell, Morphology of β -Al₅FeSi phase in Al-Si cast alloys. *Mater Trans.* 2006;47:1303–1312.
- [20] JR. Davis, editor, *Metals handbook desk edition.* ASM international, Chagrin Falls, Ohio, USA; 1998.
- [21] N. Broll, *Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X.* PE 1080. Editeur: Techniques de l'Ingénieur, traité analyse et caractérisation, Paris, 1996; p.0–18.
- [22] PO. González, MC. Román, JL. Cuevas, et al, Effect of iron addition on the crystal structure of the α -AlFeMnSi phase formed in the quaternary Al-Fe-Mn-Si system. *Rev Metal.* 2011;47:453–461.
- [23] CL. Xu, HY. Wang, C. Liu, Growth of octahedral primary silicon in cast hypereutectic Al-Si alloys. *J Cryst Growth.* 2006;291:540–547.
- [24] R. Wang, W. Lu, LM. Hogan, Twin related silicon crystals in Al-Si alloys and their growth mechanism. *Mater Sci Technol.* 1995;11:441–449.
- [25] L. Hurtalová, E. Tillová, M. Chalupová, Optical and Scanning Electron Microscope Studies of Recycled (Secondary) Al-Si Cast Alloys. *Solid State Phenom.* 2013;203–204:266–271.
- [26] *ASM Handbook Volume 15: Casting.* 2008. p. 312–316.
- [27] OA. Atasoy, F. Yilmaz, R. Elliott, Growth structures in aluminium-silicon alloys: I. The coupled zone. *J Cryst Growth.* 1984;66:137–146.
- [28] R. Elliott, *Eutectic Solidification Processing: Crystalline and Glassy Alloys.* Butterworths Monographs in Materials. 1983. p. 162–168.
- [29] K. Kobayashi, PH. Shingu, R. Ozaki, Crystal growth of the primary silicon in an Al-16 wt % Si alloy. *J Mater Sci.* 1975;10:290–299.
- [30] A. Hellawell, The growth and structure of eutectics with silicon and germanium. *Progr. Mater. Sci.* 1970;15:3–78.
- [31] DR. Hamilton, RG. Seidensticker, Propagation mechanism of germanium dendrites. *J Appl Phys.* 1960;31:1165–1168.
- [32] S. Beroual, Z. Boumerzoug, P. Paillard & Y. Borjon-Piron, Comparative study on the microstructures and hardness of the AlSi10.6CuMg alloy produced by sand casting and high pressure die casting, *International Journal of Cast Metals Research*, 32:4 (2019) 191-212, DOI: 10.1080/13640461.2019.1603681
- [33] RY. Wang, WH. Lu, LM. Hogan, Growth morphology of primary silicon in cast Al-Si

- alloys and the mechanism of concentric growth. *J Cryst Growth*. 1999;207:43–54.
- [34] FC. Robles-hernandez, JM. Herrera Ramírez, R. Mackay, Al-Si Alloys: Automotive, Aeronautical, and Aerospace Applications. 2017. p. 218–220.
- [35] JW. Faust, HF. John, The growth of semiconductor crystals from solution using the twin-plane reentrant-edge mechanism. 1964;25:1407–1415.
- [36] Y. Zheng, W. Xiao, S. Ge, W. Zhao, S. Hanada, C. Ma, Effects of Cu content and Cu/Mg ratio on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Cu-Mg alloys, *J. Alloys Compd.* 649 (2015) 291–296.
- [37] S. Seifeddine, E. Sjölander, T. Bogdanoff, On the Role of Copper and Cooling Rates on the Microstructure, Defect Formations and Mechanical Properties of Al-Si-Mg Alloys, *Mater. Sci. Appl.* 4 (2013) 171–178.
- [38] S. A. Kori, M.S. Prabhudev, T.M. Chandrashekharaiyah, Studies on the microstructure and mechanical properties of A356 alloy with minor additions of copper and magnesium, *Trans. Indian Inst. Met.* 62 (2009) 353–356.
- [39] I. Aguilera-Luna, M.J. Castro-Román, J.C. Escobedo-Bocardo, F. A. García-Pastor, M. Herrera-Trejo, Effect of cooling rate and Mg content on the Al-Si eutectic for Al-Si-Cu-Mg alloys, *Mater. Charact.* 95 (2014) 211–218.
- [40] F.H. Samuel, A.M. Samuel, P. Ouellet, H.W. Doty, Effect of Mg and Sr additions on the formation of intermetallics in Al-6 wt pct Si-3.5 wt pct Cu-(0.45) to (0.8) wt pct Fe 319-type alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 29 (1998) 2871–2884.
- [41] F.H. Samuel, Incipient melting of $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$ and Al_2Cu intermetallics in unmodified and strontium-modified Al-Si-Cu-Mg(319) alloys during solution heat treatment, *J. Mater. Sci.* 33 (1998) 2283–2297.
- [42] A.E.W. Jarfors, S. Seifeddine, *Metal Casting, Handbook of Manufacturing Engineering and Technology*, 2015.
- [43] E. Sjölander, S. Seifeddine, The heat treatment of Al-Si-Cu-Mg casting alloys, *J. Mater. Process. Technol.* 210 (2010) 1249–1259.
- [44] M. Tash, F.H. Samuel, F. Mucciardi, H.W. Doty, Effect of metallurgical parameters on the hardness and microstructural characterization of as-cast and heat-treated 356 and 319 aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 443 (2007) 185–201.
- [45] G. Gustafsson, T. Thorvaldsson, G.L. Dunlop, Microstructure of Cast Al-Si-Mg Alloys, 17 (1986) 45–52.
- [46] L. Bolzoni, N. Hari Babu, Refinement of the grain size of the LM25 alloy (A356) by 96Al-2Nb-2B master alloy, *J. Mater. Process. Technol.* 222 (2015) 219–223.
- [47] S.G. Shabestari, The effect of iron and manganese on the formation of intermetallic compounds in aluminum-silicon alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 383 (2004) 289–298. A.
- [48] X. Cao, J. Campbell, The solidification characteristics of Fe-rich intermetallics in Al-11.5Si-0.4Mg cast alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 35 (2004) 1425–1435.

