

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ.....	I
SUMMARY	IV
REMERCIEMENTS.....	VII
TABLE DES MATIÈRES	IX
LISTE DES FIGURES.....	XI
LISTE DES TABLEAUX.....	XIV
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS.....	XV
CHAPITRE 1 INTRODUCTION	2
1.1 CONTEXTE DE L'ÉTUDE.....	2
1.2 PROBLÉMATIQUE	3
1.3 OBJECTIFS DE RECHERCHE.....	4
1.4 MÉTHODOLOGIE	6
CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE.....	8
2.1 GÉNÉRALITÉ SUR LES TECHNOLOGIES DE MOULAGE	8
2.2 LES PROCÉDÉS DE MOULAGE EN SEMI-SOLIDE	11
2.2.1 Le procédé "New Rheocasting Process" (NRC).....	17
2.2.2 Le procédé de rhéomoulage SEED.....	18
2.2.3 Caractéristiques des alliages semi-solides	22
2.2.4 Alliages communs de fonderie utilisés en semi-solide	24
2.2.5 Autres alliages utilisés en semi-solide	28
2.2.6 Caractéristiques des alliages de la famille Al-Cu.....	32
2.2.6.1 Composition chimique et traitement thermique.....	32
2.2.6.2 Propriétés mécaniques et applications	35
2.2.6.3 Déchirures à chaud.....	37
2.2.6.4 Calcul de l'indice de qualité	42
2.2.7 Système ternaire Al-Cu-Si	43
CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE.....	47
3.1 TECHNOLOGIE DE MISE EN FORME EN SEMI-SOLIDE	47
3.2 ÉVALUATION DES DÉCHIRURES À CHAUD.....	48

3.3	ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES	50
3.3.1	Plan d'essai	50
3.3.2	Production des pièces et essais mécaniques.....	52
CHAPITRE 4	RÉSULTATS	58
4.1	SENSIBILITÉ AUX DÉCHIRURES À CHAUD	58
4.2	MICROSTRUCTURE	62
4.3	PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES.....	63
4.3.1	Résultats des essais en traction	63
4.3.2	Résultats des essais mécaniques en fatigue	68
CHAPITRE 5	ANALYSE ET DISCUSSIONS.....	71
5.1	PROCESSUS DE SOLIDIFICATION.....	71
5.2	RÉDUCTION DES DÉCHIRURES À CHAUD.....	75
5.3	PERFORMANCE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES.....	77
5.3.1	Essais approfondis sur l'impact d'une concentration de fer plus élevée	86
CHAPITRE 6	CONCLUSION	89
6.1	CONCLUSION.....	89
6.2	RECOMMANDATIONS.....	92
RÉFÉRENCES		94
ANNEXE I	PUBLICATION EXTERNE S2P-2010.....	98
ANNEXE II	CALCULS THERMODYNAMIQUES	105
ANNEXE III	DÉTAILS DES CALCULS STATISTIQUES	107
ANNEXE IV	EFFETS DES INTERACTIONS Si-Fe-Cu	110

LISTE DES FIGURES

Figure 1 – Comparaison des caractéristiques des principaux procédés de coulée [7]	9
Figure 2 – Comportement rhéologique d'un remplissage de moule avec métal liquide (HPDC) par rapport à une pâte semi-solide (Rheocast) [8]	10
Figure 3 – Routes des procédés semi-solides [10]	12
Figure 4 – Schéma de procédé du rhéomoulage NRC [21]	17
Figure 5 – Schéma représentant les étapes du procédé SEED [23]	20
Figure 6 – Cisaillement d'un lopin produit par le procédé SEED (alliage A356)	21
Figure 7 – Évolution de la température (trait continu) et de la fraction de solide (trait pointillé) au cours des étapes du procédé SEED [24]	22
Figure 8 – Comparaison de microstructure de l'alliage A356 a) Structure globulaire d'un alliage A356 produit par le procédé SEED [16] b) Structure dendritique d'un alliage A356 produit en moule coquille	23
Figure 9 – Comparaison du comportement en fatigue de l'alliage A356 pour trois procédés différents de mise en forme [32]	27
Figure 10 – Exemple de réduction de l'indice de déchirure à chaud pour deux alliages AA6061 développé spécialement pour le procédé SEED [2]	30
Figure 11 – Comparaison des propriétés mécaniques avec d'autres procédés pour un alliage AA6061 développé spécialement pour le procédé SEED [2]	30
Figure 12 – Résultats en fatigue de l'alliage AA6061 produit par le procédé SEED [2].	31
Figure 13 – Comparaison schématique de profil de propagation de fissure pour différentes dimensions et morphologies de particules α -Al [37]	32
Figure 14 – Diagramme de phase Al-Cu	33
Figure 15 – Représentation de déchirure à chaud provenant des premiers essais de l'alliage B206 en semi-solide réalisés en 2004 [25]	38
Figure 16 – Courbe de température vs fraction solide de l'alliage 206	39
Figure 17 – Exemple d'essais expérimentaux montrant le rapport entre la longueur de fissure obtenue en fonction de la concentration (Cu) [42]	41
Figure 18 – Diagramme de phase (ternaire) pour alliage Al-Cu-Si avec teneur en silicium fixe à 1 %[48]	44

Figure 19 – Indice de déchirure à chaud pour les alliages Al-Cu-Si en fonction des concentrations en Cu et Si [42].....	45
Figure 20 – Aperçu de l'ensemble des installations de la cellule pilote de SEED (courtoisie du CNRC-CTA).....	47
Figure 21 – Aperçue de trois tables de brassage de la technologie SEED.....	47
Figure 22 – Zones de mesure des déchirures à chaud.....	50
Figure 23 – Vue d'ensemble de la pièce moulée pour essais mécaniques « <i>Wedge Mould</i> » (moule en coin).....	53
Figure 24 – Localisation des échantillons de traction et de fatigue (positions A, AA et B en haut du moule).....	53
Figure 25 – Détails des paramètres du traitement thermique T7	54
Figure 26 – Exemples de déchirures à chaud analysées par liquide pénétrant	58
Figure 27 – Micrographies des zones critiques après examen visuel par liquide pénétrant	59
Figure 28 – Effets du cuivre à 4,1 % et 4,6 % et l'addition ou non de d'affineur de grain sur l'indice de la déchirure à chaud (HTS)	60
Figure 29 – Comparaison des résultats de déchirures à chaud (Moyenne) pour différentes concentrations de Cu et Si [50]	61
Figure 30 – Microstructures représentatives de pièces produites par le procédé SEED pour l'alliage-2 tel que coulée (<i>as cast</i>).....	62
Figure 31 – Comparaison des propriétés mécaniques en traction.....	64
Figure 32 – Propriétés mécaniques représentées par des domaines basés sur des intervalles de confiance 95 % pour les alliages testés en comparaison à ceux d'un alliage forgé (AA6082 T6) [26]	66
Figure 33 –Examen micrographique d'un faciès de rupture (Échantillon 1779A-I)	67
Figure 34 – Résultats des essais de fatigue axiale pour l'alliage-2 et l'alliage-3 à l'état T7 en comparaison aux courbes types des propriétés de fatigue d'un alliage AA6061-T6 forgé et d'un alliage de fonderie A357-T6 [50] [51].....	68
Figure 35 – Courbes thermodynamiques de solidification des quatre alliages expérimentés.....	72
Figure 36 – Comparaison des intervalles de solidification en semi-solide pour l'alliage-3 et l'alliage B206 standard.....	73
Figure 37 – Représentation des principaux effets du Si, Fe et Cu sur les propriétés mécaniques en traction.....	78
Figure 38 – Représentation Pareto des effets normalisés sur les propriétés mécaniques	81

Figure 39 – Exemple de micrographie montrant une bonne distribution des particules Al_2Cu (alliage-3 avec résultats mécaniques les plus élevés).....	83
Figure 40 – Exemple de micrographie montrant le manque d'uniformité dans la répartition des particules Al_2Cu (alliage-4 avec résultats mécaniques les plus bas).	83
Figure 41 – Diagramme de phase ternaire pour alliage Al-Cu-Si avec teneur en silicium fixée à 1 % [48].....	86
Figure 42 – Comparaison des effets pour les 3 niveaux de concentration en fer.....	87

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 – Principaux procédés de rhéomoulage d'aluminium répertoriés [15]	16
Tableau 2 – Propriétés mécaniques en traction pour des pièces forgées de l'alliage AA6082-T6 et des pièces rhéomoulées de l'alliage A356.0-T6 du procédé NRC [26].....	24
Tableau 3 – Comparaison des propriétés mécaniques de l'alliage A357-T6 parmi différents procédés de mise en forme (Min ~ Max ou valeur type).....	26
Tableau 4 – Composition chimique des alliages de la famille 206 [38]	35
Tableau 5 – Propriétés mécaniques de pièces d'alliage de corroyage 2024* obtenues par différents procédés [36].....	36
Tableau 6 – Comparaison des propriétés mécaniques de l'alliage A206.0-T7 parmi différents procédés de mise en forme	37
Tableau 7 – Variations de composition chimique pour l'évaluation des déchirures à chaud.....	49
Tableau 8 – Critères de mesure des déchirures à chaud.....	50
Tableau 9 – Valeurs ciblées des niveaux bas et haut en Si, Cu et Fe	50
Tableau 10 – Matrice statistique du demi-plan d'essai	51
Tableau 11 – Mesure de la dimension des grains et répartition de phase (As Cast)	63
Tableau 12 – Propriétés mécaniques pour les deux meilleures séries de résultats en T7	65
Tableau 13 – Interprétations des principaux effets du Si, Fe et Cu sur les propriétés mécaniques	79

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

<u>Symbole</u>	<u>Description</u>	<u>Unité</u>
AA	Aluminium Association	
ASTM	American Society for Testing and Materials	
NRC	New Rheo Casting	
PM	Permanent mold casting (moulage en coquille par gravité)	
SEED	Swirled Enthalpy Equilibration Device	
SSM	Semi-solid molding (moulage semi-solide)	
T5	Trempé et vieilli à la dureté maximum, sans mise en solution	
T6	Mise en solution, trempé et vieilli à la dureté maximum	
T7	Mise en solution, trempé et vieilli à plus haute température (<i>overaging</i>)	
α -Al	Phase primaire riche en aluminium du diagramme d'équilibre	
% El	Élongation	%
Q.I.	Quality index (indice de qualité)	MPa
UTS	Ultimate tensile Strength (Limite mécanique ultime)	MPa
YS	Yield strength (Limite élastique)	MPa
C	Concentration chimique (% poids)	wt %
C_e	Concentration eutectique (% poids)	wt %
f_s	Fraction solide	%

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

1.1 CONTEXTE DE L'ÉTUDE

Depuis une vingtaine d'années, plusieurs nouveaux procédés de mise en forme par voie semi-solide ont été développés. Les deux principaux avantages des pièces d'aluminium obtenues par ces procédés sont tout d'abord de meilleures dispositions pour le moulage de forme complexe et ayant des dimensions clairement définies de type « near-net-shape ». La seconde caractéristique des pièces semi-solide est leur microstructure globulaire très fine et uniformément distribuée qui permet d'obtenir des propriétés mécaniques significativement supérieures à celles des pièces produites par des procédés conventionnels. Jusqu'à présent, les avantages métallurgiques de produire des pièces par rhéomoulage sont grandement répandus pour les alliages de fonderie de type Al-Si. Cependant, d'autres alliages plus performants d'un point de vue mécanique pourraient susciter de l'intérêt pour l'expansion de l'aluminium dans le secteur automobile.

Les nouvelles applications visées par des pièces semi-solides sont liées à des composantes de liaison au sol, telles que : les bras de suspension, les supports moteurs et les porte-fusées. Pour tous ces cas, les exigences de ductilité sont élevées en raison des exigences liées à l'homologation de sécurité de l'industrie automobile. Les alliages de fonderie Al-Si couramment utilisés en semi-solide ne permettent pas de se conformer à

ces exigences mécaniques. Ces pièces sont donc encore produites en acier ou en aluminium, mais à partir de procédés plus coûteux comme le forgeage. Il y a donc des possibilités de substituer celles-ci par de nouveaux alliages en semi-solide. Cette demande croissante de produits plus performants, mais demeurant compétitifs du point de vue de la mise en forme, requiert de nouveaux développements d'alliage mieux adaptés aux procédés semi-solides.

1.2 PROBLÉMATIQUE

Dans le passé, les alliages de la série 2xx n'ont jamais été des candidats pour le moulage à haute pression en mode liquide. La principale raison est leur faible coulabilité qui génère une forte tendance aux déchirures à chaud. Cependant, les procédés semi-solides comprennent l'utilisation d'une pâte solide-liquide dont le comportement rhéologique crée les conditions favorables de moulage pouvant contribuer à réduire les déchirures à chaud lors de la solidification.

En effet, la pâte semi-solide contient déjà une fraction solide ce qui réduit l'extraction de chaleur nécessaire à la solidification et permet l'utilisation de températures de moule plus élevées minimisant ainsi les contraintes de contraction sur la dernière fraction liquide à solidifier. De plus, la vitesse d'écoulement de la pâte semi-solide est contrôlée ce qui assure un écoulement laminaire et stable tout au long du remplissage du moule (*feeding* – alimentation) et l'utilisation d'une haute pression d'intensification pour remplir les zones à la fin de la solidification (*filling* – remplissage).

Les procédés semi-solides offrent donc un avenir prometteur pour atteindre une meilleure intégrité des pièces moulées pour les alliages de la famille Al-Cu. [1].

C'est dans ce contexte que s'inscrit ce projet de maîtrise, dont les travaux visent à étudier les performances mécaniques d'alliages de la série 206, dont la composition chimique a été modifiée. Les variations chimiques recherchées devront permettre à l'alliage 206 d'être mieux adapté aux procédés de rhéomoulage tout en étant compétitifs du point de vue de la mise en forme sans compromettre les exigences mécaniques recherchées.

1.3 OBJECTIFS DE RECHERCHE

Des travaux antérieurs ont démontré que des modifications à la composition chimique d'un alliage AA6061 jumelée aux avantages associés aux procédés de rhéomoulage contribuent fortement à la réduction de l'incidence des déchirures à chaud [2]. Ainsi, il pourrait en être de même pour les alliages Al-Cu de la série 206. L'optimisation de la composition chimique combinée à la solidification par germination multiple, exclusive aux procédés de rhéomoulage, devraient permettre de diminuer l'incidence des déchirures à chaud des alliages de la série 206. De plus, l'absence de défaut de solidification devrait permettre d'atteindre les propriétés mécaniques attendues.

Les travaux exposés dans cette recherche ont comme objectif le développement d'un

alliage Al-Cu de la série 206 spécifique aux applications de pièces rhéomoulées. Le procédé semi-solide utilisé dans ces travaux est le procédé SEED (Swirled Enthalpy Equilibration Device) développé par Rio Tinto Alcan et breveté en 2002 avec la participation du Centre de Technologie de l'aluminium (CTA-CNRC) pour les activités de moulage et de modélisation [3]. L'alliage développé devra donc correspondre au mode opérationnel du procédé SEED, et ce, sans ajout ou modification d'équipement.

Les pièces obtenues par ce nouvel alliage devront présenter le minimum de susceptibilité à la déchirure à chaud, tout en respectant les exigences de propriétés mécaniques reliées aux composantes automobiles. Typiquement, l'industrie automobile exige un critère d'élongation d'au moins 7 % pour respecter les règles de sécurité sur les composantes critiques de suspension telles que les pièces d'articulation (knuckles) ou le bras de contrôle [4].

Plus spécifiquement, cette recherche expérimentale porte sur la comparaison des effets principaux résultant de variations de concentration d'un alliage de la série 206 pour trois éléments chimiques, soit; le silicium (Si), le cuivre (Cu) et le fer (Fe). Ainsi, l'impact de l'ajout d'environ 1 % de silicium sur le procédé de fabrication et d'injection en semi-solide est abordé. Pour le cuivre, la concentration sous la limite inférieure a été évaluée. Pour ce qui est de l'effet du fer, un sous-objectif se dégage, soit celui d'évaluer l'effet de concentrations en fer supérieures à celle de l'alliage B206 standard, dont la limite maximale est de 0,07 %. Une légère hausse de cette limite supérieure en fer permettrait une plus grande flexibilité de recyclage dans l'industrie.

1.4 MÉTHODOLOGIE

L'étude comparative des nouvelles compositions d'alliages a été effectuée, dans un premier temps, pour réduire l'indice de déchirure à chaud. Par la suite, des essais sur les propriétés mécaniques en traction et en fatigue ont été effectués pour valider les performances mécaniques. Les conditions métallurgiques recherchées pour l'alliage 206 modifié étaient basées sur les orientations suivantes :

- accroître la coulabilité de l'alliage 206 par l'addition de silicium;
- réduire la formation et propagation de déchirures en conservant les avantages d'une microstructure globulaire et fine qui favorise l'écoulement de la dernière portion de liquide à la fin de la solidification;
- augmenter la portion de liquide disponible à la fin de la solidification afin d'exploiter l'étape d'intensification et solidification rapide associée au procédé de moulage sous-pression (HPDC).

Plusieurs autres paramètres ont volontairement été maintenus constants tout au long des essais. Entre autres, les étapes de mise en alliage, les paramètres de moulage sous-pression et les paramètres utilisés pour le traitement thermique des pièces.

CHAPITRE 2

REVUE DE LA LITTÉRATURE

CHAPITRE 2

REVUE DE LA LITTÉRATURE

2.1 GÉNÉRALITÉ SUR LES TECHNOLOGIES DE MOULAGE

Le moulage à l'état semi-solide des métaux, que l'on nomme « procédé de rhéomoulage », se distingue des procédés traditionnels en liquide puisque la matière injectée est un mélange des deux phases liquide et solide. L'utilisation d'une pâte semi-solide, comme matière brute pour la mise en forme, a été envisagée pour la première fois par l'équipe de Flemings à la suite d'expériences réalisées sur un alliage binaire de plomb-étain [5]. En fait, jusqu'au début des années 1970, les produits en métaux étaient fabriqués de deux façons; soit travaillés à l'état solide (extrusion, laminage, pliage, forgeage, etc.) ou bien coulés à l'état liquide par des procédés traditionnels comme le moulage en sable, en coquille, sous-pression, etc. On considérait alors que les pâtes semi-solides ne résisteraient pas aux déformations puisque leur structure dendritique favoriserait les déchirures à chaud et la ségrégation [5].

C'est d'ailleurs en étudiant les déchirures à chaud que Spencer et Flemings ont observé qu'en agitant un alliage durant son refroidissement, la structure de solidification prend une forme globulaire [6]. Ils ont du même coup mesuré que les particules solides en suspension dans le liquide avaient des caractéristiques rhéologiques particulières permettant de cisailer uniformément la pâte avec peu d'effort. Leurs travaux ont démontré qu'il fallait une structure globulaire des particules solides pour permettre une

déformation facile sous l'action de faibles contraintes. En effet, la principale caractéristique rhéologique des métaux semi-solides est leur comportement « rhéofluidifiant ». Ce comportement pourrait se traduire en disant que la viscosité apparente de la pâte diminue lorsqu'il y a une augmentation de la vitesse de cisaillement. D'ailleurs, cette caractéristique est spécifique aux procédés de mise en forme tels que le rhéoformage et le rhéomoulage dont le matériel d'entrée constitue une pâte semi-solide.

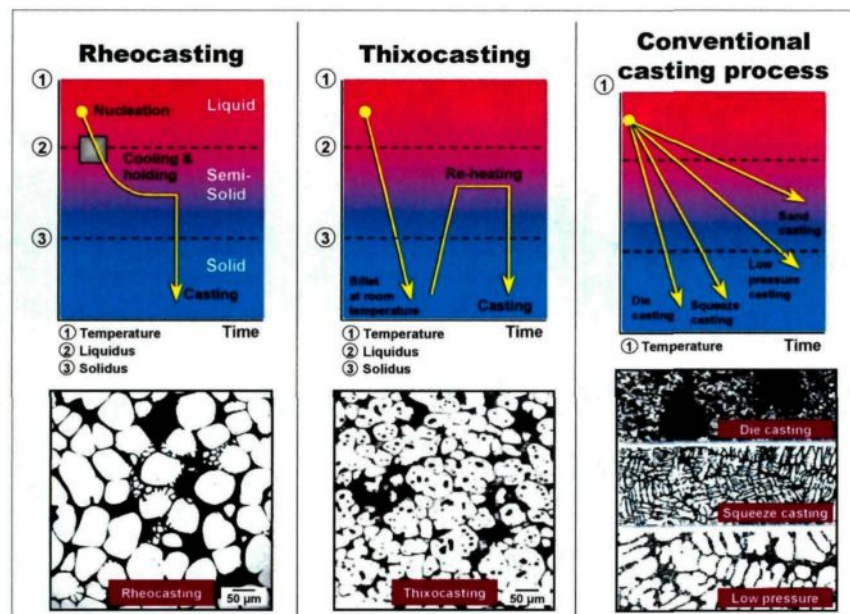


Figure 1 – Comparaison des caractéristiques des principaux procédés de coulée [7]

La figure 1 compare les différents mécanismes de solidification associés aux principaux procédés de coulée. On y distingue clairement la particularité des procédés semi-solides soit le rhéomoulage et le thixomoulage (*Rheocasting et Thixocasting*), tous deux associés à une microstructure comprenant des particules de forme globulaire. En comparaison, le mécanisme de solidification des procédés traditionnels en mode liquide ne permet que de produire des particules en forme de dendrites.

Le moulage traditionnel sous-pression, qui est connu sous l'acronyme « HPDC » pour *High Pressure Die Casting*, est le procédé de mise en forme le plus répandu pour la fabrication de grandes séries de pièces d'aluminium ayant des géométries complexes. La principale contrainte lors du moulage sous-pression est la turbulence générée par le métal liquide lors du remplissage des cavités du moule, qui peut engendrer des sites d'emprisonnement d'air dans la structure de la pièce solidifiée. En comparaison, le procédé de rhéomoulage se distingue par le déplacement laminaire du matériel semi-solide [8]. Comme le montrent les résultats de simulation de moulage sous-pression de la figure 2, le comportement rhéofluidifiant de la pâte semi-solide est vraiment différent du mode liquide. Le comportement laminaire du matériel injecté dans le moule nécessite donc de nouvelles approches de programmation des paramètres d'injection.

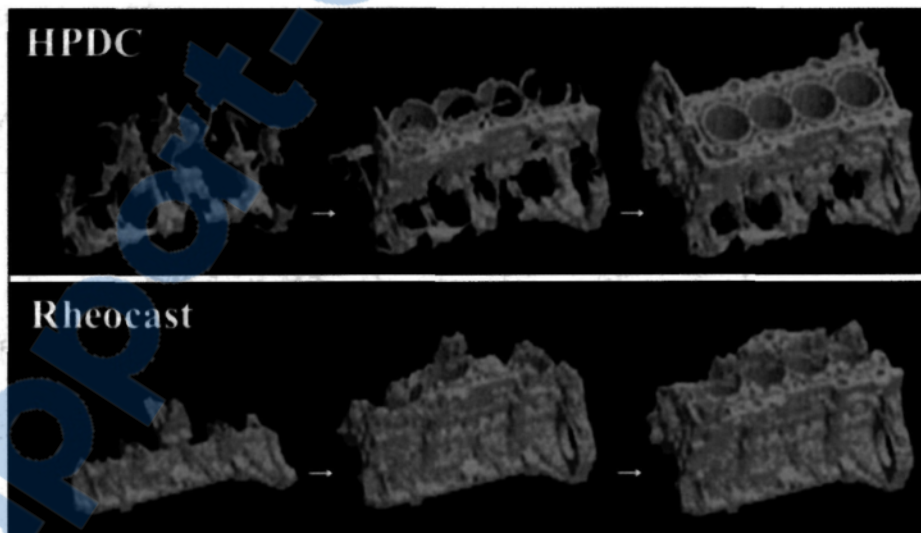


Figure 2 – Comportement rhéologique d'un remplissage de moule avec métal liquide (HPDC) par rapport à une pâte semi-solide (Rheocast) [8]

2.2 LES PROCÉDÉS DE MOULAGE EN SEMI-SOLIDE

Le moulage sous-pression traditionnel est très reconnu pour la fabrication de composantes mécaniques en aluminium nécessitant des géométries complexes. En Amérique du Nord, environ 70 % des pièces d'aluminium sont moulées sous-pression. Or, depuis quelques années, de nouveaux procédés de mise en forme alimentés par des pâtes semi-solides, aussi appelés lopin (*slurry*), sont utilisés dans la fabrication de pièces spécialisées destinées au marché automobile. L'un des avantages des procédés semi-solides est le moulage de pièces dont la microstructure est saine et globulaire, permettant d'obtenir des allongements à la rupture significativement supérieure à ceux des pièces produites à partir de métal liquide [9].

Le caractère thixotrope des pièces semi-solide a permis d'envisager de nouvelles opportunités de mise en forme. Au repos, les matériaux semi-solides ayant des fractions solides supérieures à 40 % peuvent supporter leur propre poids et être manipulés sans contenant, tel un solide mou. C'est dans le but d'exploiter cette caractéristique que Flemings a rapidement proposé une nouvelle gamme de procédés de mise en forme, soit le thixoformage [6]. La figure 3 schématise les différentes routes de procédés en semi-solides. Pour le thixoformage, des billettes solides sont d'abord coulées par procédé électromagnétique afin d'obtenir la microstructure globulaire désirée. Celles-ci sont ensuite réchauffées pour atteindre l'état semi-solide et pour former un lopin qui sera introduit pour sa mise en forme par thixoforgeage, thixomoulage ou thixoextrusion.

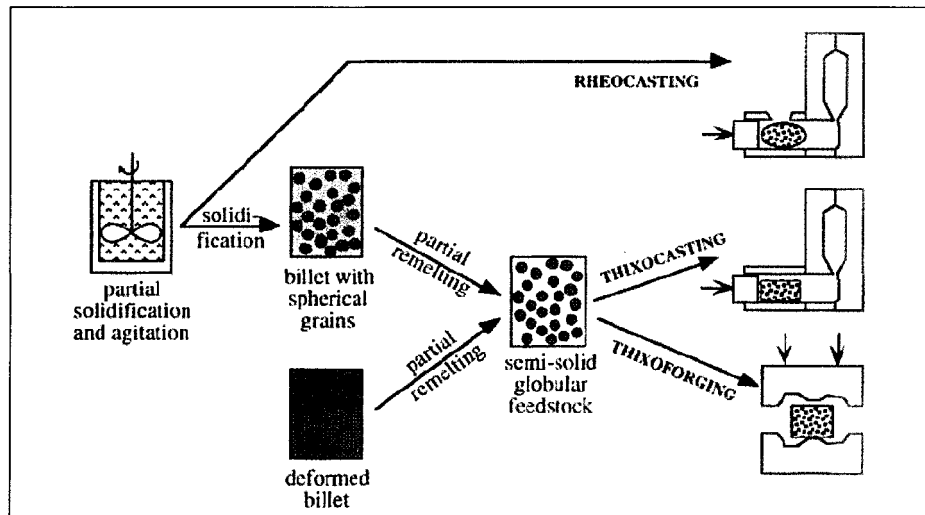


Figure 3 – Routes des procédés semi-solides [10]

En comparaison avec le moulage traditionnel, les principaux avantages attribués aux procédés de mise en forme en semi-solide sont les suivants :

- lors de l'injection, une bonne proportion de la phase α -Al est déjà solide, les phases eutectiques restantes sont donc solidifiées rapidement, ce qui permet d'obtenir une microstructure très fine de celles-ci. Le temps de solidification de la pièce est donc réduit ce qui permet d'augmenter la durée de vie des moules en réduisant les chocs thermiques et du même coup d'optimiser le cycle de fabrication [11] ;
- l'écoulement laminaire de la pâte permet un remplissage rapide des cavités et un flot stable dans le moule, minimisant l'emprisonnement de l'air et assurant une bonne quantité de pièces (microporosités) [11];
- la pâte semi-solide est moins sensible au collage sur les parois du moule que le moulage en liquide. L'alliage ne nécessite donc pas de concentration plus élevée en fer, qui est finalement nuisible aux propriétés mécaniques [11].

Ce n'est qu'en 1981 que la production pièces complexes obtenues par thixomoulage a réellement débutée. Entre 1981 et 1992, plusieurs pièces prototypes ont été développées par la communauté scientifique. Après cette période, les principales activités de recherche dans le domaine semi-solide se sont alors concentrées sur le thixoformage de pièces pour l'industrie automobile, aérospatiale et militaire. Dès 1994, il existait plusieurs procédés de production de billettes thixotropes. Malgré les avantages énumérés ci-haut et les nombreux travaux démontrant de meilleures propriétés mécaniques pour les pièces produites par thixoformage, ce dernier n'était pas très répandu.

Plusieurs auteurs ont mis en évidence qu'il était possible d'obtenir de meilleures performances d'allongement à la rupture pour les pièces thixotropes [12, 13]. De même, il a été rapporté que le moulage à l'état semi-solide permet de produire des sections minces offrant une plus grande liberté de conception [14]. Malgré tout, après une vingtaine d'années de développement, il apparaît que les procédés de thixomoulage et de thixoformage n'ont pas eu beaucoup de succès commercial pour l'aluminium. La principale raison de cette situation est le coût additionnel des billettes thixotropes et l'incapacité de recycler à l'interne des rebuts qui doivent être retournés aux fournisseurs [13]. D'autres facteurs ont aussi contribué à cette faible expansion commerciale, telle que la disponibilité restreinte des alliages ainsi que des contraintes techniques liées au réchauffage uniforme des billettes [13].

Ainsi, en raison du coût relativement élevé des billettes d'alimentation thixotropes (*feedstock*), plusieurs fabricants ont commencé la recherche de procédés alternatifs en

semi-solide. Le procédé désiré s'approvisionnerait à partir de métal entièrement liquide, qui serait par la suite refroidi de façon contrôlée permettant la formation d'un composé semi-solide. En conséquence, partout dans le monde, il y a un certain nombre de procédés semi-solides en production ou en cours de développement dont alimentation se fait directement à partir de métal liquide. Ils sont nommés sous l'appellation « rhéomoulage » (*Rheocasting*).

Les procédés de rhéomoulage sont nombreux et leur différence est généralement reliée à la façon dont le liquide est refroidi, c'est-à-dire, le moyen par lequel la germination globulaire est amorcée. On peut dire que tous les procédés de rhéomoulage se regroupent sous quatre grandes orientations techniques [15]. La plupart des procédés de rhéomoulage emploient l'une d'elles ou une combinaison de ces techniques de germination. Ces quatre grandes techniques sont :

- par agitation (*Stirring*) : l'aluminium liquide est remué pendant qu'il est refroidi dans la zone de température semi-solide (une seule charge par pièce);
- par fragmentation de dendrite : le liquide est refroidi au-dessous de sa température de liquidus, par la suite le mélange est brassé de façon turbulente pour casser les dendrites, produisant de nombreux petits fragments solides qui peuvent s'agglomérer à travers le liquide et former des particules globulaires;
- par pression ondulatoire : l'influence de la variation de pression dans un circuit d'alimentation génère des vagues qui ont la possibilité de produire des pâtes semi-solides;

- par de nombreux noyaux de solidification : dans cette technique, le liquide est versé dans un récipient d'une température juste au-dessus de sa température de liquidus. Le refroidissement rapide produit pendant la verse génère un grand nombre de germes, qui empêchent la formation ou croissance des dendrites, favorisant la multiplication de particules globulaires. Souvent on utilise des techniques de raffinage de grain pour aider la formation de ce type de germes.

En 2007, on comptait au moins 14 procédés de rhéomoulage, dont les plus connus sont énumérés au tableau 1 [15]. Pour ce projet de recherche, les deux procédés d'intérêt sont d'une part le procédé NRC pour sa percée commerciale et second lieu le procédé SEED pour sa grande flexibilité et robustesse à produire un large éventail d'alliages [2, 16]. Ces deux procédés seront donc détaillés dans les sections suivantes.

Bien que de 1970 à 2007 la fabrication des lopins semi-solide ait significativement évoluée, la mise en forme des pièces a également rencontré certaines difficultés. Dans le cas du moulage sous-pression, la qualité et la reproductibilité métallurgique des pièces moulées sont influencées par la vitesse d'injection, la conception du moule et du système d'alimentation, la température et la fraction solide du matériel semi-solide [17]. Dans le passé, plusieurs chercheurs ont travaillé à la simulation de l'écoulement des pâtes semi-solides en utilisant des modèles de simulation pour le liquide [18]. Cependant, les modèles rhéologiques qui représentent adéquatement le comportement pseudo plastique et thixotrope du mélange liquide/solide sont peu nombreux. De plus, il faut généralement adopter une approche biphasique pour simuler les phénomènes de ségrégation du liquide

qui sont uniques à l'écoulement des matériaux semi-solide. Des recherches intenses se poursuivent pour améliorer la précision des modèles de simulation pour le domaine biphasique [19].

Tableau 1 – Principaux procédés de rhéomoulage d'aluminium répertoriés [15]

Nom du procédé	Organisation (Propriétaire)	Pays	Caractéristiques
New Rheocasting (NRC)	Ube (Adachi, 1998)	Japon	• Structure globulaire obtenue par une surfusion dans un creuset • Période de solidification en creuset • Transfert et moulage sous-pression
Semi-solid rheocast (SSR)	BhulerPrince (Martinez, 2001)	USA	• Le métal liquide est agité pendant une courte période en insérant un agitateur qui sert aussi à extraire rapidement la chaleur. • À quelques degrés sous le liquidus l'agitateur est extrait. • Transfert et moulage sous-pression
Slurry On Demand	Mercury Marine (Norville, 2005)	USA	• Métal en surfusion coulé dans creuset entouré d'un circuit de refroidissement. • Brassage électromagnétique autour du creuset. • Forme une billette semi-solide • Transfert et moulage sous-pression.
Sub Liquidus Casting (SLC)	THT Presses (Jorstad, 2002)	USA	• Métal inoculé en surfusion coulé dans la chambre d'injection. • Contrôle du refroidissement dans la chambre d'injection. • Moulage sous-pression.
Swirled Ethalpy Equilibration Device (SEED)	Rio Tinto Alcan (Doutre, 2002)	Canada	• Métal en surfusion coulé dans un moule cylindrique. • Rotation du moule durant le refroidissement pour induire une agitation excentrique sans contact. • Drainage par le fond de l'excès de liquide (optionnel). • Transfert et moulage sous-pression.
Advanced semi-solid Casting Technology [8]	Honda	Japon	• Brassage mécanique par deux rotors dans un bain de métal • Des tiges rectangulaires servant à refroidir tournant à l'intérieur du bain de métal. • La viscosité du mélange semi-solide est basée sur la résistance de rotation des tiges. • Transfert et moulage sous-pression

2.2.1 Le procédé “New Rheocasting Process” (NRC)

Le New Rheocasting process (NRC) a été introduit par les Japonais et est, sans aucun doute, le procédé de rhéomoulage qui s’est le plus démarquée industriellement de 2000 à 2005. En effet, le NRC a rapidement su profiter d’un intégrateur industriel (UBE Industries) qui a soutenu le volet automatisé et commercialisation [20].

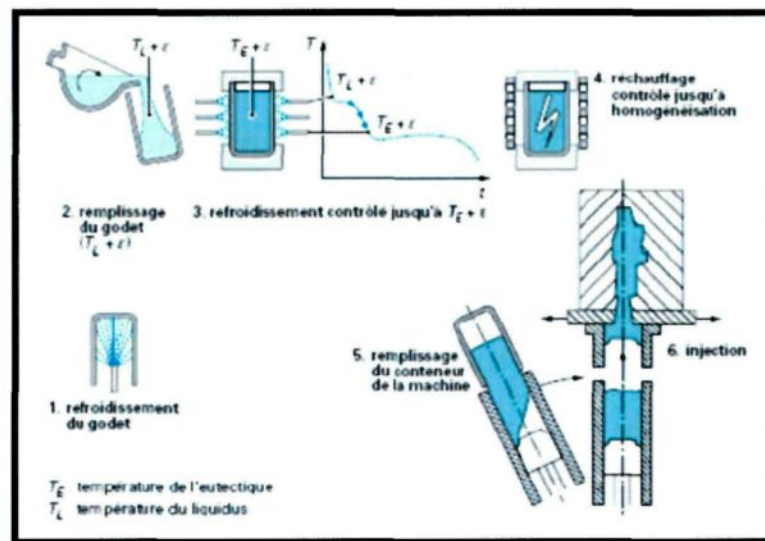


Figure 4 – Schéma de procédé du rhéomoulage NRC [21]

Le procédé NRC est relativement simple puisqu’aucun brassage n’est nécessaire à la production du lopin semi-solide. Par contre le contrôle de la température est relativement complexe et long pour atteindre la cible iso-thermale de fraction solide visé. Par conséquent, l’installation demande un espace planché relativement important. La figure 4 synthétise les principales étapes du procédé NRC. Tout d’abord, le métal liquide est transféré dans des creusets en acier à une température tout juste supérieure à celle du liquidus. La surfusion produite lors du contact avec le creuset, maintenu à une

température sous le liquidus, induit une germination multiple sur les parois du moule. Afin de produire une croissance équiaxe, le profil de température dans le creuset est maintenu le plus uniforme possible. Par la suite, le creuset est refroidi à une température entre le liquidus et le solidus jusqu'à l'obtention d'un mélange ayant la fraction solide désirée. Après un réchauffage contrôlé jusqu'à l'homogénéisation de la température, le lopin est transféré dans un conteneur de presse à piston vertical sous-pression par un bras robotisé. Le fait que la chambre d'injection soit verticale augmente la symétrie axiale dans la chambre et donc la qualité du métal entrant dans le moule [22]. Pour assurer un taux de production compétitif à celui du moulage sous-pression, l'unité industrielle est munie d'un carrousel de creusets permettant de préparer 10 lopins simultanément.

2.2.2 Le procédé de rhéomoulage SEED

Le procédé SEED a été breveté par Rio Tinto Alcan en 2002 [3]. Commercialisée depuis 2006, cette technologie est maintenant utilisée en industrie. Les principales étapes du procédé SEED sont montrées dans les schémas de la figure 5. Son principe de fonctionnement est simple et combine les avantages de l'efficacité d'un transfert de chaleur produit par un contact physique, tout en réduisant les sources de contamination et la turbulence excessive.

Les bénéfices de l'agitation et de la germination multiple sont simultanément utilisés afin de produire des globules primaires de phase α -Al. Le principal avantage du procédé SEED est qu'il ne requiert pas de contrôle de température sophistiqué [23]. Ainsi, la

masse effective du godet en acier définie par l'épaisseur de sa paroi est prédéterminée afin de permettre le transfert de chaleur pour atteindre l'équilibre thermique [23].

La préparation du mélange semi-solide peut être divisée en trois étapes. Premièrement, le volume désiré d'aluminium liquide est versé dans un creuset d'acier, appelé godet, dont la masse thermique est suffisante pour refroidir le mélange [24]. Par la suite, le godet et son contenu sont agités par un mouvement de rotation excentrique à une vitesse de 100 à 200 RPM. L'excentricité de la rotation est de l'ordre de 10 à 15 mm. Le mouvement permet d'abord d'obtenir une structure globulaire en distribuant uniformément la phase α -Al générée sur les parois du godet, mais favorise également l'équilibre thermique.

La durée de cette étape dépend de la dimension du godet, de la masse de la charge et de l'alliage. Elle est généralement de 30 à 60 secondes pour des grosseurs typiques allant de 70 mm à 110 mm et des masses se situant entre 1,5 kg et 6 kg [25]. D'autres essais ont démontré la faisabilité de produire des lopins encore plus gros pouvant atteindre jusqu'à 50 kg, correspondant à la masse d'un petit bloc moteur [2].

La seconde étape du procédé consiste à la phase de repos et drainage. Il faut noter que dans certains cas, l'étape du drainage est optionnelle selon la dimension du lopin et l'alliage utilisé. À cette étape, le mouvement de rotation est arrêté et une brève période de pause de 5 à 10 secondes est maintenue. Dans le cas de drainage, un trou au bas du godet

est ouvert permettant à une partie du liquide eutectique de s'écouler. Le drainage se continue jusqu'à ce que le matériel dans le godet se contracte des parois et/ou jusqu'à ce que le liquide cesse de couler. Le drainage permet d'augmenter la fraction solide plus rapidement. Cette étape prend typiquement entre 20 et 45 secondes et la quantité drainée varie de 10 % à 30 % selon les conditions du procédé et de la fraction solide visée. Cependant, tel que mentionné dans le brevet du procédé, l'étape de drainage peut ne pas être utilisée en fonction des besoins rhéologiques ou du type d'alliage [3].

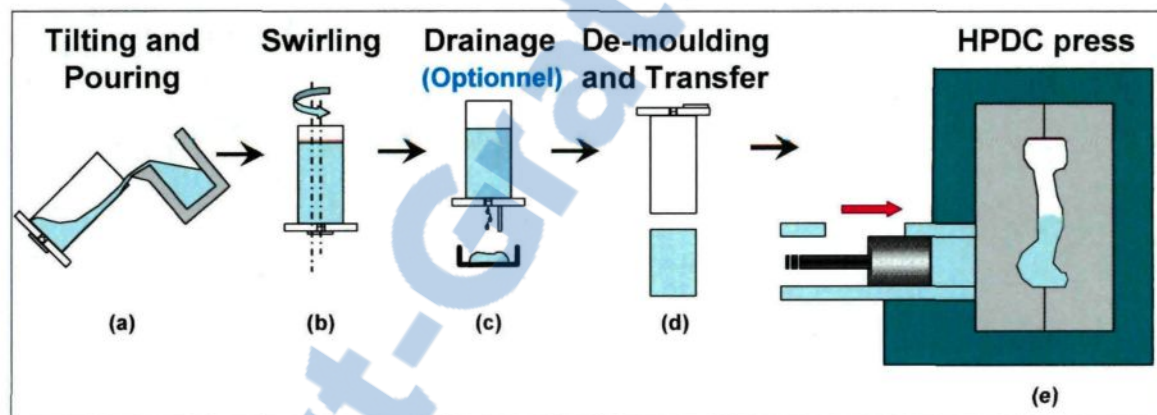


Figure 5 – Schéma représentant les étapes du procédé SEED [23]

Finalement, au cours de la troisième étape, le lopin d'aluminium semi-solide est retiré rapidement du godet et démoulé directement dans un conteneur de presse hydraulique pour injection sous-pression. À ce stade, le lopin semi-solide se comporte comme un solide déformable et il a une consistance similaire à celle du beurre à la température de la pièce, comme le démontre la photographie de la figure 6.