- [49] R. Farkoosh, M. Pekguleryuz, Enhanced mechanical properties of an Al–Si–Cu–Mg alloy at 300°C: Effects of Mg and the Q-precipitate phase, *Mater. Sci. Eng. A.* 621 (2015) 277–286.
- [50] L.F. Mondolfo, *Metallography of Aluminum Alloys*, USA. 1943. <https://archive.org/details/metallographyofa029980mbp>.
- [51] F.C. Robles Hernández, J.H. Sokolowski, Thermal analysis and microscopical characterization of Al-Si hypereutectic alloys, *J. Alloys Compd.* 419 (2006) 180–190.
- [52] C.L. Yang, Y.B. Li, B. Dang, H. Bin Lü, F. Liu, Effects of cooling rate on solution heat treatment of as-cast A356 alloy, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China English Ed.* 25 (2015) 3189–3196.
- [53] G. Timelli, A. Fabrizi, S. Capuzzi, F. Bonollo, S. Ferraro, The role of Cr additions and Fe-rich compounds on microstructural features and impact toughness of AlSi9Cu3(Fe) diecasting alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 603 (2014) 58–68.
- [54] J. A. Taylor, D.H. St John, J. Barresi, M.J. Couper, Influence of Mg Content on the Microstructure and Solid Solution Chemistry of Al-7%Si-Mg Casting Alloys During Solution Treatment, *Mater. Sci. Forum.* 331–337 (2000) 277–282.
- [55] H.R. Ammar, A.M. Samuel, F.H. Samuel, A.M.A. Al-Ahmari, Aging behavior of 359-type Al-9%Si-0.5%Mg casting alloys, *J. Mater. Sci.* 47 (2012) 1331–1338.
- [56] E.J. Mittemeijer, *Fundamentals of Materials Science: The Microstructure Property Relationship Using Metals as Model Systems*, 2010, pp. 371-384. doi:10.1007/978-3-642-10500-5.
- [57] V. Ji, Contribution à l'analyse par diffraction des rayons X de l'état microstructural et mécanique des matériaux hétérogènes (Contribution to X-ray diffraction analysis of the microstructural and mechanical state of heterogeneous materials). Thesis, Lille University, France, 2004.
- [58] S. Beroual, Z. Boumerzoug, P. Paillard, Y. Borjon-piron, Effects of heat treatment and addition of small amounts of Cu and Mg on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Cu and Al- Si-Mg cast alloys, *J. Alloys Compd.* 784 (2019) 1026–1035. doi:10.1016/j.jallcom.2018.12.365.1.

Conclusion générale et Perspectives

Dans cette étude, trois groupes d'alliages commerciaux correspondant à différentes concentrations d'éléments solutés, à savoir Al-Si12-Cu, Al-Si et Al-Si7-Mg, appartenant respectivement aux systèmes Al-Si-Cu-Mg, Al-Si-Cu et Al-Si-Mg, ont été attelés afin de réaliser une étude comparative sur leurs microstructures et leurs propriétés mécaniques.