Figure 6 – Cisaillement d'un lopin produit par le procédé SEED (alliage A356)

L'évolution de la température, juxtaposée au pourcentage de la fraction solide survenant durant le procédé SEED, sont représentés à la figure 7. Durant les premières secondes, la température du métal chute rapidement en raison de l'échange de chaleur entre le godet et le métal liquide. Durant ce temps, la fraction des solides primaires augmente rapidement et, par la suite, plafonne à mesure que le godet et son contenu se rapprochent de l'équilibre thermique, soit le stade isotherme [24]. À mesure que le processus de transfert de chaleur progresse, le mouvement de rotation assure la distribution uniforme des phases primaires à travers le mélange de liquide et de solide. Durant cette étape, il y a très peu de changements de la température et de la fraction solide. Dans le cas d'un drainage (optionnel), l'augmentation du volume de la phase solide s'effectue sans changement notable de la température.

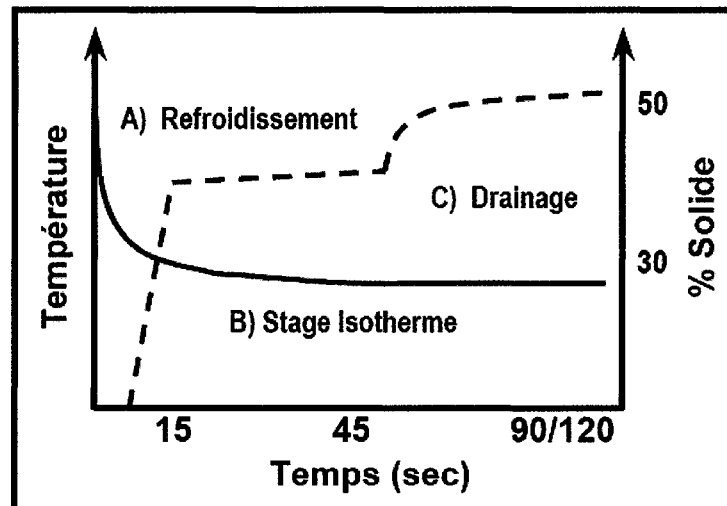


Figure 7 – Évolution de la température (trait continu) et de la fraction de solide (trait pointillé) au cours des étapes du procédé SEED [24]

2.2.3 Caractéristiques des alliages semi-solides

La différence la plus marquée entre la microstructure des pièces coulées de façon classique à partir de métal liquide et celle des pièces rhéomoulées est la forme globulaire de la phase primaire riche en aluminium (α -Al). La figure 8 compare la microstructure d'une pièce obtenue par un procédé semi-solide vs un procédé traditionnel de coulée en liquide. Dans le cas du semi-solide (figure 8 a), la microstructure comprend principalement une phase d'aluminium primaire globulaire (α -Al) uniformément distribuée au travers des zones d'eutectique résiduel et de constituant eutectique [23]. Pour le moulage conventionnel, la phase primaire est sous forme de dendrites de taille plus ou moins grosse selon le taux de refroidissement (figure 8 b).



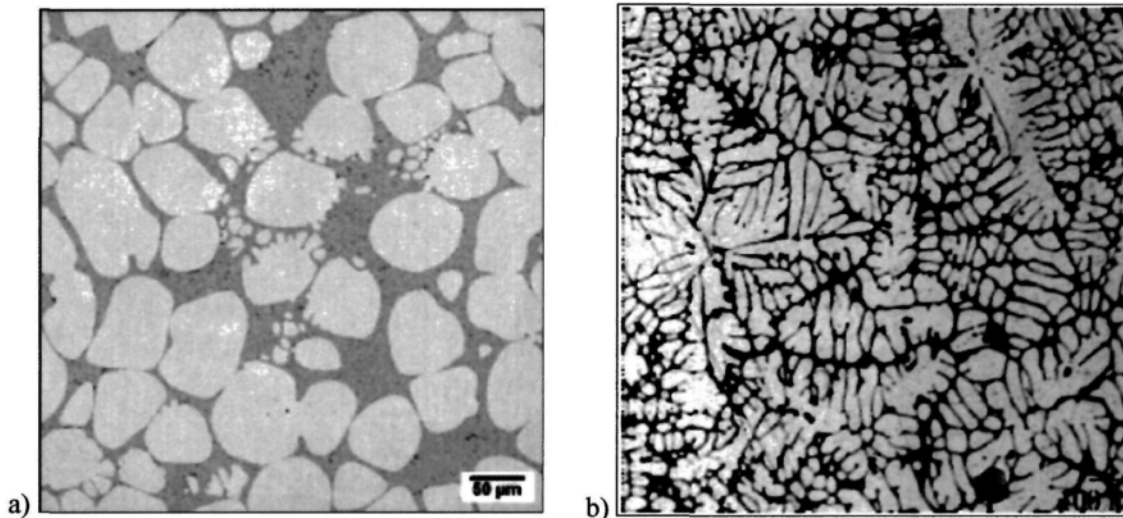


Figure 8 – Comparaison de microstructure de l'alliage A356
a) Structure globulaire d'un alliage A356 produit par le procédé SEED [16]
b) Structure dendritique d'un alliage A356 produit en moule coquille

En comparaison avec d'autres procédés, les pièces rhéomoulées ont la caractéristique d'avoir une microstructure fine, homogène et libre de défauts. Cette particularité fondamentale aux matériaux semi-solides permet d'améliorer les propriétés mécaniques et spécialement la résistance à des stress cycliques, un critère important pour les composantes de liaison au sol [26]. Entre autres, l'allongement à la rupture est significativement supérieur à celui des pièces moulées sous-pression à l'état liquide [27].

Cette caractéristique des pièces rhéomoulées peut être comparée avec d'autres procédés et d'autres alliages. Une étude technique et économique de Giordano a été réalisée entre des pièces obtenues par forgeage avec l'alliage AA6082-T6 et des pièces rhéomoulées de l'alliage A356.0-T6 obtenues par le procédé NRC, pour une pièce automobile (triangle de suspension) [26]. Le tableau 2 présente les résultats en traction

sur une pièce de triangle de suspension et les valeurs minimales recherchées pour cette application. Les composantes obtenues par rhéomoulage montrent une résistance mécanique légèrement moindre que les pièces de l'alliage AA6082 forgées, mais une plus grande ductilité (%El). À noter que ce critère est très recherché pour une composante de suspension automobile.

Tableau 2 – Propriétés mécaniques en traction pour des pièces forgées de l'alliage AA6082-T6 et des pièces rhéomoulées de l'alliage A356.0-T6 du procédé NRC [26]

Process	Mechanical properties			
	UTS [MPa]	YS [MPa]	E%	HB
Forging alloy AA6082 T6	315-330	275-290	8-12	110
Rheocasting Alloy AA A356.0 T6	310-330	255-275	9-14	110 - 120
<i>Minimum required</i>	<i>310</i>	<i>260</i>	<i>7</i>	<i>90</i>

2.2.4 Alliages communs de fonderie utilisés en semi-solide

La famille d'alliage la plus répandue dans l'industrie est sans aucun doute celle des alliages Al-Si-Mg en raison de leur grande coulabilité. Ils servent fréquemment de base de comparaison dans la littérature. Afin de profiter pleinement des avantages associés à la microstructure globulaire et saine obtenue par les procédés de rhéomoulage, l'utilisation d'alliages de première fusion sont habituellement privilégiés. Les pièces produites par rhéomoulage en 356 et 357 sont généralement soumises à un traitement thermique de durcissement structural type T5 ou T6, ce qui élargit la plage des propriétés mécaniques. Même si le traitement T5 peut être très avantageux et économique dans certaines applications, le traitement de mise en solution T6 est le seul qui permet d'obtenir les

propriétés mécaniques requises pour des applications de liaison au sol.

A) Propriétés mécaniques en traction

Dans une perspective globale et afin de situer les produits de rhéomoulage, l'étude des propriétés mécaniques a été étendue à plusieurs familles d'alliage d'aluminium utilisant d'autres méthodes de mise en forme. Par exemple, le moulage par gravité peut offrir des propriétés mécaniques légèrement meilleures que celles du moulage sous-pression. Les pièces moulées par gravité ainsi que celles moulées en sable ont des cycles de production plus lents et des dimensions moins précises ce qui nécessite souvent plus d'usinage. Quant au moulage de type « squeeze cast », certains articles de la littérature discutent d'une vitesse de production faible et d'une usure prématurée des outils, ce qui réduit sa compétitivité avec le moulage sous-pression [28, 29].

Le tableau 3 compare les principaux résultats de propriétés mécaniques en traction provenant de différents procédés pour l'alliage 357 à l'état T6. À noter, que la liste des procédés rapportés au tableau 3 est en ordre croissant selon l'épaisseur de paroi de pièce. Par exemple, le moulage en sable ne permet pas le moulage de pièces avec des parois minces comparativement au procédé de thixomoulage. Ces résultats montrent que le procédé SEED produit des pièces ayant des propriétés mécaniques en traction équivalentes à celles produites par le moulage permanent. Cette performance mécanique des pièces en SEED pourrait être améliorée selon les besoins de résistance mécanique vs la ductilité recherchée en ajustant les paramètres de traitement thermique T6.

À l'état T6, les pièces d'alliage 357 produites par SEED possèdent des intervalles de limite élastique (YS) et limite ultime (UTS) équivalents à d'autres procédés. Cependant, telle que décrite dans la littérature, même si les résistances mécaniques sont accrues, la bonne performance en ductilité demeure présente avec des élongations 8 à 13 % [26]. Cette performance n'est pas atteinte par aucun autre procédé de mise en forme aux dimensions finies (*Near-net-Shape*). Plusieurs auteurs prétendent que les alliages d'aluminium produits par voie semi-solide ont un comportement encore jamais vu après un durcissement structural. En effet, pour les alliages 319, 356 et 357, certains résultats expérimentaux soutiennent l'hypothèse d'une augmentation de limite élastique et de la résistance mécanique sans perte de ductilité significative [9, 29].

Tableau 3 – Comparaison des propriétés mécaniques de l'alliage A357-T6 parmi différents procédés de mise en forme (Min ~ Max ou valeur type)

Procédés	UTS (MPa)	0.2%YS (MPa)	Élongation (% El)
Procédé SEED	335 ~ 350	290 ~ 300	8 ~ 13
Squeeze Cast [30]	324 ~ 338	241 ~ 262	8 ~ 10
Moule permanent [31]	360	295	5
Moulage en sable [31]	345	296	2

B) Comportement en fatigue

Tel que le démontrent les courbes de Wöhler (S-N) de la figure 9, les résultats des échantillons extraits de pièces rhéomoulées de l'alliage A356-T6 sont supérieurs à ceux

de procédés de coulée par gravité (*Permanent Mould*) et procédé à basse pression (*Low Pressure*) [32]. Ainsi, pour des cycles de 10^6 à 10^7 , l'augmentation de la résistance à la fatigue est de 25 % à 35 % supérieure. Ce type de résultat rapporté par Rosso a également été observé par d'autres études de recherche qui ont rapporté que les procédés de rhéomoulage produisent des pièces ayant de meilleures résistances en fatigue que d'autres procédés conventionnels [33-35].

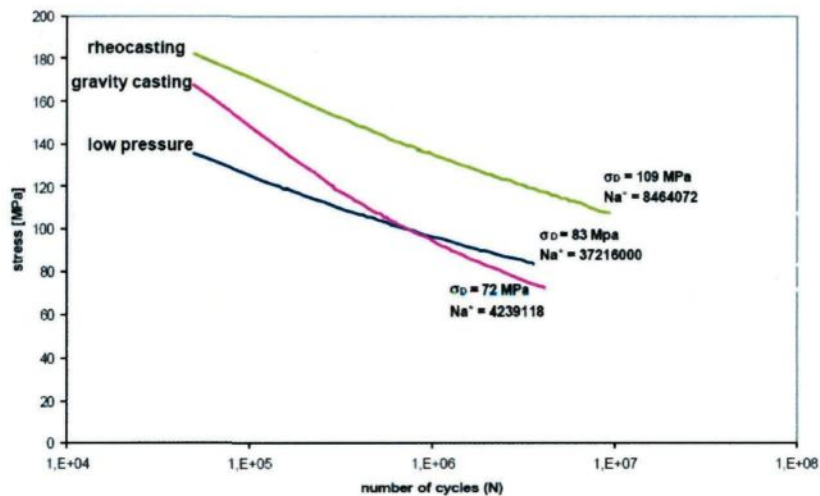


Figure 9 – Comparaison du comportement en fatigue de l'alliage A356 pour trois procédés différents de mise en forme [32]

L'une des raisons qui expliquent cette performance des pièces semi-solide est la microstructure saine et plus homogène. Entre autres à l'état non modifié, le silicium eutectique des pièces rhéomoulées est généralement plus fin que celui des pièces produites par moulage en coquille. Cette caractéristique provient d'une solidification de la phase liquide finale qui est plus rapide du fait que le mélange semi-solide est injecté à une température plus faible que les autres procédés en liquide [35]. Il pourrait s'agir d'une raison pour laquelle les pièces produites par voie semi-solide sont plus ductiles que celles coulées en coquille [9].

Le strontium est le modificateur dont l'efficacité persiste le plus longtemps. Pour les pièces coulées de façon classique, l'effet d'une modification eutectique est bénéfique. Il en est de même pour les pièces rhéomoulées. Cependant, dans le cas d'un alliage A357 utilisant le procédé SEED, il a été démontré qu'au-delà d'une certaine concentration de strontium les bénéfices sur les propriétés mécaniques sont presque nuls [23]. On peut donc dire que la rapidité de solidification des procédés de rhéomoulage fait en sorte que l'impact de l'ajout d'agent modificateur est limité. Cette ajout peut donc être fait en moins grande concentration comparativement aux autres procédés en mode liquide.

En résumé, les procédés de rhéomoulage permettent donc d'augmenter la résistance en fatigue des alliages de fonderie pour la rendre comparable à celle de certains alliages forgés. Cette bonne performance en fatigue est très à propos pour ces pièces semi-solides de haute qualité. En effet, les pièces automobiles produites par rhéomoulage seront soumises à de fortes contraintes dynamiques tout au long de la durée de vie [32].

2.2.5 Autres alliages utilisés en semi-solide

Présentement, la plupart des recherches sur le rhéomoulage sont principalement orientées sur les alliages couramment utilisés en fonderie comme les alliages 356 et 357. Leur niveau de silicium autour de 7 % permet une bonne fluidité et par le fait même une bonne coulabilité. Même si ces alliages sont capables de se conformer aux exigences mécaniques de certaines applications, ils ne démontrent pas le même niveau de résistances mécaniques et ductilité que les alliages de corroyage [36]. De façon générale,

il est évident que les alliages de corroyage offrent une plus vaste gamme de résistance mécanique que ceux de fonderie. Ces alliages sont les plus ductiles et conservent leur ductilité même à l'état durci. Toutefois, l'utilisation des alliages de corroyage est limitée par leur difficulté de coulabilité et de mise en forme en mode liquide.

Les alliages corroyés de la famille 6061 et 2024 sont des types d'alliages qui se durcissent par précipitation. Jusqu'à ce jour, il a été difficile de les couler dans des formes complexes (*Near-net-Shape*) en raison leur faible fluidité lors de la solidification ce qui génère de fortes incidences aux déchirures à chaud [36]. Cependant, ils sont grandement employés dans le cas de pièces forgées. Toutefois, le développement d'alliage réalisé dans le cadre du projet SEED par RTA a permis le développement d'un alliage AA6061 adapté aux applications de rhéomoulage. Ce nouvel alliage offre une faible susceptibilité aux déchirures à chaud et des propriétés mécaniques compétitives [2]. En résumé, l'objectif pour ces travaux a été orienté vers des approches permettant d'améliorer l'aptitude globale en termes de remplissage (*filling*) et d'alimentation (*feeding*) des cavités de moule.

Comme le montrent la figure 10 et la figure 11, les résultats de l'alliage AA6061 adapté au semi-solide indique qu'il y a eu une nette réduction de l'indice de déchirure à chaud, et ce, sans impact sur les propriétés mécaniques. Ces résultats prometteurs laissent croire qu'il est possible d'obtenir d'excellentes caractéristiques pour des alliages différents que ceux fréquemment utilisés en fonderie (356 et 357). La réalisation d'une telle performance est possible grâce à la combinaison d'une composition chimique

spécialement adaptée au semi-solide, jumelée à des conditions optimales des paramètres de procédé SEED et de moulage lors de l'injection dans le moule [2].

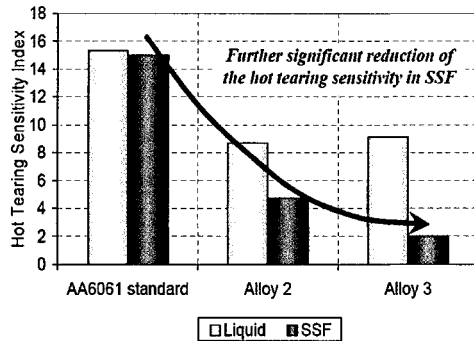


Figure 10 – Exemple de réduction de l'indice de déchirure à chaud pour deux alliages AA6061 développés spécialement pour le procédé SEED [2]

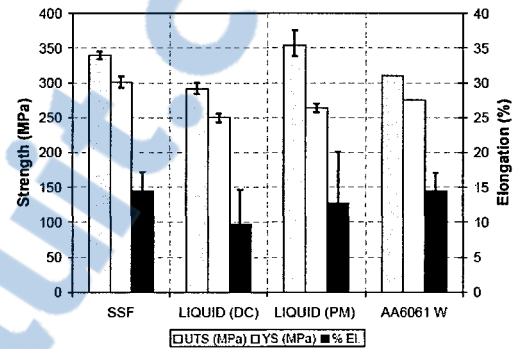


Figure 11 – Comparaison des propriétés mécaniques avec d'autres procédés pour un alliage AA6061 développé spécialement pour le procédé SEED [2]

Pour ce qui est des propriétés en fatigue, les résultats de durée de vie en traction du AA6061 en semi-solide sont présentés à la figure 12 avec comme base de comparaison les résultats de l'alliage de corroyage AA6061. À partir d'une simple loi de régression sur la série des résultats expérimentaux, les propriétés en fatigue du AA6061 en semi-solide sont comparables à celles de l'alliage de corroyage de référence [2].

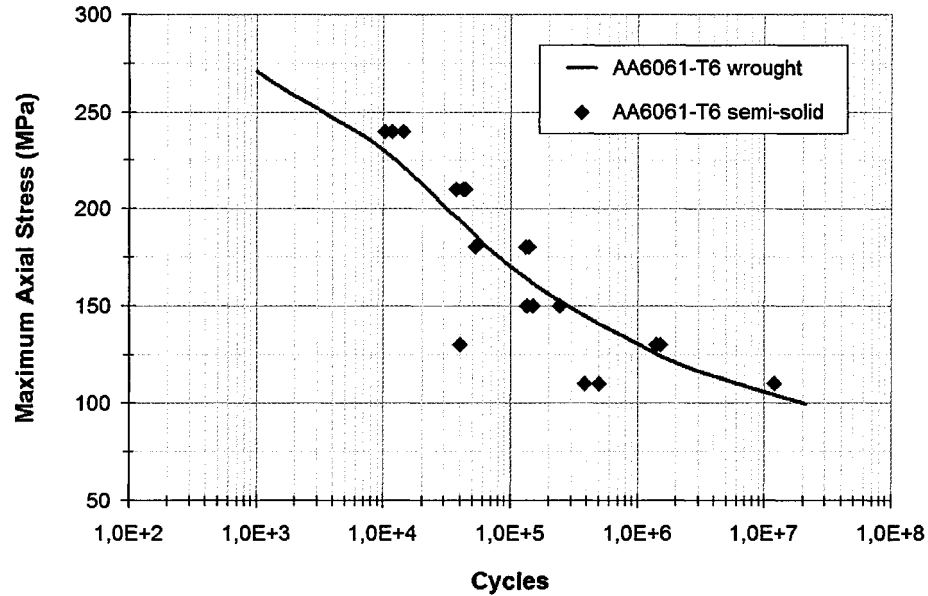


Figure 12 – Résultats en fatigue de l’alliage AA6061 produit par le procédé SEED [2].