L'étude bibliographique a démontré l'importance des paramètres microstructuraux comme la composition chimique des alliages, l'espace interdendritique SDAS qui est lui-même contrôlé par la vitesse de refroidissement, le degré de modification de silicium eutectique, le degré d'affinage de grain, la quantité et la morphologie des intermétalliques observées dans la microstructure, ainsi que les traitements thermiques appliqués. Parmi ces facteurs, la vitesse de solidification est la plus importante, car elle affecte directement ou indirectement presque tous les autres paramètres microstructuraux.

L'objectif de la première partie de cette étude est de déterminer l'influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure, la morphologie des particules du silicium eutectique et sur les composés intermétalliques pour un même alliage Al-Si-Cu-Mg coulé en sable et sous pression. Dans la deuxième partie de l'étude, nous nous sommes intéressés aux effets des traitements thermiques et des ajouts mineurs d'éléments d'alliage tels que le Cu et le Mg sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Si-Cu et Al-Si-Mg.

Cette étude a permis de tirer des conclusions sur l'évolution de la microstructure et de la microdureté des alliages en fonction de leur composition chimique et des traitements thermiques appliqués.

Les différents temps de mise en solution et de vieillissement ont été effectués afin d'établir les paramètres optimaux des traitements thermiques de ces alliages et de mieux comprendre l'influence de ces traitements sur leur comportement.

Dans ce contexte, plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées: la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB) couplée aux analyses EDS, la diffraction de rayons X et la microdureté Vickers.

Nous résumons les principaux résultats obtenus pour les deux parties de cette étude comme suit :

I - Effets des procédés de coulée

L'évolution de la microstructure et de la dureté de l'alliage Al-Si-Cu-Mg coulé en sable et sous pression ont fait l'objet d'une étude approfondie et les conclusions suivantes ont été tirées :

- 1) La distance moyenne entre deux bras dendritiques secondaires (SDAS) dans les échantillons coulés sous pression a été significativement réduite par rapport aux échantillons coulés en sable ; cependant, la distribution non uniforme des dendrites α -Al primaires fait en sorte que la mesure de la SDAS dans les échantillons coulés sous pression est difficile à déterminer à cause de la formation de la couche superficielle extrêmement refroidie ainsi qu'aux cristaux extérieurement solidifiés dans la chambre d'injection.
- 2) Le procédé de moulage sous pression modifie la morphologie du silicium eutectique de grandes plaquettes aciculaires à une forme fibreuse, bien que la modification complète ne soit pas observée dans toute la microstructure et que le silicium eutectique reste similaire aux flocons mais beaucoup plus fin que dans les échantillons coulés en sable.
- 3) La nucléation du silicium sur les plaquettes β -Fe a été fréquemment observée dans la coulée et la situation inverse n'a jamais été observée. Cependant, en raison des temps de solidification élevés dans la coulée en sable, les petites plaquettes co- ou post-eutectiques β -Fe d'une longueur moyenne de 8 à 11 μm ont été observées nucléant sur les plus grandes plaquettes du silicium eutectique déjà en existence.
- 4) L'existence d'une orientation préférentielle d'environ $70,53^\circ$ pour la nucléation et la croissance du silicium sur les plaquettes β -Fe dans la coulée en sable ne peut être associée qu'à des phénomènes de maillage.
- 5) Les intermétalliques α -Fe primaires avec de larges morphologies d'écriture chinoise n'ont jamais été observés dans la coulée sous pression, alors que ce sont les plus dominants dans la coulée en sable en combinaison avec les grosses plaquettes β -Fe. Dans la coulée sous pression, les particules polyédriques primaires α -Fe, les particules pro-eutectiques secondaires et les fines plaquettes β -Fe étaient les intermétalliques les plus visibles.

- 6) A des vitesses de solidifications faibles, comme dans la coulée en sable, la phase α -Fe en écriture chinoise continue à se développer après la formation de l'eutectique Al-Si et se prolonge jusqu'au stade final de la solidification post-eutectique.
- 7) La petite taille des particules primaires polyédriques α -Fe dans la coulée sous pression est associée au court temps disponible pour leur croissance et au cisaillement à haute pression appliqué par la force de fermeture dans la dernière étape de solidification. Ces particules apparaissent deux fois plus volumineuses dans les échantillons coulés en sable.
- 8) Les fines plaquettes courbées β -Fe, observées dans les échantillons coulés sous pression, sont le résultat de la vitesse de refroidissement élevée et de la force de compression exercée par le moule à la fin de la solidification.
- 9) La superposition des diffractions de rayons X montre un léger déplacement vers l'avant des pics des échantillons coulés sous pression par rapport aux pics des échantillons coulés en sable. Des décalages angulaires ($\Delta 2\theta$) de $0,0224^\circ$ dans les diagrammes de diffraction des rayons X ont révélé la présence des contraintes résiduelles élevées (macro-contraintes) dans les échantillons coulés sous pression dues à la déformation uniforme des grains causées par la pression appliquée.
- 10) Les phases θ -Al₂Cu dans la coulée en sable précipitent en phases séparées ou simultanément avec les phases Q sur des plaquettes β -Fe ou Si préexistantes. Dans la coulée sous pression, l'attaque chimique profonde a révélé que les phases θ -Al₂Cu se précipitent sous forme de phases dendritique compactées très fines et dispersées dans toute la microstructure.
- 11) Les caractéristiques de croissance des plaques prismatiques de silicium eutectique primaire observées dans la coulée en sable (environ 85 μm en taille) et sa forme hexagonale parfaite sans la formation des plans maclés latéraux prouvent que le mécanisme TPRE (Twin-Plane-Reentrant-Edge mechanism) ne constitue pas le seul mécanisme responsable de la croissance du silicium eutectique.
- 12) A des vitesses de refroidissement plus élevées, comme dans la coulée sous pression, les plaques de silicium deviennent instables sur les bords hexagonaux et forment des perturbations de croissance, ce qui conduit à la formation de particules qui adhèrent toujours à la morphologie hexagonale globale, mais qui ont des surfaces extérieures

lisses et arrondies au sommet de la plaque comme une tresse montrant la fin de la solidification.

- 13) La microdureté de l'alliage coulé sous pression est, en moyenne, 11% plus élevée que celle de l'alliage coulé en sable, ce qui peut être attribué à la solution solide sursaturée et à la microstructure fortement raffinée.

II - Effets des traitements thermiques et des éléments d'addition

L'effet des petites additions de Cu et de Mg sur la microstructure et la microdureté des alliages Al-Si-Cu et Al-Si-Mg, tels que coulés et après traitement thermique, a conduit aux conclusions suivantes :

- 14) Dans l'alliage Al-Si-Cu, les intermétalliques α -Fe prennent deux formes distinctes : une large morphologie primaire en forme d'étoile solidifiée au stade pré-dendritique, et une fine morphologie en écriture chinoise formée aux derniers stades de la solidification. Le facteur de ségrégation d'environ 1,38 pour cet alliage montre qu'aucune phase β -Fe en forme d'aiguille n'a été observée. À une faible teneur de 0,3 % de Cu, la phase θ -Al₂Cu précipite sous forme de phase fine très dispersée dans la microstructure.
- 15) L'addition de Mg, en quantités allant jusqu'à 0,6 % en poids, dans l'alliage Al-Si-Mg modifie la forme du Si eutectique et conduit à la précipitation des phases M-Mg₂Si et π -Al₈Mg₃FeSi₆. En raison de la consommation de la majeure partie du magnésium dans la formation des phases M et π , les aiguilles β -Fe sont rarement observées dans la microstructure.
- 16) Lors de la mise en solution, la fragmentation et la sphéroïdisation du silicium eutectique se produisent d'abord, puis le silicium eutectique croît avec la prolongation du temps de mise en solution.
- 17) Pour atteindre la résistance maximale dans l'alliage Al-Si-Cu contenant 0,3 % Cu, il est recommandé de vieillir 2 h après une courte mise en solution de 15 min. Dans l'alliage Al-Si-Mg avec 0,6 % de Mg, le temps de vieillissement recommandé est de 40 minutes après 8 h de mise en solution. L'alliage Al-Si-Mg a une réponse plus élevée au durcissement par vieillissement, soit une augmentation de 34% environ, par rapport à l'alliage Al-Si-Cu.
- 18) Les petits déplacements des raies dans le sens des angles croissants dans les diagrammes DRX pour les deux alliages confirment la variation des paramètres de

maille dans la matrice, qui est causée principalement par la précipitation des phases de durcissement. Les résultats de la microdureté et de l'analyse DRX évoluent d'une manière similaire et sont en bon accord les uns aux autres.

Recommandations pour les travaux futurs :

Nous envisageons, dans l'avenir d'étudier:

- Les phases intermétalliques formées dans nos alliages à l'aide d'une technique de caractérisation plus avancée, telle que la microscopie électronique à balayage MET.
- La soudabilité de ces alliages et leur comportement microstructural dans les différentes zones d'un cordon de soudure, car le phénomène de soudage est similaire à celui du moulage mais avec des vitesses de refroidissement plus élevées.
- Effet des traitements thermiques sur l'évolution de la microstructure et les propriétés mécaniques d'un même alliage coulé en sable et sous pression.