L’incidence des déchirures à chaud de l’alliage AA6061 a été significativement réduite grâce au contrôle de la microstructure [2]. Ainsi, pour le procédé SEED, il a été démontré que la grosseur moyenne des globules de la phase primaire α -Al doit respecter une dimension optimale afin d’atteindre des propriétés mécaniques maximales [23].

Tel que schématisé à la figure 13, lorsque le raffinement de grain n’est pas efficient, les déchirures à chaud sont susceptibles d’être initiés et plus faciles à propager. D’un autre côté, lorsque l’alliage est beaucoup trop affiné, les déchirures à chaud seront plus difficiles à débiter, mais lorsqu’elles apparaissent, leur propagation est plus facile. Par conséquent, lorsque l’affinage des grains est de dimension optimale, le démarrage des déchirures à chaud est plus difficile, et celles-ci font face à une propagation sans corridor préférentielle [37]. Ainsi, une structure de particules α -Al déformées dans une direction

ou des particules globulaires ultra fines peuvent causer des chemins préférentiels à la propagation de fissure [23].

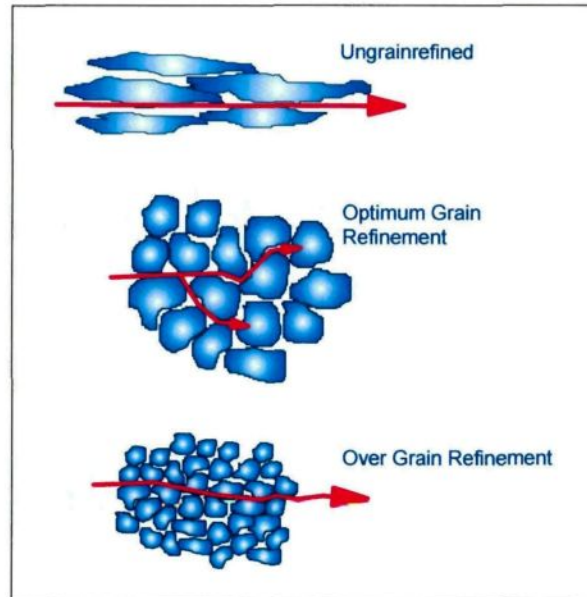


Figure 13 – Comparaison schématique de profil de propagation de fissure pour différentes dimensions et morphologies de particules α -Al [37]

2.2.6 Caractéristiques des alliages de la famille Al-Cu

2.2.6.1 Composition chimique et traitement thermique

Le cuivre est l'un des éléments d'alliages les plus importants dans l'aluminium, notamment à cause de sa solubilité et de sa contribution au durcissement du métal. Plusieurs alliages commerciaux contiennent du cuivre, soit comme élément majeur d'addition ou comme un élément complémentaire. Le cuivre est souvent utilisé avec le magnésium et le silicium dans les alliages d'aluminium. Le diagramme d'équilibre Al-Cu est présenté à la figure 14. La partie riche en aluminium est caractérisée par un point eutectique Al-CuAl₂ dont les coordonnées sont : 548 °C, 33,2 % en masse de cuivre. Au



point eutectique, le liquide est en équilibre avec une solution solide contenant 5,7 % en masse de cuivre et le composé de phase θ soit CuAl_2 .

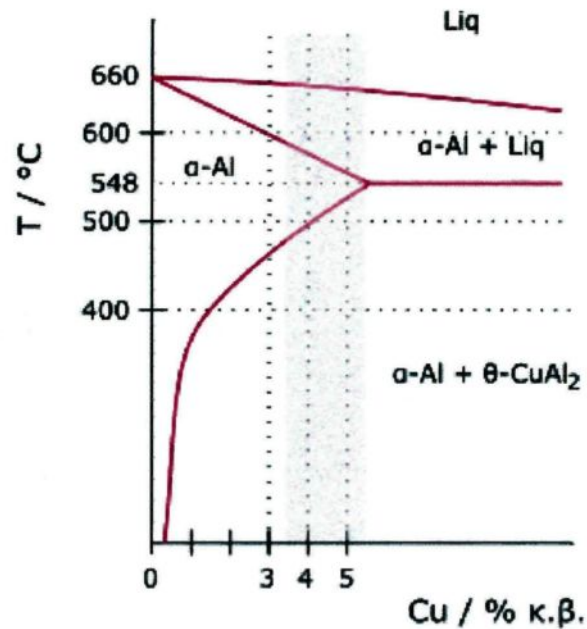


Figure 14 – Diagramme de phase Al-Cu

La famille d'alliage 206 est principalement employée dans la production de pièce de qualité nécessitant de très bonnes forces mécaniques. Les applications pour des pièces moulées sont l'aérospatiale, le militaire et l'aéronautique. Cet alliage est également envisagé dans certaines applications automobiles comme pour les pièces de suspension. Cette famille d'alliage comprend quelques-uns des alliages d'aluminium les plus résistants [38].

En plus du Cu, les alliages de la famille 206 contiennent du Mg comme éléments de l'alliage. Les mécanismes de durcissement par précipitation sont donc définis par le diagramme ternaire Al-Cu-Mg, dans lequel les réactions se produisent entre les particules α -Al en solution solide et les phases CuAl_2 et CuMgAl_2 . Les traitements thermiques de la famille 206 sont le T4 et le T7. Dans le cas d'un traitement T4, on vise à donner une force mécanique moyenne à élevée avec une ténacité élevée et une ductilité très élevée. Dans les cas où l'application demande plus de force, l'alliage 206 peut être traité en T7 pour donner de très hautes résistances mécaniques, mais en échange d'un compromis sur la ductilité. Les variations des paramètres de traitement thermique peuvent donc avoir beaucoup d'impact sur la performance des propriétés mécaniques.

La famille des alliages 206 spécifiés par l'Aluminium Association (AA) figure au tableau 4. La désignation des alliages se terminant par '0' correspond à la composition finale des pièces tandis que ceux se terminant par '2' correspondent à la composition des lingots de fonte (matériel brut). L'alliage 206 correspond à une qualité commerciale tandis que le A206 est associé à la nuance la plus pure principalement utilisée dans les applications aéronautiques et pour certaines pièces de suspension automobile.

Le B206 est un nouvel alliage récemment normalisé suite à une récente découverte sur l'affinage pour laquelle l'objectif était de rendre l'alliage 206 moins susceptible à la propagation des déchirures à chaud [39]. Il diffère des autres alliages primaires pour sa basse limite en titane (Ti). Les recherches de Sigworth [40] démontrent que pour une même quantité d'affineurs de grain de type Ti-B, la dimension des grains est deux fois

plus fine lorsque le niveau de titanium est limité à 0,05 % comparativement au niveau de titanium plus élevé dans l'alliage 206 standard. Sa microstructure plus fine améliore le comportement du B206 par rapport aux déchirures à chaud.

Tableau 4 – Composition chimique des alliages de la famille 206 [38]

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ti	Zn	Others	
								Each	Total
206.0	0.10	0.15	4.2-5.0	0.20-0.50	0.15-0.35	0.15-0.30	0.10	0.05	0.15
206.2	0.10	0.10	4.2-5.0	0.20-0.50	0.20-0.35	0.15-0.25	0.05	0.05	0.15
A206.0	0.05	0.10	4.2-5.0	0.20-0.50	0.15-0.35	0.15-0.30	0.10	0.05	0.15
A206.2	0.05	0.07	4.2-5.0	0.20-0.50	0.20-0.35	0.15-0.25	0.05	0.05	0.15
B206.0	0.05	0.10	4.2-5.0	0.20-0.50	0.15-0.35	0.10	0.10	0.05	0.15
B206.2	0.05	0.07	4.2-5.0	0.20-0.50	0.20-0.35	0.05	0.05	0.05	0.15

En résumé, les alliages applicables à l'industrie automobile sont les alliages A206 et B206. La principale distinction est leur concentration en titanium. Dans le cas du A206, le niveau de Ti est ajouté à l'alliage à des concentrations entre 0.15 et 0.30 % alors que pour le B206, le titanium doit être le plus petit possible avec des limites de 0.10 % Ti pour la pièce finale. À noter que dans tous les cas le silicium n'est pas considéré comme un élément d'alliage ajouté à la composition chimique. Il s'agira d'une différence notable par rapport aux compositions chimiques expérimentées dans la cadre de ces travaux de recherche.

2.2.6.2 Propriétés mécaniques et applications

Tout comme l'alliage 206, l'alliage de corroyage 2024 est un alliage type Al-Cu. Il doit donc subir un traitement thermique approprié (durcissement par précipitation) afin d'atteindre de hautes propriétés mécaniques. Le tableau 5 compare les résultats de

propriété mécanique pour différents procédés de rhéomoulage et en mode liquide pour l'alliage de corroyage 2024 [36]. Les propriétés mécaniques des pièces obtenues par le procédé de rhéomoulage (*LSPSF rhéofforming - low superheat pouring with a shear field*) sont supérieures à plusieurs autres procédés. Cependant, elles demeurent toujours inférieures aux propriétés du même alliage à l'état corroyé (wrought).

Tableau 5 – Propriétés mécaniques de pièces d'alliage de corroyage 2024* obtenues par différents procédés [36]

Processing technique	Heat treatment	Yield strength/MPa	Ultimate strength/MPa	Elongation/%	Reference
LSPSF rheofforming	T6	321	428	12	This paper
Thixoforging-1	T6	277	366	9.2	[19]
Thixoforging-2	T6	236	387	21	[18]
Indirect squeeze casting	T6	230	420	8	[20]
Wrought	T6	393	476	10	[20]
Thixofforming-1 applies direct squeeze casting; Thixofforming-2 applies indirect squeeze casting					

*Composition de l'alliage 2024 : Cu 4.4, Mg 1.6, Si 0.3, Fe 0.4, Mn 0.6, Cr 0.1, Zn 0.2 (% wt)

En comparaison pour l'alliage 206, le tableau 6 synthétise les principaux résultats comparatifs des propriétés mécaniques pour quatre différents procédés de mise en forme. Dans le cas de « test barre », il s'agit des résultats potentiels reliés à l'alliage 206. À noter, que la liste des procédés rapportés au tableau 6 est en ordre croissant selon l'épaisseur de paroi de pièce. Par exemple, le moulage en sable ne permet pas le moulage de pièces avec des parois minces comparativement au procédé de thixomoulage.

Cependant, un désavantage majeur fait que les alliages Al-Cu sont moins répandus dans l'industrie. Il s'agit de leurs difficultés de moulage dont le principal problème et cause de rejet est leur prédisposition aux déchirures à chaud [41]. Parmi ces alliages, on

note l'alliage 206 dont les problèmes de mise en forme peuvent générer de 20 à 30 % de rejet pour des défauts internes dans la pièce finale [42].

Tableau 6 – Comparaison des propriétés mécaniques de l'alliage A206.0-T7 parmi différents procédés de mise en forme

Procédés	UTS (MPa)	0.2%YS (MPa)	Élongation (% El)
Thixomoulage*	386	317	6 %
Moule permanent **	415	345	5 %
Moulage en sable **	400	330	5 %
Test barre***	436	347	11.7 %

[31] *ASM speciality handbook Aluminum and aluminum alloys* * p. 102, ** p. 113 et *** p.709

2.2.6.3 Déchirures à chaud

Le phénomène de déchirure à chaud peut porter plusieurs appellations, certains parlent de crique à chaud ou fissure à chaud. Il y a plusieurs références sur le sujet, mais tous s'entendent pour dire que les déchirures à chaud sont un défaut majeur en solidification, qui cause le rejet de nombreuses pièces. Le phénomène mécanique peut être décrit comme l'ouverture de fissure en fond de zone pâteuse. C'est-à-dire que dans les régions à haute fraction de solide, typiquement une valeur de $f_s \sim 0.9$ et plus. Les problèmes de solidification proviennent principalement du manque d'apport en métal liquide lors de la contraction (shrinkage) [43]. Les alliages d'aluminium ont un taux de contraction de 3.5 % à 8,5 % durant la solidification. Par le fait même, ces régions à haute fraction solide sont soumises à des déformations favorisant des forces en traction

sur les films de métal liquides résiduels [31]. Cependant, dans le cas des matériaux semi-solides, ce taux est moindre puisque 50 % de la contraction est effectuée avant la dernière phase de solidification. Les pièces rhéomoulées devraient donc être moins sensibles aux déchirures à chaud, ce qui devient un avantage par rapport au moulage traditionnel [11].

De façon générale, les déchirures à chaud sont observables à l'œil ou avec l'aide d'un liquide pénétrant. La figure 15 illustre bien un cas typique de déchirure à chaud d'une pièce obtenue par le procédé de rhéomoulage SEED. Les déchirures à chaud sont localisées dans les zones de changement de section ou de courbure dans la pièce. Ils correspondent à des points de concentration des contraintes. Par le fait même, la conception de pièce est un des facteurs qui peut permettre de minimiser les sites d'amorce de déchirure à chaud.

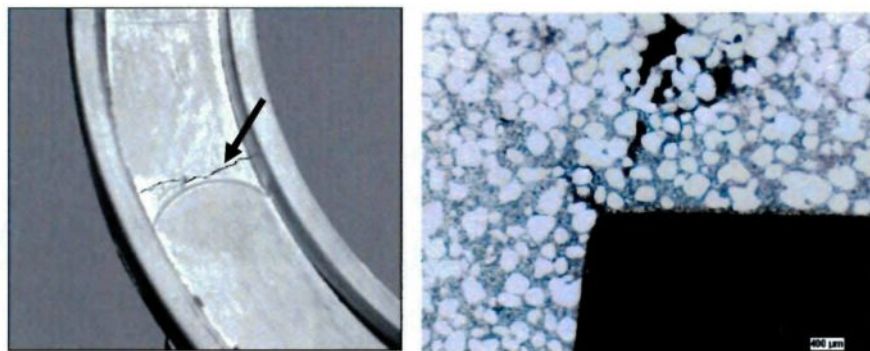


Figure 15 – Représentation de déchirure à chaud provenant des premiers essais de l'alliage B206 en semi-solide réalisés en 2004 [25]

Contrairement aux métaux purs, qui se solidifient à une température fixe, les alliages se transforment peu à peu de l'état liquide à l'état solide, et ce, durant un intervalle de

température plus ou moins longue. Lors de la coulée, il y a un cycle au cours duquel l'alliage est constitué de particules solides et d'une phase de liquide résiduelle. La courbe de solidification de l'alliage 206 de la figure 16 montre bien la transition des phases et l'évolution de la fraction solide en fonction de la diminution de température.

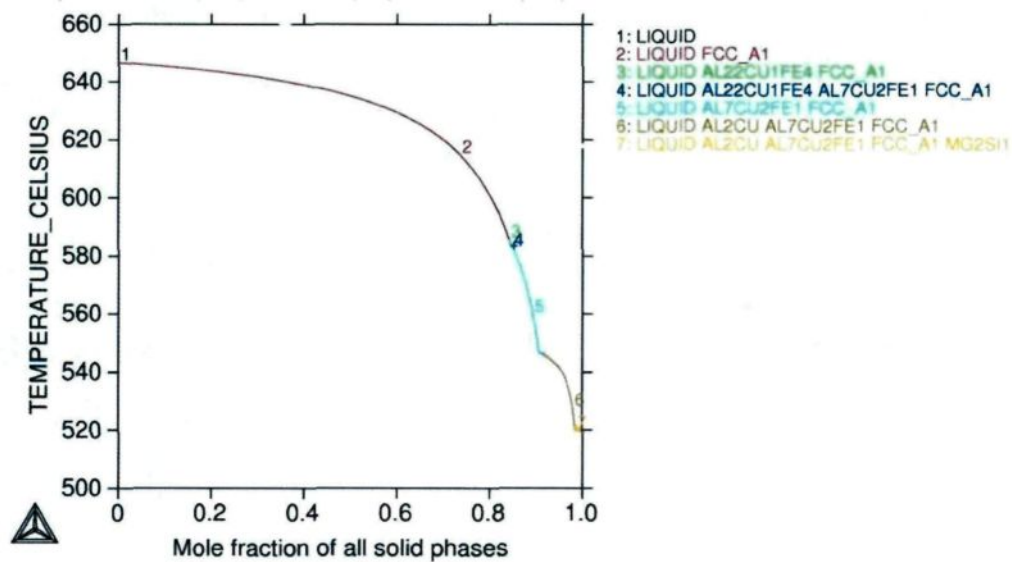


Figure 16 – Courbe de température vs fraction solide de l'alliage 206

La période de transition en semi-solide peut être distribuée en deux principales étapes : l'étape pâteuse (*slurry*) et l'étape de gelée semi-solide (*mush*) [41, 42]. La phase pâteuse (*slurry*) est définie comme un liquide avec des particules solides en suspension. À une température donnée, lors du refroidissement, quelques grains solides commencent à interagir les uns avec les autres et des contraintes internes se développent dans le matériel. À une température donnée, le matériau est appelé « gelée semi-solide » (*mush*), à savoir un réseau solide avec un circuit de liquide entre les particules. Cette transition s'effectue dans un intervalle de fraction solide qui varie selon la morphologie des

particules solides [42].

La dernière étape de gelée semi-solide est incontestablement la cause de défauts sévères tels que les déchirures à chaud et se produit lorsque la pièce se solidifie et le métal se contracte sous des conditions de contraintes internes. Un des facteurs déterminants des déchirures à chaud est la dimension des grains. Plusieurs études ont rapporté qu'une structure globulaire des grains et suffisamment fine permet une grande résistance aux déchirures à chaud [41, 42]. L'une des raisons est qu'à l'état semi-solide, une structure composée de grains fins aura un comportement plus ductile qu'une structure grossière ou dendritique. Ainsi, une microstructure fine sera en mesure de compenser pour les contraintes provoquées à l'interne en assurant le déplacement des liquides et même de fines particules solides. Cependant, il faut éviter de tomber dans le sur affinage des grains, car une microstructure ultra fine ne permet pas d'entraver la propagation des fissures dans la pièce solide (figure 13).

Une étude concernant les mesures de force de contraction sur la microstructure au point de coalescence a permis d'identifier des critères comparatifs pour prévoir la susceptibilité des déchirures à chaud [41]. Cette étude a démontré que plus la température de coulée est élevée plus la tendance aux déchirures à chaud sera grande. En effet, ceci est associé à plusieurs facteurs : un taux de refroidissement moins rapide, une ségrégation accrue du soluté, une croissance plus grande des grains et la formation localisée de point chaud dans des zones critiques [41]. Les résultats d'une autre étude ont démontré exactement les mêmes conclusions [42].

Par rapport aux alliages Al-Cu, la figure 17 montre la relation entre la longueur de fissure (déchirure) en fonction de la concentration en cuivre et de la température de coulée. En plus de constater l'effet de la température de coulée, on constate qu'une concentration de cuivre supérieure à 4 % permet d'importantes réductions sur les longueurs de fissures générant des déchirures à chaud. La figure 17 comprend également l'intervalle des concentrations en cuivre ciblées par ces travaux de recherche.

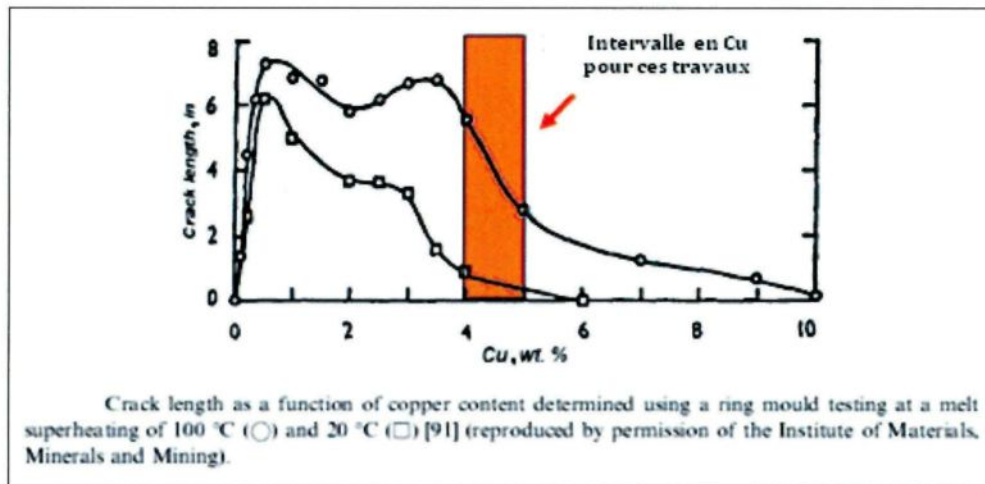


Figure 17 – Exemple d'essais expérimentaux montrant le rapport entre la longueur de fissure obtenue en fonction de la concentration (Cu) [42].

Une étude portant sur la fluidité de l'alliage Al-Cu coulé par gravité, mais à l'état semi-solide, a démontré que la tendance des déchirures à chaud de l'alliage B206 pouvait être réduite [44]. À noter que les essais de cette étude ont été faits à très faible niveau de fraction solide, soit f_s d'environ 5 %, ce qui est relativement différent des présents travaux. De plus, très peu de références traitent des déchirures à chaud de l'alliage 206 avec le procédé de rhéomoulage.

2.2.6.4 Calcul de l'indice de qualité

Pour évaluer et comparer tout le potentiel des trois paramètres propriétés mécaniques, l'utilisation d'un indicateur de qualité peut être un moyen simple. En effet, les résultats des propriétés mécaniques peuvent être rapportés sous un seul indice de qualité (Q.I. Quality Index) ayant une seule unité. L'équation (1) est l'une des formules de calcul de l'indice de qualité fréquemment employé dans la littérature pour l'alliage 206 [4].

$$Q.I. (MPa) = UTS (MPa) + 270 \text{ Log } (\% El) \quad (1)$$

Cependant, une récente étude a permis de proposer un nouvel indice qualité basé sur l'indice qualité proposé par Cáceres et qui tient compte du potentiel de ductilité observé auprès de l'alliage 206 [45]. Selon cette récente étude l'équation (2) est une nouvelle équation pour adresser le critère de qualité des pièces d'alliage 206, où Q_t est l'indice qualité, e_f elongation à la fracture et σ_y correspond à la limite élastique.

$$Q_t = \frac{e_f}{71 \exp(-0.004 \sigma_y)} \quad (2)$$

Dans le cadre de ce projet de recherche, l'indice de qualité pourrait être calculé avec l'une de ces équations pour comparer rapidement les résultats de propriétés mécaniques entre les différents groupes d'essai. Cependant, ces deux méthodes de calcul font appel à des constantes basées sur une composition chimique standard de l'alliage 206 avec un niveau de maximum silicium de 0,05 %. Puisque l'équation (1) est celle qui est le plus

fréquemment rapportée dans la littérature, c'est celle qui sera utilisée pour le calcul de l'index qualité dans le cadre de ces travaux.

2.2.7 Système ternaire Al-Cu-Si

En référence à plusieurs publications, il est bien connu que l'effet du silicium dans les alliages permet d'importantes réductions des déchirures à chaud [46, 47]. Plusieurs alliages commerciaux de fonderie contiennent à la fois du cuivre et du silicium comme éléments principaux d'alliage. Dans une étude, il a été démontré que la fluidité d'un alliage Al-Cu s'améliore avec l'addition de silicium [47].

Dans le cas d'un processus de solidification tel que le procédé SEED, le mode de solidification devrait être différent que le processus décrit ci-dessus. En effet, la solidification préférentielle de la phase primaire α -Al fait en sorte que le composé eutectique restant de la phase liquide correspondant à une fraction solide f_s de 40-50%, donc très riche en liquide eutectique avec un point de fusion relativement bas. Le diagramme de phase ternaire Al-Cu-Si avec coupe verticale à 1 % de silicium (figure 18) montre bien la zone de l'intervalle de composition de cuivre visée par les essais de cette recherche. Il faudra donc déterminer comment les composés intermétalliques se développent dans le cas d'un processus de solidification contrôlée tel que le procédé SEED.

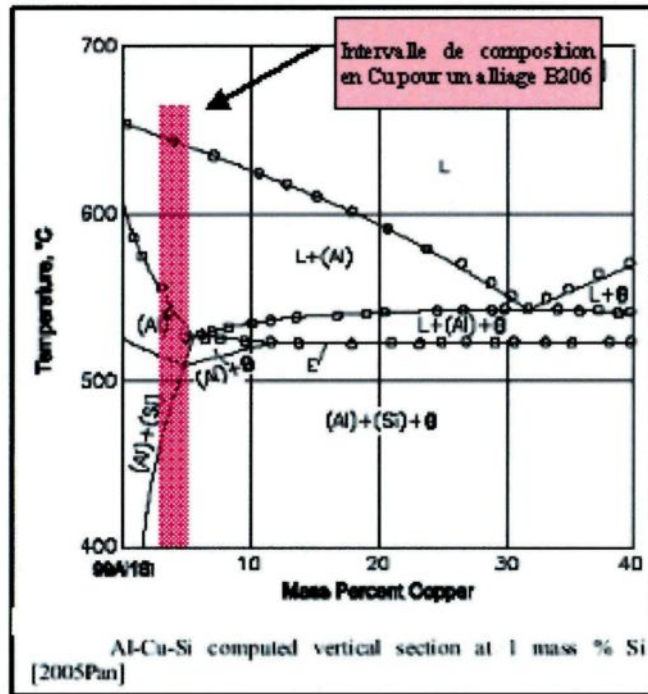


Figure 18 – Diagramme de phase (ternaire) pour alliage Al-Cu-Si avec teneur en silicium fixe à 1 %[48]

En mode liquide, les défauts et les déchirures à chaud dans les pièces coulées à base d'alliages Al-Cu-Si sont fortement dépendants de la composition. Ce type de défaut apparaît en grand nombre près de la limite de solubilité, lorsque la quantité d'eutectique présente est minimale [46]. Une étude sur la tendance de déchirure à chaud de l'alliage Al-Cu-Si a été réalisée a rapporté qu'un alliage contenant 0,5 % Si et jusqu'à 4 % Cu est encore très susceptible aux déchirures à chaud [42].

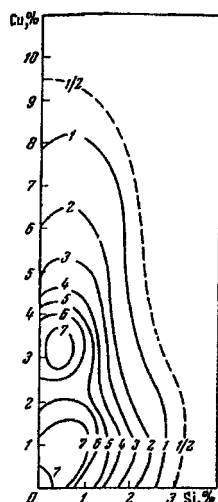


Figure 19 – Indice de déchirure à chaud pour les alliages Al-Cu-Si en fonction des concentrations en Cu et Si [42]

Comme l'indique la figure 19, l'addition de 1 % à 3 % silicium est beaucoup plus efficace et moins complexe pour la réduction des déchirures à chaud que le cuivre. Selon cette même étude, la constante du degré de déchirure à chaud peut être exprimée analytiquement par : $[Cu] + 3 [Si] = Cte$, où $[Cu]$ et $[Si]$ sont des concentrations (wt%), donc trois fois plus d'impact pour l'addition de silicium [42]. Ainsi, pour un intervalle de concentration en cuivre de 4 % à 5 %, il faut une addition de plus de 1 % silicium pour obtenir une réduction significative de l'indice de déchirure à chaud.

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

3.1 TECHNOLOGIE DE MISE EN FORME EN SEMI-SOLIDE

Ce projet de recherche s'inscrit dans le cadre des travaux effectués par Rio Tinto Alcan pour le développement d'un alliage type Al-Cu applicable à la technologie SEED. Les pièces ont été produites à l'usine pilote SEED au Centre de Technologie de l'aluminium (CNRC-CTA) en collaboration avec le soutien de l'équipe technique du CTA et de Rio Tinto Alcan. Les photographies des figure 20 et figure 21 montrent un aperçu des installations de l'unité pilote SEED situé au laboratoire industriel du CTA et du module préindustriel du procédé SEED.



Figure 20 – Aperçu de l'ensemble des installations de la cellule pilote de SEED (courtoisie du CNRC-CTA)



Figure 21 – Aperçue de trois tables de brassage de la technologie SEED

Les mêmes méthodes opérationnelles et équipements employés pour ce projet de maîtrise correspondent à ceux utilisés par l'équipe de projet Rio Tinto Alcan. Dans tous

ces essais, les paramètres d'opération du procédé SEED et de moulage ont été optimisés avec les meilleures pratiques connues. Tous les essais ont été effectués sans l'étape de drainage. Les travaux requis pour atteindre les objectifs ont été développés selon les grandes étapes suivantes :

- mesurer l'impact de l'ajout de silicium et de cuivre sur la réduction des déchirures à chaud;
- évaluer l'impact des changements de concentration en silicium (Si), en cuivre (Cu) et en fer (Fe) sur un alliage B206 en semi-solide. Comparer les résultats de propriétés mécaniques en traction pour tous les cas;
- effectuer des essais de propriétés mécaniques en fatigue pour deux compositions d'alliage ayant obtenu les meilleurs résultats mécaniques en traction;
- déterminer les facteurs clés liés à la microstructure de pièces semi-solides permettant d'améliorer les propriétés mécaniques.

3.2 ÉVALUATION DES DÉCHIRURES À CHAUD

Le tableau 7 comprend les variations de composition en silicium et en cuivre des alliages. Les lopins semi-solides de ces alliages ont été produits et injectés sous-pression, dans un moule en forme de « U » spécialement conçu pour l'évaluation des déchirures à chaud. La sélection des concentrations en silicium et en cuivre pour ces essais a été discutée à la section 2.2.3 de la revue littéraire du Séminaire I. Le reste de la composition chimique est conforme aux limites de spécifications de l'alliage commercial B206.

Tableau 7 – Variations de composition chimique pour l'évaluation des déchirures à chaud

Identification (ID)	Si (%)	Cu (%)
B206 standard	0,05	4,2-5,0
B206-I	1,0	5,5
B206-II	1,0	5,0
B206-III	1,2	4,1-4,6

L'indice de sensibilité aux déchirures à chaud (HTS → Hot Tearing Sensitivity) des pièces a été mesuré par un examen visuel des pièces à l'aide d'un liquide de ressuage. L'indice est fondé sur le nombre de déchirures et leurs longueurs respectives [2]. La mesure des déchirures à chaud sur des pièces prototypes (U-Shape) a été effectuée pour les quatre zones identifiées à la figure 22.

Dans un premier temps, les pièces ont été submergées dans un liquide pénétrant pour permettre de révéler la présence des déchirures à chaud et leur taille. Par la suite, une inspection visuelle a été effectuée sur les zones de mesure (figure 22). Les critères pour quantifier l'indice de déchirure à chaud (HTS) sont exposés au tableau 8. Lorsqu'il n'y a aucune déchirure, l'indice de déchirure à chaud est de zéro, tandis qu'il est de trois lorsque la longueur des déchirures dépasse la largeur maximale de la pièce, c'est-à-dire une longueur égale à « W » [2].



Figure 22 – Zones de mesure des déchirures à chaud

Tableau 8 – Critères de mesure des déchirures à chaud

Pondération selon $\sum N_{\text{dechirure}}$			
0	1	2	3
Aucune	Ponctuelle	$\leq W$	$> W$
* W correspond à la largeur de la section indiquée à la figure ci-contre			

3.3 ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

3.3.1 Plan d'essai

Les variations de concentrations de silicium, de fer et de cuivre ont été établies à partir d'un plan d'expérimentation (DOE-Design Of Experiment). La matrice d'essais a été déterminée à partir de deux niveaux de variation (bas/haut) pour chacun des éléments, comme l'indique le tableau 9. Normalement, la matrice complète, pour trois (3) variables et deux (2) niveaux, soit un total de 2^3 , correspondrait à une matrice avec 8 essais.

Tableau 9 – Valeurs ciblées des niveaux bas et haut en Si, Cu et Fe

	Silicium (Si)	Fer (Fe)	Cuivre (Cu)
Bas niveau (-)	0,8	0,07	3,8
Haut niveau (+)	1,2	0,15	4,4

Cependant, pour minimiser le temps et les coûts d'expérimentation, il a été possible d'utiliser une matrice excluant certaines combinaisons de facteurs. Ainsi, quelques effets principaux sont confondus avec des interactions bidirectionnelles. Une telle matrice est appelée demi-matrice de résolution III (fractional factorial design). Ce type de plan d'expérience permet de limiter le nombre d'essais à quatre, mais en contrepartie, réduit la détection d'interactions entre les variables.

Les variations de composition des alliages sont celles qui figurent au tableau 10. La composition chimique des éléments restants est conforme aux limites de spécifications de l'alliage commercial B206 utilisé pour la production en moule permanent. À noter que par rapport au plan d'essais, l'alliage commercial qui se rapproche le plus des trois principaux constituants Al-Cu-Si est l'alliage 295.0 [31]. Cependant, contrairement à l'alliage B206, l'alliage 295.0 ne comprend pas de magnésium (Mg).

Tableau 10 – Matrice statistique du demi-plan d'essai

Identification (ID)	Silicium (Si) ± 0,1	Fer (Fe) ± 0,01	Cuivre (Cu) ± 0,1
Alliage -1	1,2	0,07	3,8
Alliage -2	0,8	0,07	4,4
Alliage -3	1,2	0,15	4,4
Alliage -4	0,8	0,15	3,8

3.3.2 Production des pièces et essais mécaniques

A) Paramètres de fabrication de la pâte semi-solide par le procédé SEED

Dans tous ces essais, les paramètres d'opération du procédé SEED et de moulage ont été optimisés avec les meilleures pratiques connues. Tous les essais ont été effectués sans drainage. Les principaux paramètres du procédé SEED utilisés ont été les suivants :

- température du métal dans le four maintenue entre 720 °C et 725 °C;
- température de verse de 654 ± 3 °C, temps de cycle de brassage de 95 à 100 secondes suivi d'un repos de 5 secondes avant le transfert dans le conteneur de la presse. Tous les essais ont été réalisés sans drainage.

La texture des lopins était suffisamment ferme et uniforme facilitant le démoulage du lopin dans le conteneur. Il n'y a donc pas eu de cassure de lopin (déformation dans le conteneur) et d'effet de cisaillement par le mouvement du piston lors de l'entrée du lopin dans la section fermée du conteneur (*Shut sleeve*).

B) Rhéomoulage des pièces :

La fabrication des pièces obtenues par rhéomoulage a été réalisée à l'usine pilote SEED selon les pratiques régulières d'opération. Le moule utilisé pour ces essais est celui nommé «Wedge Mould - W1» pour moule en coin. Ainsi, pour chacun des alliages du plan d'essai, une série de pièces avec le moule en coin a été produite à partir de laquelle les échantillons ont été coupés pour des essais de traction, de fatigue et d'analyse

métallographique. Les figure 23 et figure 24 montrent le profil de la pièce produite avec le moule en coin et la localisation des échantillons.

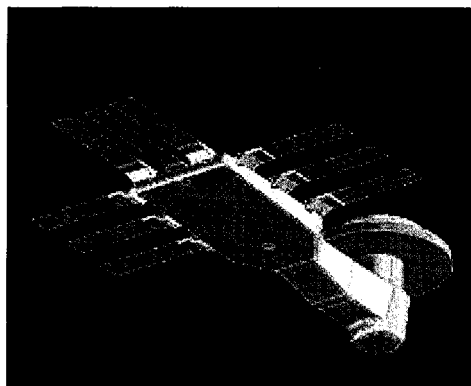


Figure 23 – Vue d’ensemble de la pièce moulée pour essais mécaniques « *Wedge Mould* » (moule en coin)

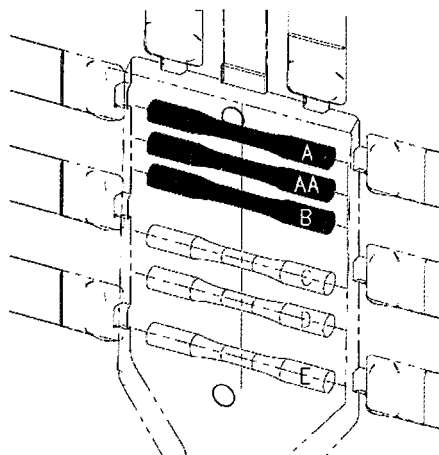


Figure 24 – Localisation des échantillons de traction et de fatigue (positions A, AA et B en haut du moule)

Des essais préliminaires ont été effectués avant la production de chacune des quatre séries d’alliage afin de déterminer les paramètres optimaux en vérifiant la conformité des pièces. Après comparaisons, il a été convenu que la vitesse lente de 0,7 m/s pour un temps total d’injection 5 secondes serait utilisée pour l’ensemble des essais. Le critère de permutation pour intensification était de 500 Bar avec des pressions d’intensification de l’ordre de 950 à 1100 Bar. Une fois les paramètres de production fixés, les pièces ont été produites en régime permanent afin d’éviter les variations entre les pièces de même série. Les principaux paramètres de fabrication du lopin par le procédé SEED et la presse d’injection Bühler ont été enregistrés afin d’assurer une traçabilité des conditions de tous les essais et, au besoin, pour comparaison.

C) Traitement thermique et prise d'échantillon

Une fois les séries de pièces moulées, un traitement thermique de mise en solution et de revenu (T7) a été effectué sur chacun des lots de pièces. Les paramètres du traitement T7 sont exposés à la figure 25.

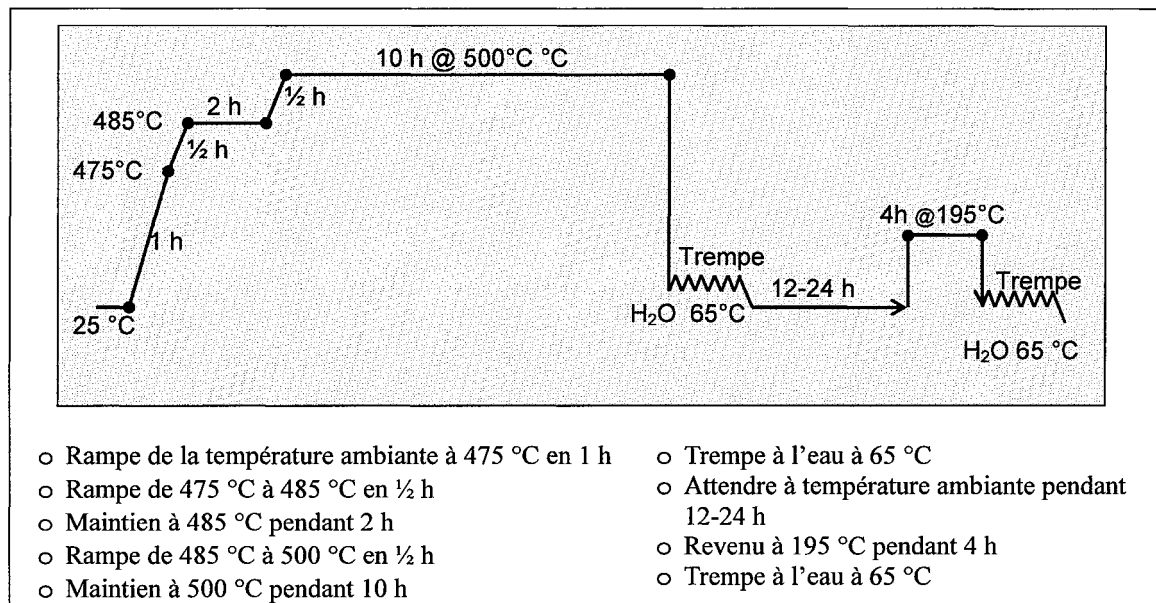


Figure 25 – Détails des paramètres du traitement thermique T7

Une fois le traitement thermique complété, des échantillons ont été prélevés selon la localisation définie à la figure 23-b. Par la suite, les échantillons ont été usinés afin d'effectuer les essais de traction et de fatigue.

D) Essais mécaniques en statique

L'évaluation mécanique en traction a été réalisée selon la norme ASTM B557-06 sur les échantillons localisés en position « A » et « AA ». Au total, au moins 10 échantillons

par composition d'alliages (tableau 10) ont été évalués par essais de traction, permettant de déterminer des valeurs statistiquement représentatives. Des analyses métallographiques ont également été effectuées sur certains échantillons sélectionnés.

Afin de permettre de comparer le potentiel des propriétés mécaniques, un index de qualité (Quality Index) a été calculé selon l'équation (1). Cette équation est spécifique aux alliages de la famille Al-Cu [4, 49].

$$Q.I.(MPa) = UTS (MPa) + 270 \text{ Log } (\% El) \quad (1)$$

Cet indice de qualité sera donc rapporté avec les détails des résultats de limite élastique (YS), limite mécanique ultime (UTS) et d'élongation (% El). Il devrait permettre une meilleure comparaison entre les variations de compositions chimiques.

E) Essais en fatigue (dynamique)

Les essais en fatigue ont été effectués pour deux variantes d'alliages sélectionnées. Les résultats en fatigue ont été obtenus conformément à la norme ASTM E466-07, soit à partir d'essais de fatigue axiale sans entaille et à la température ambiante. Tout comme les échantillons en traction, ceux des essais de fatigue provenaient du haut de la pièce (figure 23-b), correspondant aux positions « A » et « AA ». La section réduite avait une longueur de 34,8 mm et un diamètre de 6,35 mm. Pour chaque alliage, un total de 10 échantillons a été usiné (total de 20 échantillons). Ces essais ont été effectués sur une machine hydraulique standard (MTS modèle 810), sous une charge axiale à température

ambiante, avec un rapport de contrainte de 0,1 (soit $R = 0,1$) et une fréquence de charge de 30 Hz. Les essais ont été réalisés selon les niveaux suivants de contrainte maximale : 200, 220, 240, 260 et 280 MPa. Chaque essai a été effectué une seule fois.

Des analyses métallographiques ont été effectuées sur certains des échantillons de fatigue afin de confirmer le mode de fracture. Ces analyses ont permis d'identifier la zone d'amorce et la cause de fracture.

CHAPITRE 4

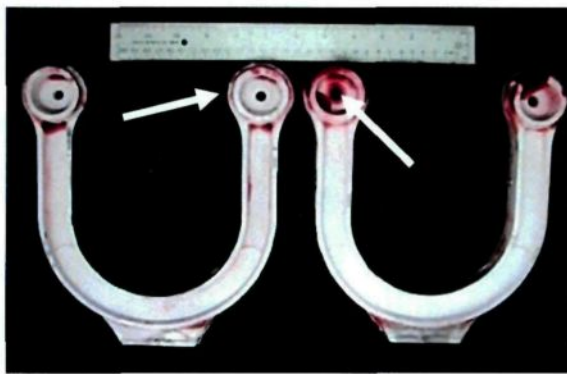
RÉSULTATS

CHAPITRE 4

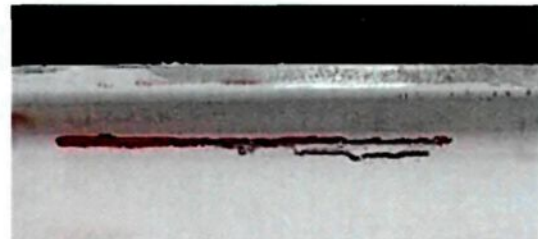
RÉSULTATS

4.1 SENSIBILITÉ AUX DÉCHIRURES À CHAUD

Dans l'ensemble, le moulage des pièces pour les essais de déchirure à chaud a été assez difficile, particulièrement dans les sections circulaires du haut de la pièce (*knuckle zones*). Les photographies de la figure 26 montrent bien les problèmes de moulage et de remplissage du moule dans les zones critiques de la fin du remplissage, dans le haut de la pièce. Les mesures d'indice de déchirure à chaud ont donc été limitées aux zones 1 à 4 de la figure 22.



A) Partie supérieure de la pièce (en rouge) fortement problématique lors du moulage qui n'a pas été incluse dans l'analyse des déchirures à chaud



B) Exemple de fissure relevée par liquide pénétrant dans la zone d'analyse des pièces (zones 1 à 4)

Figure 26 – Exemples de déchirures à chaud analysées par liquide pénétrant

Afin de confirmer la validité des résultats sur les mesures de déchirure à chaud, des examens micrographiques des zones 1 à 4 (figure 22) ont été effectués sur certaines pièces. Ces analyses micrographiques ont permis de valider la présence ou non de fissures et de déterminer la profondeur de certaines d'entre elles. La figure 27 montre quelques coupes micrographiques des pièces analysées.

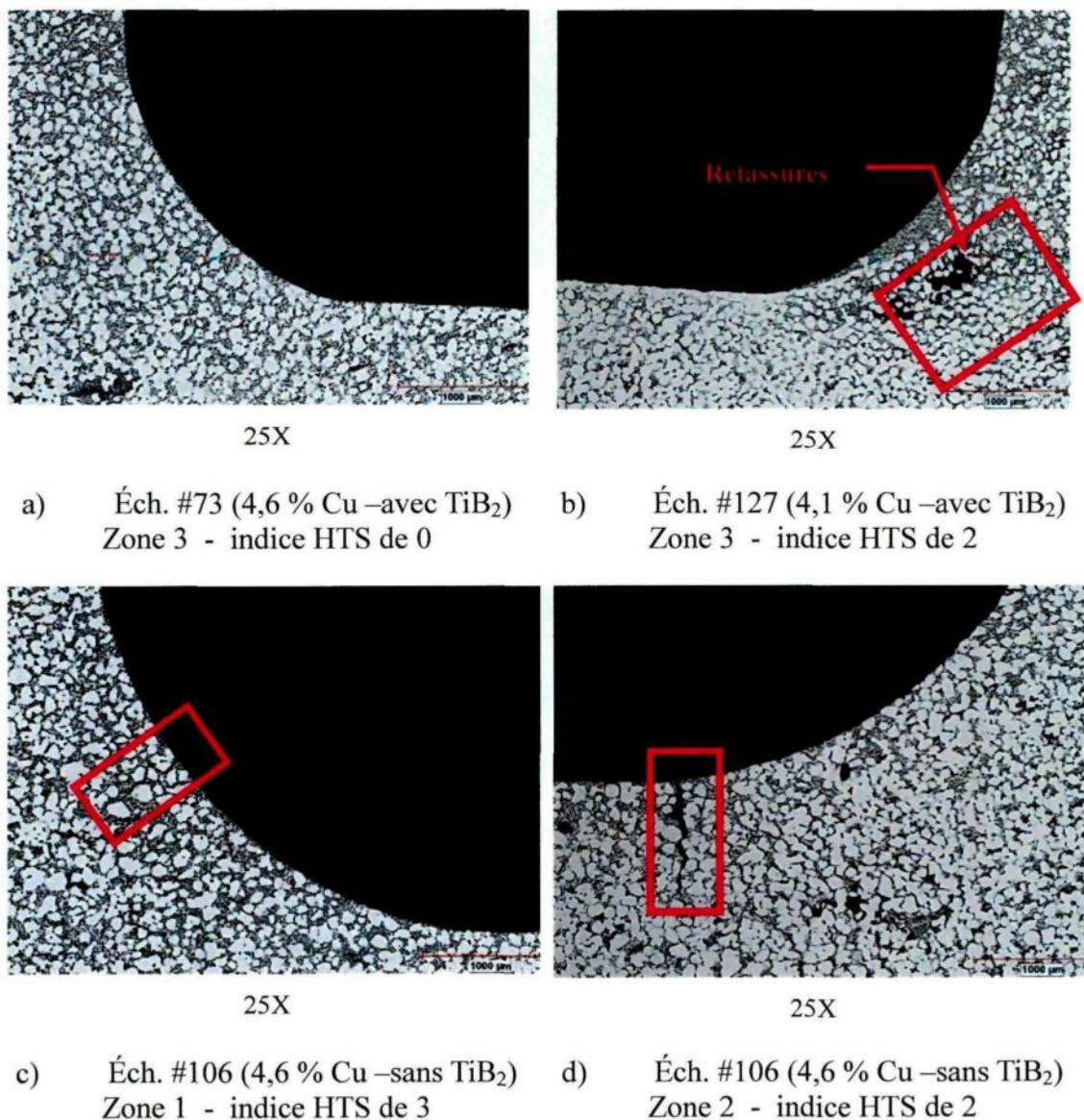


Figure 27 – Micrographies des zones critiques après examen visuel par liquide pénétrant

À noter qu'à quelques reprises, les pièces avec des indices élevés présentaient en plus des petites plages de retassure, comme illustré à la figure 27-b. De plus, la longueur des fissures variait de 100 à 500 μm . Les micrographies des figure 27-c et figure 27-d montrent deux cas standards de fissures détectées lors de l'examen par liquide pénétrant et qui ont pu être validées et mesurées lors de l'examen métallographique. Dans l'ensemble, l'analyse micrographique a permis de confirmer les résultats obtenus par les examens visuels. Les valeurs de mesure HTS rapportées visuellement sont donc valables.

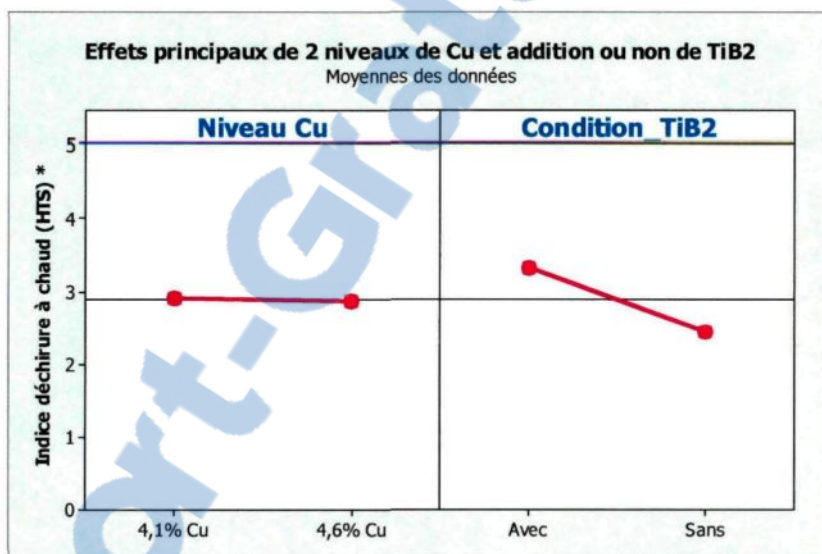


Figure 28 – Effets du cuivre à 4,1 % et 4,6 % et l'addition ou non de d'affineur de grain sur l'indice de la déchirure à chaud (HTS)

Parmi les essais visant la réduction des déchirures à chaud, un essai supplémentaire a été réalisé en parallèle pour valider l'impact de deux concentrations en Cu et l'impact de l'addition ou non d'affineur de grain (6 grammes TiB₂). Le graphique de la figure 28 montre que l'effet entre un niveau de cuivre de 4,1 % ou bien de 4,6 % n'a pas d'impact sur le résultat de déchirure à chaud. Pour ce qui est de l'affinage des grains, l'effet

d'ajouter du TiB_2 est plutôt négatif sur la réduction des déchirures à chaud. Ce constat est différent des résultats obtenus pour un alliage 6061 en semi-solide [2].

Tels qu'ils ont été définis à la section 3.2, les résultats de sensibilité aux déchirures à chaud ont été compilés sur la base d'un indice de déchirure à chaud (HTS - Hot Tearing Sensibility) des alliages au tableau 7. La figure 29 montre la synthèse de l'ensemble des résultats. Avec l'ajout de 1,2 % de silicium, il y a effectivement une réduction significative de l'indice de déchirure de 9 à 2,5 HTS.

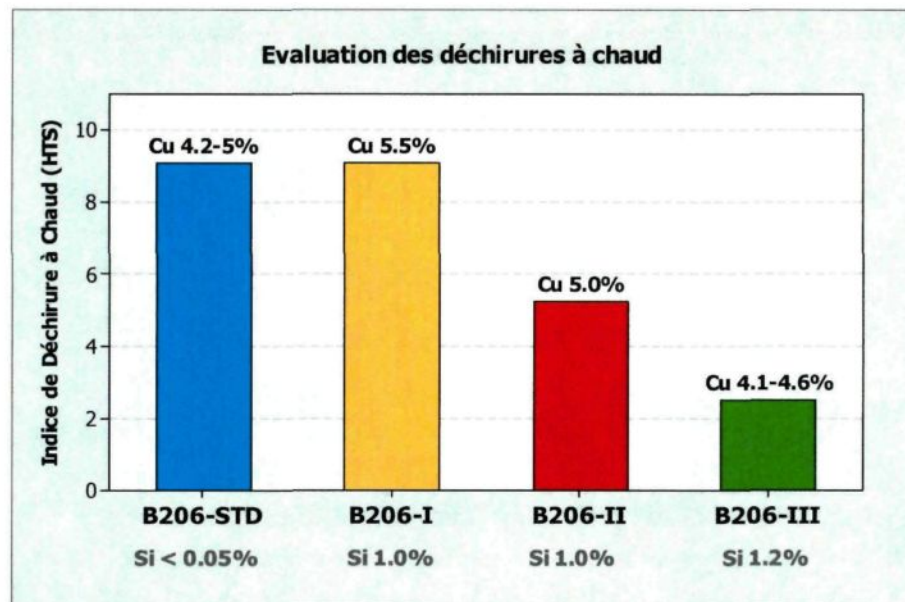


Figure 29 – Comparaison des résultats de déchirures à chaud (Moyenne) pour différentes concentrations de Cu et Si [50]

Les premiers résultats de cette évaluation des déchirures à chaud ont permis d'orienter les étapes liées à l'étude sur les propriétés mécaniques. Par le fait même, les balises pour les essais mécaniques devront au moins respecter des compositions d'alliage

avec des concentrations de silicium jusqu'à 1,2 % et une concentration en cuivre inférieure à 5 %. L'ajout d'affineur de grains n'est pas requis et peut être facultatif.

4.2 MICROSTRUCTURE

Les lopins semi-solides produits à partir du processus de SEED ont les caractéristiques suivantes : i) masse constante, ii) facilité de démoulage, iii) surface uniforme et, iv) bon comportement rhéologique pour faciliter le remplissage des cavités de moule [50]. Les paramètres du procédé sont suffisamment robustes pour produire des pièces conformes (*sound part*), et ce, pour tous les alliages testés. La figure 30 montre une microstructure représentative des pièces produites en semi-solide. La structure fine, uniforme et globulaire des grains procure les conditions souhaitables pour un comportement rhéologique permettant de remplir les cavités de moule avec un écoulement laminaire de la pâte. Le tableau 11 résume les mesures micrographiques de la dimension des grains.

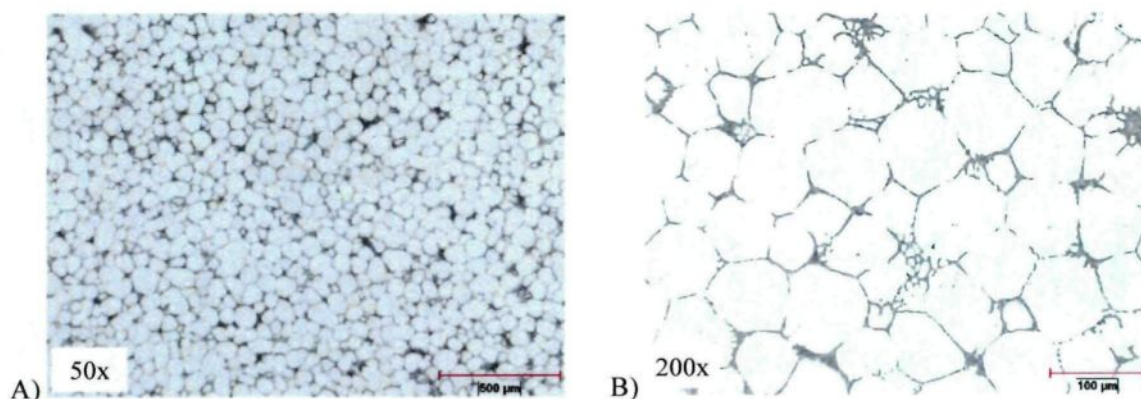


Figure 30 – Microstructures représentatives de pièces produites par le procédé SEED pour l'alliage-2 tel que coulée (*as cast*)



Tableau 11 – Mesure de la dimension des grains et répartition de phase (As Cast)

Alliage	Zone	Dimension des phases α d'aluminium			% d'occupation des phases α d'aluminium
		Minimum (μm)	Moyenne (μm)	Maximum (μm)	
Alliage-1	A	21	73	154	75
	AA	27	78	173	76
Alliage-2	A	20	65	153	70
	AA	18	66	124	79
Alliage-3	A	24	72	144	78
	AA	25	72	157	70
Alliage-4	A	23	63	131	83
	AA	23	72	157	78

4.3 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

4.3.1 Résultats des essais en traction

Dans un premier temps, tous les résultats ont été comparés entre eux pour les quatre variantes de compositions chimiques définies au plan d'essai du tableau 10. La figure 31 comprend donc l'ensemble des résultats de traction en condition T7. Les limites de spécifications (*LSL : Lower Specification Limit*) requises pour les applications de structure automobile sont représentées par des lignes pointillées en rouge [4, 26].

Les variations entre les échantillons d'un même alliage sont rapportées par l'indice de confiance (IC de 95 %). Même si tous les traitements thermiques T7 ont été effectués selon les mêmes paramètres opérationnels (figure 25), des différences dans la répartition des précipités ont été notées, et ce, même à l'intérieur des échantillons d'un même alliage.

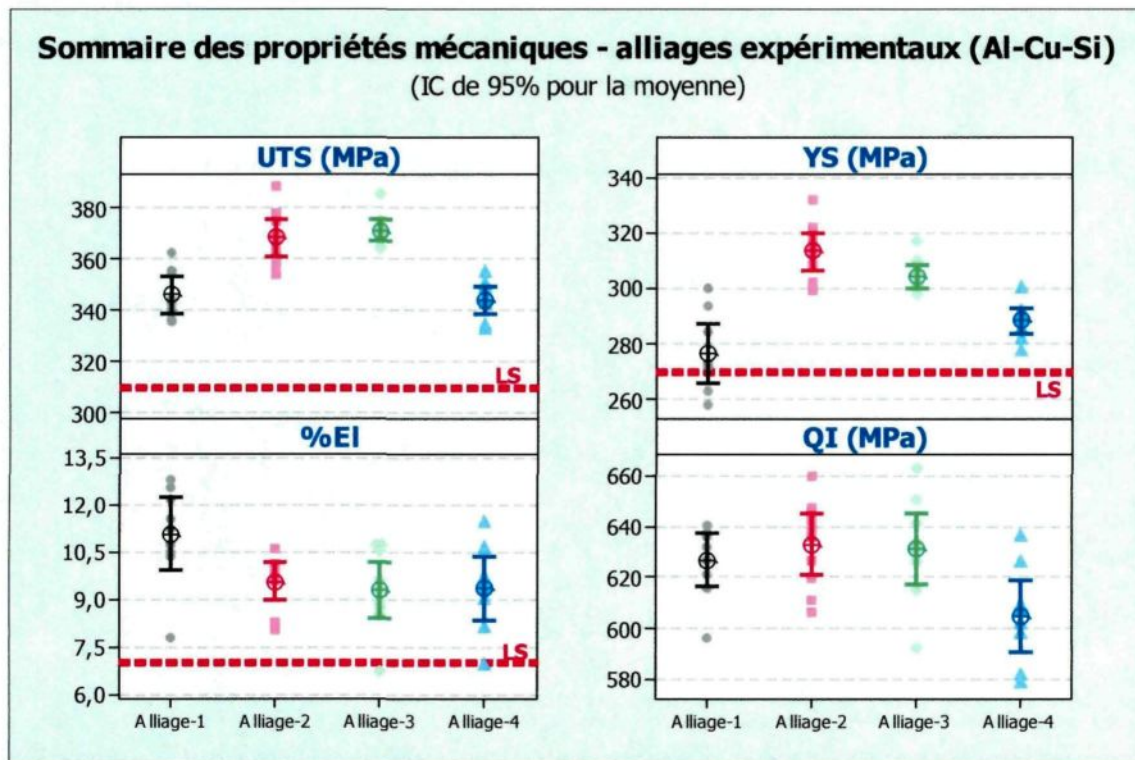


Figure 31 – Comparaison des propriétés mécaniques en traction

L'analyse des meilleures performances à partir du facteur d'indice de qualité (*Q.I. Quality Index*) permet d'attribuer les meilleurs résultats aux alliage-2 et alliage-3. Cependant, les différences entre les résultats d'index qualité et de l'intervalle de confiance pour ces deux alliages ne sont pas très significatives par rapport à l'alliage-1. Il faudra donc interpréter l'ensemble des résultats mécaniques pour bien discerner que les alliage-2 et alliage-3 sont statistiquement supérieurs en ce qui concerne la limite ultime (UTS) et la limite élastique (YS). Par contre, les valeurs en élongation ne permettent pas de faire ressortir un alliage particulier par rapport aux autres. Les résultats des alliage-2 et alliage-3 sont détaillés au tableau 12.

Tableau 12 – Propriétés mécaniques pour les deux meilleures séries de résultats en T7

	Variante dans la composition			UTS (MPa)	YS _{0,2} % (MPa)	% El (%)	QI (Quality Index) (MPa)
	Si	Fe	Cu				
Alliage-2*	0,8	0,07	4,4	368 (354 - 389)	313 (299 - 332)	9,6 (8,0 - 10,6)	633 (606 - 650)
Alliage-3*	1,2	0,15	4,4	371 (364 - 385)	304 (298 - 317)	9,3 (6,7 - 10,7)	631 (592 - 664)

* Résultats à partir de 10 échantillons de tractions

Même si les résultats de propriétés mécaniques rapportés au tableau 12 comptent parmi les meilleurs des essais pour un alliage 206 en semi-solide, ces résultats sont moindres que ceux provenant de procédés de coulée classique. Par exemple, en moulage permanent pour un alliage 206 standard, on rapporte des valeurs de 415 MPa de limite ultime (UTS), 345 MPa pour la limite élastique (YS) avec 5 % d'élongation (tableau 6). En comparant ces résultats avec ceux du tableau 12, on calcul des valeurs de limite ultime et limite élastique qui sont inférieures de 45 MPa et 32 MPa respectivement. Cependant la valeur d'élongation de 9,6 % en semi-solide est près du double de celle obtenue par moulage permanent. D'ailleurs, ce fort avantage en élongation des pièces en semi-solide a souvent été observé dans d'autres cas. Il est possible grâce à la microstructure plus fine, inhérente aux procédés de germination multiple en semi-solide combiné à la solidification rapide du moulage sous-pressure (HPDC).

Dans un cas complexe comme celui-ci pour la comparaison de propriétés mécaniques, l'utilisation d'un indicateur tel que l'indice qualité (Q.I.) est un facteur à tenir compte. Ainsi, en se référant à l'équation (1) de la page 42, la valeur de QI est de

604 MPa pour les pièces obtenues par moulage permanent comparativement à 631 MPa et 633 MPa pour les séries pièces en semi-solide. Cette valeur de QI permet de confirmer que l'écart entre les deux modes de moulage est très complexe. Toutefois, dans cette comparaison, il faut considérer qu'il aurait été impossible d'obtenir des pièces saines par moulage sous-pression pour l'alliage 206 standard. Le compromis pour l'obtention de pièce saine génère donc une légère réduction de limite ultime et élastique.

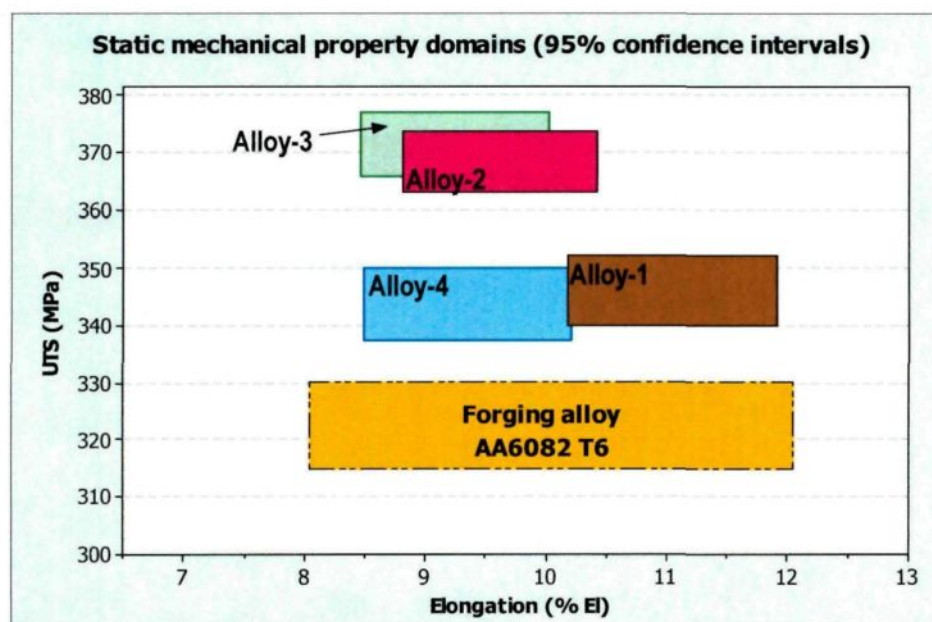


Figure 32 – Propriétés mécaniques représentées par des domaines basés sur des intervalles de confiance 95 % pour les alliages testés en comparaison à ceux d'un alliage forgé (AA6082 T6) [26]

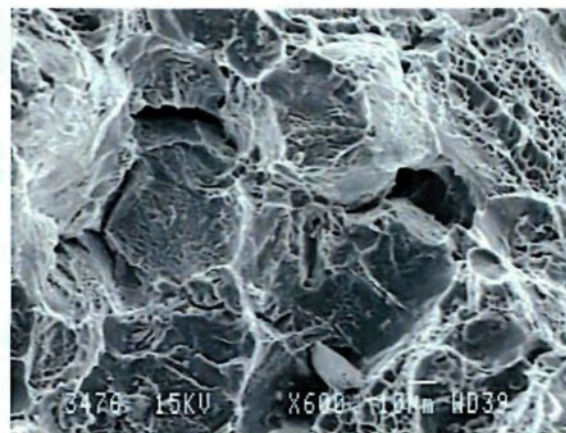
Pour mieux exposer la différence entre les alliages de l'essai, les domaines d'application de chacun des alliages testés ont été représentés à la figure 32. Ce graphique fournit les domaines par rapport à la résistance à la traction et l'allongement pour les alliages testés. Une fois de plus, les résultats des alliage-2 et alliage-3 sont

supérieurs en limite ultime (UTS), et ce, pour un pourcentage d'élongation (% El) comparable aux autres résultats. Le graphique de la figure 32 comprend également l'information pour l'alliage AA6082 T6 forgé [26]. De même, les propriétés des alliage-2 et alliage-3 sont sensiblement supérieures à celles de l'alliage forgé.

Afin de mieux étudier les causes des écarts de propriétés mécaniques, des analyses micrographiques des faciès de rupture ont été réalisées. L'examen par microscopie électronique à balayage (MEB) a permis de bien identifier les causes de rupture. Les échantillons ont été sélectionnés à partir des résultats de propriétés mécaniques pour chaque série, en prélevant le meilleur et le pire des résultats de la série. Les observations au MEB montrent que tous les faciès présentent une structure globulaire avec la présence de décohésion aux joints des grains alpha (figure 33). Il n'y a donc pas de différence significative entre les bons et moins bons résultats.



A) Vue générale du faciès de rupture par stéréoscopie (10X)



B) Micrographie par MEB montrant un exemple de rupture par décohésion aux joints de grain (600X)

Figure 33 –Examen micrographique d'un faciès de rupture (Échantillon 1779A-I)

4.3.2 Résultats des essais mécaniques en fatigue

Deux variantes d'alliage ont été soumises à ces essais en fatigue, soit les alliage-2 et alliage-3 à l'état T7. Au total, dix échantillons par alliage ont été mis en essai de fatigue. À la figure 34, les résultats des essais de fatigue axiale sont comparés aux courbes types des propriétés en fatigue des alliages commerciaux : AA6061-T6 forgé et d'un alliage de fonderie A357-T6 [51].

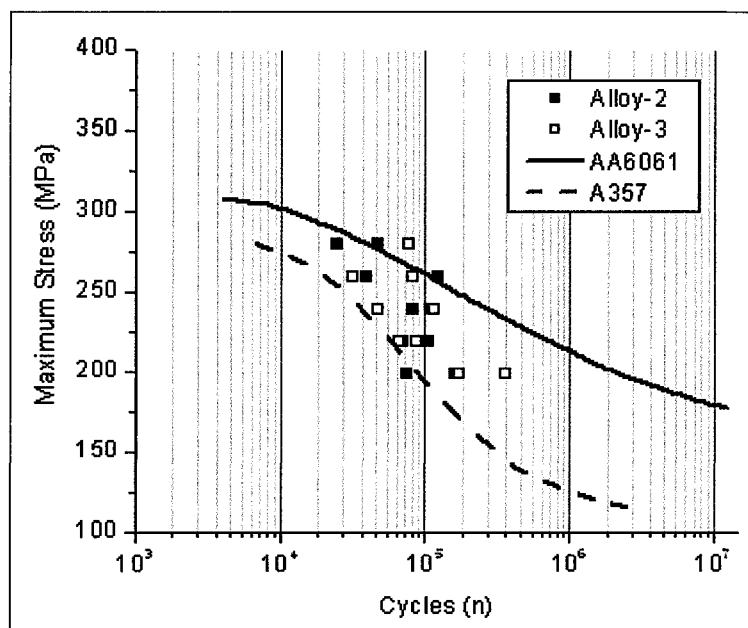


Figure 34 – Résultats des essais de fatigue axiale pour l'alliage-2 et l'alliage-3 à l'état T7 en comparaison aux courbes types des propriétés de fatigue d'un alliage AA6061-T6 forgé et d'un alliage de fonderie A357-T6 [50] [51]

Le ratio de contrainte des essais de cette étude a été légèrement plus élevé avec $R = 0,1$ vs une contrainte de $R = 0$ pour les deux courbes Wöhler des alliages mis en comparaison. Malgré cette différence de contrainte d'essais, il est évident que les propriétés de fatigue des pièces coulées semi-solides à partir de l'alliage-2 et de l'alliage-

3 sont supérieures à celles de l'alliage de fonderie A357 traditionnel. De plus, les valeurs des deux alliages testés sont également très rapprochées de celles provenant de l'alliage AA6061 forgé, reconnu pour sa très bonne performance mécanique.

CHAPITRE 5

ANALYSE ET DISCUSSIONS

CHAPITRE 5

ANALYSE ET DISCUSSIONS

5.1 PROCESSUS DE SOLIDIFICATION

Tout d'abord, il n'y a eu aucune difficulté opérationnelle majeure relevée lors des opérations de fabrication de lopin à partir de la technologie SEED de même que durant l'étape de moulage, et ce, pour tous les alliages testés. Que ce soit pour la fabrication de la pâte semi-solide ou pour l'injection lors du moulage de la pièce, les mêmes paramètres ont été utilisés pour tous les alliages testés. Cette ressemblance indique que les comportements rhéologiques des alliages expérimentés étaient tous très similaires. La corrélation entre ces observations pratiques et les comportements rhéologiques peut être validée puisque les courbes du graphique de la figure 35 montrent bien que les quatre courbes de refroidissement sont très similaires. Les détails des calculs par thermodynamique basés sur les équations de Scheil (Thermo-Calc) sont présentés à l'ANNEXE II.

En semi-solide, l'élaboration de la pâte nécessite une solidification partielle correspondant à une fraction solide d'environ 40 % à 50 %. Le graphique de la figure 36 permet de comparer l'une des courbes théoriques des alliages testés (dans ce cas-ci, alliage-3) avec celle de l'alliage B206 standard. On constate un comportement différent dans la zone semi-solide d'injection pour l'alliage-3. En effet, l'intervalle de température de solidification pour un changement de fraction solide de 0,4 à 0,5 se crée sur un

gradient (ΔT) plus étendu (approximativement 10 °C) comparativement au B206 standard dont le gradient est d'environ 4 à 5 °C.

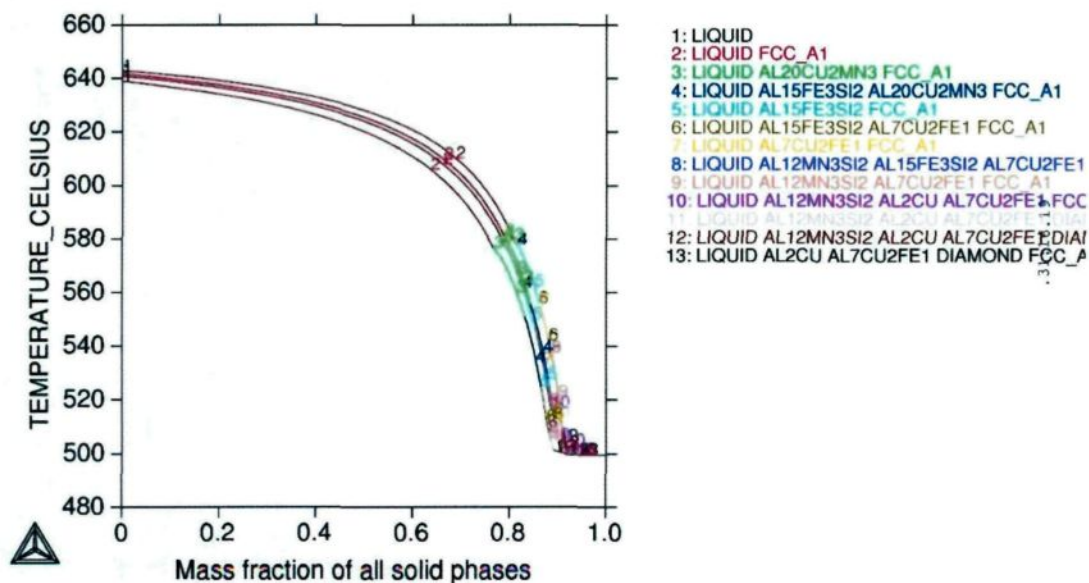


Figure 35 – Courbes thermodynamiques de solidification des quatre alliages expérimentés

Pour un même taux de refroidissement de moule, l'intervalle de température plus long permettra d'avoir plus temps pour remplir les cavités du moule lors de l'injection, ce qui procure un premier avantage à l'alliage-3. De même, un plus grand intervalle de température permet d'augmenter la robustesse du procédé. Une température d'opération plus basse pour l'alliage-3 (~20 °C) pourrait également être un facteur énergétiquement avantageux lors de la fusion et pour le maintien du métal liquide dans le four.

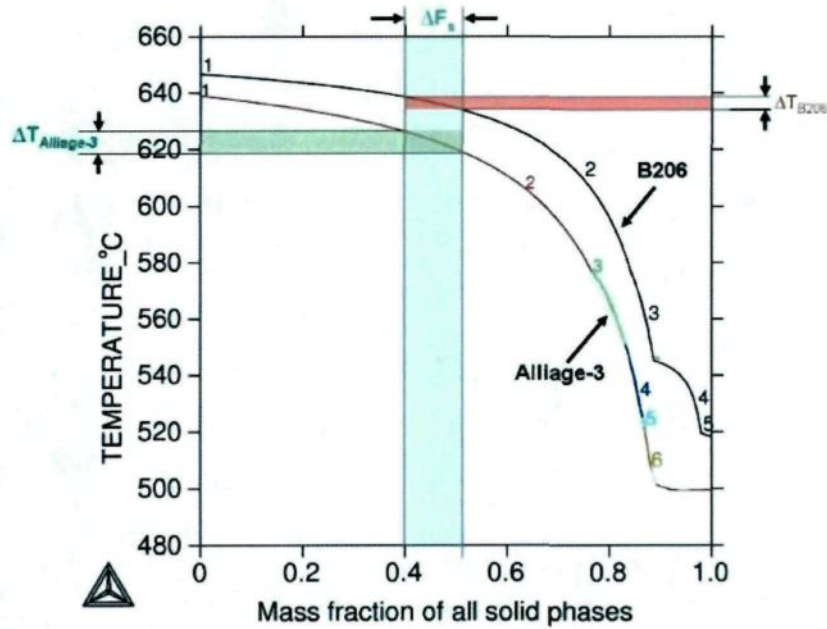


Figure 36 – Comparaison des intervalles de solidification en semi-solide pour l'alliage-3 et l'alliage B206 standard

Le mécanisme de base expliquant les déchirures à chaud est régi par des notions de contraintes internes. Celles-ci sont introduites durant la solidification de la pièce qui se contracte, tout en étant retenue dans les différentes cavités du moule. Par opposition, si la pièce pouvait refroidir sans aucune contrainte, il n'y aurait pas de déchirure à chaud, car celle-ci se contracterait normalement, comme c'est le cas lors du moulage des pièces ayant un profil uniforme comme celui du moule en coin (*wedge mould*). Ces contraintes sont naturellement causées par le profil de la pièce et la géométrie du moule.

$$\varepsilon = \alpha \Delta T \frac{L}{l} \quad (3)$$

L'équation (3), synthétise les principaux facteurs de contraintes internes (ε), où le coefficient d'expansion thermique est représenté par (α), le taux de refroidissement par

(ΔT), la dimension de la pièce par (L) et le diamètre des points chauds par (l) [52].

Ces contraintes sont principalement en tension et peuvent, si elles dépassent la limite maximale de contraction interne, générer des fissures. Ainsi, lors de la solidification, ces microfissures doivent être continuellement remplies par le mouvement du liquide (*healing* - cicatrisation) pour éviter la formation de déchirures.

À la fin de la solidification, soit dans la phase d'intensification, la fraction solide est de $0,9 f_s$ et plus. À cette étape, la pression d'injection est intensifiée pour permettre de bien remplir les dernières cavités causées par le manque de liquide (contraintes de solidification). Il est donc très important d'avoir assez de liquide eutectique, et ce, surtout en extrémité de pièce.

De façon comparative, la fraction liquide restante dans le cas de l'alliage-3 est encore relativement importante à partir de $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, et ceci est également vrai pour les autres alliages testés (figure 35). Cette différence par rapport à la courbe du B206 standard est majeure dans les mécanismes de déchirure à chaud. Dans le cas du B206 standard, la quantité de liquide disponible en fonction de la température est très petite, ce qui augmente les probabilités de déchirures à chaud. Ces dernières seront donc causées par le manque de mouvement de liquide pour combler les décohésions créées par les contraintes locales.

5.2 RÉDUCTION DES DÉCHIRURES À CHAUD

Même si la partie expérimentale reliée à la réduction des déchirures à chaud ne fait pas partie intégrante du cadre de cette recherche, son impact sur la faisabilité de mouler des pièces de qualité est crucial pour la suite de l'évaluation des performances mécaniques de l'alliage Al-Cu. L'efficacité des résultats sur les propriétés mécaniques est donc directement en lien avec la réduction de ce défaut souvent présent dans les alliages de type Al-Cu.

Comme les résultats le montrent à la figure 29, il a été possible de réduire de 9 à 2,5 l'indice de déchirure à chaud et ainsi de diminuer considérablement l'impact néfaste de celle-ci. À noter que les paramètres de moulage sont demeurés les mêmes pour tous les alliages tout au long des essais. C'est donc dire qu'il a été possible d'effectuer une telle réduction simplement en procédant à des changements de composition chimique. La diminution de ce défaut est déjà très prometteuse, mais pourrait l'être davantage par d'éventuels gains liés à un meilleur contrôle du remplissage de moule et l'optimisation des paramètres d'injection et de moulage. Par exemple, les vitesses d'injection et le contrôle des températures de moule par zone sont des facteurs à considérer.

Le facteur le plus important dans la réduction des déchirures à chaud est sans aucun doute l'addition de 0,8 % à 1,2 % de silicium. D'ailleurs, l'effet favorable du silicium afin de réduire la fissuration à chaud est connu [46]. Pour le cuivre, un niveau de concentration entre 4,1 % et 4,6 % n'a pas d'influence sur la sensibilité aux déchirures à

chaud. D'autre part, selon les résultats obtenus, l'addition de cuivre supérieure à 4,6 % pourrait être néfaste aux déchirures à chaud.

L'addition d'affineur de grain de type TiB_2 n'a pas d'impact positif sur la réduction des déchirures à chaud des alliages Al-Cu-Si en semi-solide. Ce point constitue une différence importante par rapport aux essais avec des alliages de corroyages AA6061 [2]. Plusieurs raisons expliquent cette différence, dont entre autres, que l'alliage AA6061 contient très peu de soluté (eutectique) comparativement aux alliages Al-Cu testés, ce qui a un impact direct sur le facteur de restriction de croissance des grains (*growth restriction factor*).

On peut donc dire que dans le cas des alliages 206 modifiés, le mode de solidification du procédé SEED produit suffisamment de sites de germination α -Al au cours de la phase de brassage, permettant de générer une microstructure qui est fine et bien répartie dans la matrice. L'ajout d'affineur de grain de type TiB_2 n'est donc pas requis pour l'alliage de type Al-Cu-Si en mode semi-solide. Ce constat est très important, puisqu'il permet d'éviter une étape supplémentaire à la séquence des opérations de production du lopin.

Les résultats obtenus sur les déchirures à chaud confirment que la microstructure fine et globulaire obtenue par le procédé SEED, combinée à l'ajout d'environ 1 % de silicium, procurent les principales conditions pour un comportement rhéologique

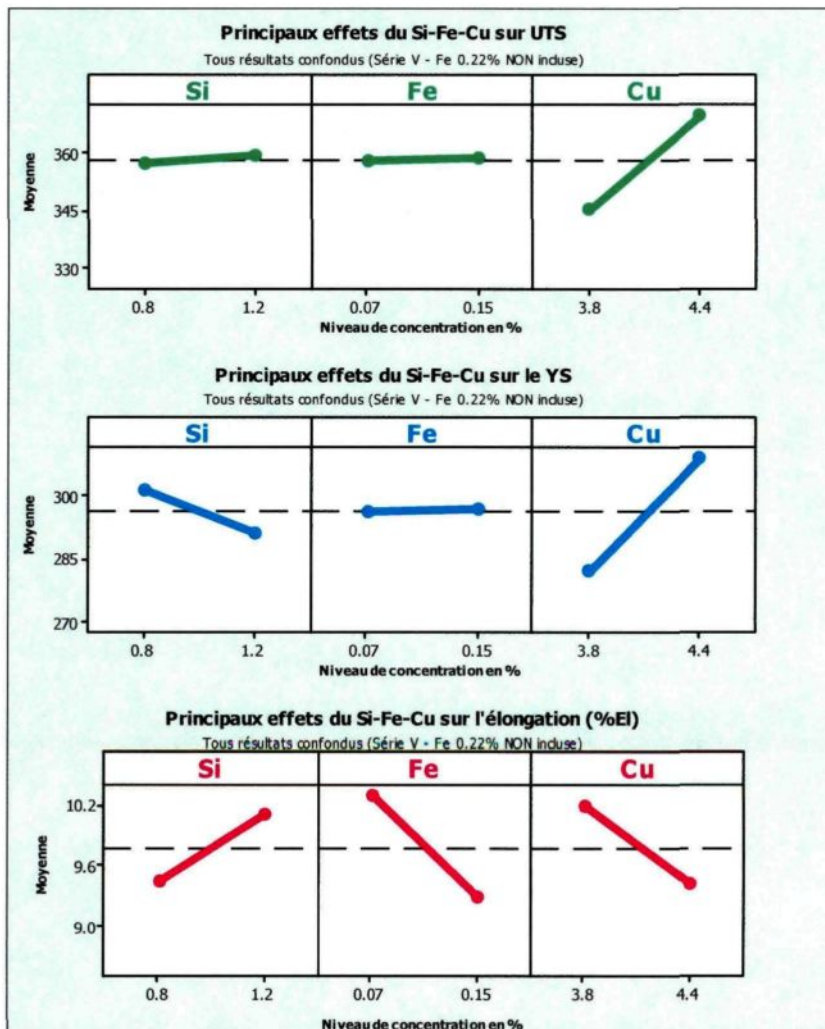
permettant de réduire les déchirures à chaud pour les alliages de la famille Al-Cu. Cette bonne performance des pièces semi-solides est possible grâce au fait que le métal partiellement solidifié procure des zones de contraction plus petites et rapprochées [44]. Il est donc plus facile d'assurer le mouvement de liquide et même de fines particules solides vers de plus petites zones de contraction durant la dernière phase de solidification, c'est-à-dire durant l'intensification de la pression.

5.3 PERFORMANCE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Principalement, ce plan visait à comparer l'impact des différents niveaux de concentration en silicium (Si), fer (Fe) et cuivre (Cu) sur les propriétés mécaniques. La figure 37 expose les principaux effets de ces trois éléments sur chacune des caractéristiques des propriétés mécaniques (UTS, YS et %El).

Le plan factoriel partiel (1/2 plan) choisi pour cette étude est de résolution III (tableau 10). Un tel niveau de résolution n'a pas assez de degrés de liberté pour permettre l'analyse des interactions entre facteurs, soit des effets combinés, par exemple des réactions intermétalliques : Fe-Si, Cu-Si ou Fe-Cu. Ainsi, seuls les effets principaux simples sont considérés dans cette l'analyse. Les observations sur les constituants intermétalliques auraient dû être approfondies par d'autres types d'analyses, telles que des examens micrographiques.

Effet sur la
limite ultime
(UTS)



Effet sur la
limite élastique
(YS)

Effet sur
l'élongation
(%El)

Figure 37 – Représentation des principaux effets du Si, Fe et Cu sur les propriétés mécaniques en traction

Les résultats schématisés à la figure 37 ont été pondérés selon des critères quantitatifs et sont exposés au tableau 13. Ce tableau comprend les valeurs de « p » correspondant à l'évaluation statistique du test T avec deux échantillons. Le calcul de la valeur « p » permet de valider le degré de la corrélation entre les deux niveaux des éléments par rapport à chacun des résultats mécaniques, où l'hypothèse nulle H_0 signifie que les deux moyennes comparées sont égales [$H_0 : \mu_1 = \mu_2$]. En d'autres termes, la valeur

« p » est la probabilité de commettre une erreur de premier ordre, c'est-à-dire de rejeter à tort l'hypothèse nulle.

Tableau 13 – Interprétations des principaux effets du Si, Fe et Cu sur les propriétés mécaniques

	Si 0,8 % -1,2 %	Fe 0,07 % -0,15 %	Cu 3,8 % -4,4 %
Limite ultime (UTS)	Pas d'effet (p=0,612)	Pas d'effet (p=0,903)	↑↑↑ (p=0,000)
Limite élastique (YS)	↓ (p=0,058)	Pas d'effet (p=0,899)	↑↑↑ (p=0,000)
L'élongation (%El)	↑ (p=0,145)	↓ (p=0,027)	↓ (p=0,093)

Effet vers une concentration plus élevée

↓↓↓

$\mu_1 \gg \mu_2$

Fortement
négative

↓

$\mu_1 > \mu_2$

Légèrement
négative

Pas d'effet

$\mu_1 = \mu_2$

Égale

↑

$\mu_1 < \mu_2$

Légèrement
positive

↑↑↑

$\mu_1 \ll \mu_2$

Fortement
positive

De façon générale, la règle statistique implique que la valeur de « p » doit être plus grande que 0,05 pour ne pas rejeter l'hypothèse nulle et du même coup, que l'effet d'une variation de concentration de l'élément chimique n'a pas d'impact sur les caractéristiques mécaniques. Dans le cas contraire, l'alternative doit être considérée, c'est-à-dire que les deux moyennes sont statistiquement différentes [$H_1 : \mu_1 \neq \mu_2$]. L'intensité de cette confirmation est en lien avec la valeur de « p » elle-même.

De manières plus précises, les règles statistiques de la valeur de « p » établies contre l'hypothèse que les moyennes soient égales [$H_0 : \mu_1 = \mu_2$], sont les suivantes : <0,01 très

forte présomption, entre 0,01 et 0,05 forte présomption, entre 0,05 et 0,1 faible présomption et finalement lorsque « p » est $>0,1$ il n'y a pas de présomption contre l'hypothèse nulle. Les détails des calculs statistiques sont compilés à l'ANNEXE III.

Ainsi, les effets les plus remarquables sur les résultats des UTS et YS sont associés aux changements de niveau de cuivre. L'impact du cuivre sur l'élongation est presque négligeable avec une valeur de « p » de 0,093. Les variations en silicium n'ont pas d'impact sur la limite ultime (UTS), mais un léger impact sur la limite élastique (YS) et l'élongation.

Pour ce qui est du fer, l'impact du changement de concentration en fer de 0,07 % à 0,15 % sur la limite ultime (UTS) et limite élastique (YS) correspond presque parfaitement à l'hypothèse de départ [$H_0 : \mu_1 = \mu_2$] puisque les valeurs de « p » calculées sont très près de 1 avec respectivement 0,903 et 0,899. Pour ce qui est de la réduction de l'élongation due à un niveau de fer de 0,15 %, avec une valeur de « p » de 0,027, l'impact négatif de la hausse de fer doit être considéré. À noter qu'une analyse approfondie d'essais supplémentaires sur l'impact du fer est présentée à la section 5.3.1 ci-dessous.

De même, afin de corroborer cette première analyse et bien quantifier l'ampleur de chacun de ces effets sur les propriétés mécaniques en traction, une représentation des effets normalisés sous forme de diagramme de Pareto a été développée. Comme indiqué à la figure 38, la valeur normalisée pour l'ensemble des effets a été calculée à 2,03. Elle est

représentée par un trait rouge. Le sommaire au tableau 13 de même que les sens d'inclinaison des courbes de la figure 37 permettent de préciser si l'effet sur les propriétés mécaniques est positif ou négatif. Le degré d'effet normalisé (axe Y) des diagrammes Pareto de la figure 38 confirme très bien les observations précédentes.

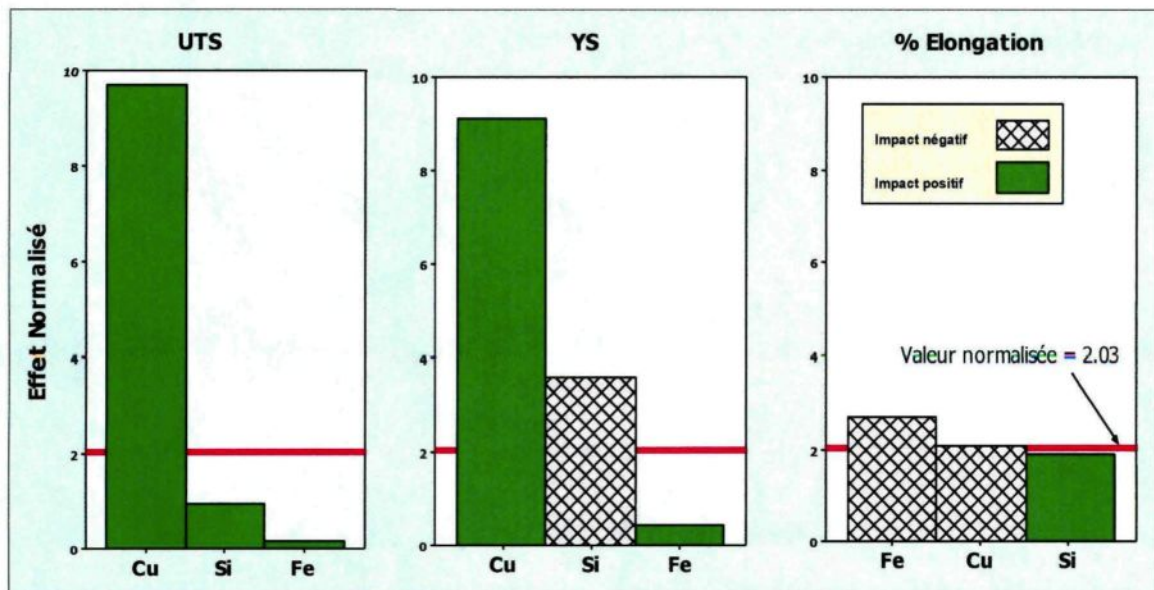
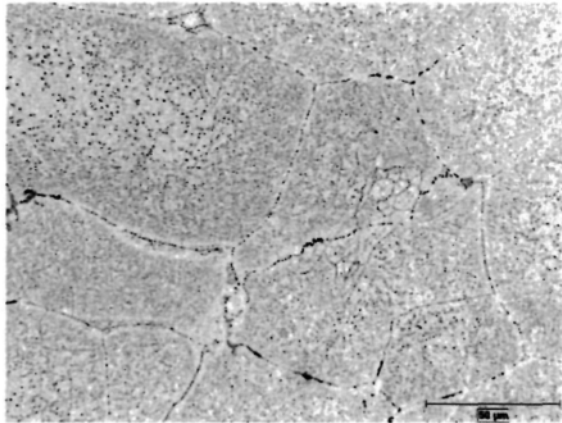


Figure 38 – Représentation Pareto des effets normalisés sur les propriétés mécaniques

Les diagrammes normalisés de la figure 38 montrent que l'augmentation de concentration de cuivre de 3,8 % à 4,4 % est de loin l'effet ayant le plus d'impact sur les principaux facteurs, soit la limite ultime (UTS) et la limite élastique (YS). En contrepartie, l'augmentation de silicium de 0,8 à 1,2 % diminue la limite d'élasticité (YS), mais favorise l'élongation. L'augmentation de fer de 0,07 % à 0,15 % n'a pas réellement d'effet sur l'UTS et YS.

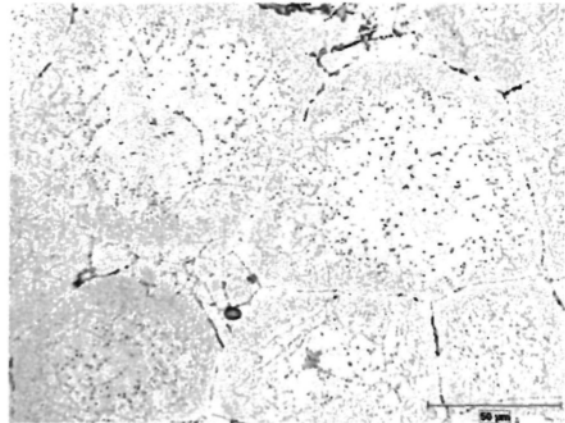
Toutes les caractéristiques des résultats en traction sont très similaires entre l'alliage-2 et l'alliage-3. L'élément commun relié aux bonnes performances de ces deux alliages est sans aucun doute une concentration plus élevée en cuivre à 4,4 %. L'impact très positif du cuivre sur les propriétés mécaniques est principalement causé par l'augmentation de particules fines des précipités Al_2Cu qui, pour un niveau de cuivre plus élevé, favorise l'accroissement des sites de durcissement structural.

Les micrographies de la figure 39 permettent de comparer les différences dans la répartition des précipités Al_2Cu pour deux cas extrêmes dans les résultats de propriété mécanique. La comparaison est donc faite sur un échantillon après T7 de l'alliage-3 avec de très bonnes performances mécaniques contre celui de l'alliage-4 ayant les pires résultats mécaniques. Il est facilement possible de distinguer que l'alliage-3, ayant 4,4 % de cuivre, possède une meilleure fraction volume et une distribution plus uniforme des précipités Al_2Cu que celle de l'alliage-4, qui a seulement 3,8 % de cuivre. À noter qu'une concentration en cuivre de 3,8 % est également en dessous de la limite de spécification des standards pour les alliages AA204 et AA206. Tout comme pour la coulée en moule permanent, une concentration en cuivre inférieure à 4,0 % en semi-solide ne permet pas de profiter d'un durcissement structural optimal recherché dans les alliages Al-Cu.



500X

Figure 39 – Exemple de micrographie montrant une bonne distribution des particules Al_2Cu (alliage-3 avec résultats mécaniques les plus élevés)



500X

Figure 40 – Exemple de micrographie montrant le manque d'uniformité dans la répartition des particules Al_2Cu (alliage-4 avec résultats mécaniques les plus bas).

En considérant seulement les caractéristiques reliées aux propriétés mécaniques, l'impact de l'augmentation en silicium de 0,8 % et 1,2 % pourrait être interprété comme négligeable. Cependant, son impact sur les déchirures à chaud est bien réel. À noter que l'effet du silicium peut être confondu puisque la matrice d'essai partielle de résolution III ne permet pas d'évaluer les interactions avec les deux autres éléments, par exemple la formation de composé intermétallique $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. Il est donc très difficile d'interpréter l'effet uniquement pour le silicium sur les propriétés mécaniques sans procéder à plus d'essais.

En tenant compte des enjeux sur la concentration en fer, la meilleure performance peut être attribuable à l'alliage-3. En effet, comme il est mentionné précédemment, une concentration en fer supérieure à 0,07 % permettrait une plus grande latitude de

production au niveau industriel. Ainsi, il a été possible de confirmer que le mécanisme de germination rapide associé au procédé SEED réduit significativement l'effet néfaste du fer sur les variations de propriétés mécaniques. Ceci est possible en limitant la formation de précipités intermétalliques tels que des particules de phase α - $\text{Al}_{15}(\text{FeMn})_3\text{Si}_2$ en forme de « scripte chinois » et de longues particules de type β - Al_5FeSi . Ces composés intermétalliques sont néfastes aux performances des propriétés mécaniques.

Il sera toujours préférable d'opérer avec un niveau de fer le plus bas possible. Cependant, d'un point de vue industriel, l'alternative de limiter la composition chimique en fer à 0,15 %, plutôt que la limite de 0,07 % dans le cas du B206 standard, est très importante. Cet avantage procure de nouvelles opportunités aux produits de la famille d'alliage Al-Cu, permettant à l'industrie du semi-solide de se démarquer. De même, cette possibilité de hausser la limite supérieure en fer permet une plus grande accessibilité d'approvisionnement en métal de première fusion et de meilleures flexibilités de recyclage pour les fondeurs.

Comme le précisent les études antérieures, ces dernières observations montrent que les procédés de rhéomoulage permettent d'obtenir une meilleure distribution, des phases liquides d'eutectique dans la matrice globulaire, sans agglomération excessive et la formation d'îlots [16]. Cette constatation, jumelée à un processus de solidification très rapide, permet d'éviter la croissance des particules intermétalliques nuisibles aux propriétés mécaniques.

Il serait possible d'améliorer encore plus les performances mécaniques de l'alliage-3 et de restreindre les variations en utilisant des paramètres de traitement thermique mieux adaptés à la nouvelle composition chimique comprenant du silicium. En effet, tels que décrits à la section 3.3.2, les paramètres de traitement thermique T7 utilisés tout au long de ces essais correspondent à ceux référés pour l'alliage B206 standard dont la limite maximale en silicium est de 0,05 %.

Afin d'augmenter la performance et la robustesse des résultats d'élongation, il serait essentiel de déterminer de nouveaux paramètres de traitement thermique T7 en lien avec les nouvelles compositions chimiques. Le diagramme de phase ternaire Al-Cu-Si de la figure 41 montre bien la formation d'un composé (Al-Si) dans l'intervalle de composition de cuivre de 4,0 à 5,0 %. Le diagramme de phase de la figure 41 montre qu'il serait possible d'augmenter la température de mise en solution.

L'équation pour le calcul QI index n'a pas permis de faire des distinctions entre les alliages. Ceci s'explique par le peu de différence dans les résultats, par exemple entre les alliage-2 et alliage-3. De plus, l'équation utilisée correspond à celle du B206. Son utilisation intégrale pour le cas d'alliages fortement modifiés comme dans ceux-ci n'est donc pas nécessairement valide. Le critère d'élongation est toujours plus sensible à des fluctuations dans les paramètres de moulage et de traitement thermique.

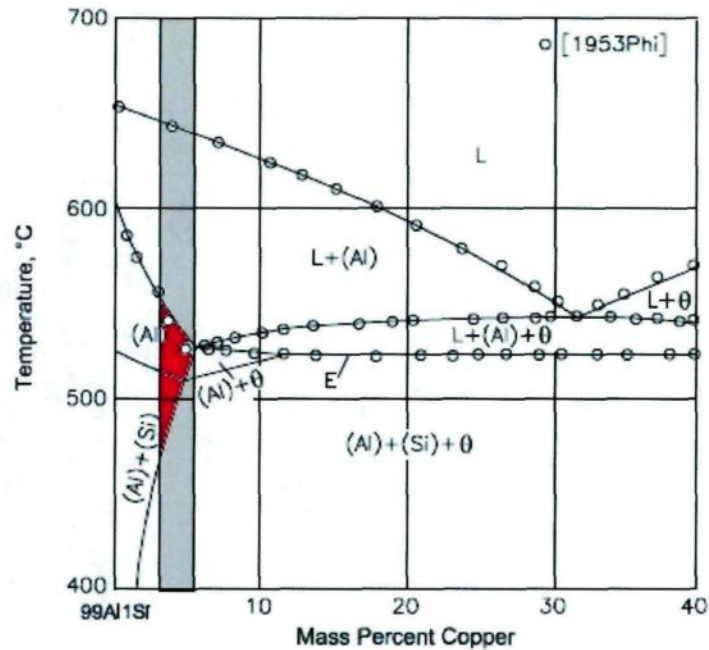


Figure 41 – Diagramme de phase ternaire pour alliage Al-Cu-Si avec teneur en silicium fixée à 1 % [48]

Les résultats des essais en fatigue permettent de faire ressortir que tout comme les propriétés mécaniques en traction (tableau 12), le comportement en fatigue des alliage-2 et alliage-3 se confondent entre eux. Il n'y a donc pas de corrélation significative entre les propriétés en fatigue et les différences de composition de ces deux alliages.

5.3.1 Essais approfondis sur l'impact d'une concentration de fer plus élevée

Le second objectif de cette étude est d'analyser l'impact de l'augmentation de fer pour l'alliage 206 en semi-solide. Afin d'approfondir ce sujet, une série d'essais supplémentaires a été effectuée pour une concentration de fer de 0,22 %. Dans cet essai, les concentrations en silicium et cuivre étaient les mêmes que pour l'essai de l'alliage-4, soit : 3.8 % Cu et 0,8 % Si.

Les graphiques des effets sur les propriétés mécaniques pour les trois niveaux de concentration en fer sont exposés à la figure 42. Dans un premier temps, si l'on compare les deux premiers niveaux de concentration du plan d'essai initial, soit entre 0,07 % et 0,15 % Fe, l'effet est bien moindre qu'avec 0,22 % Fe.

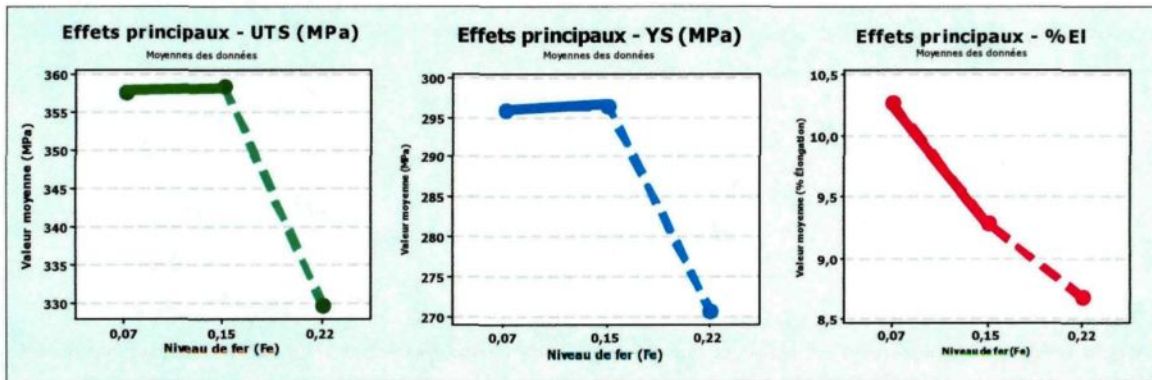


Figure 42 – Comparaison des effets pour les 3 niveaux de concentration en fer

Les courbes des principaux effets montrent de façon flagrante l'impact néfaste du fer à 0,22 % sur la diminution drastique des performances mécaniques. Évidemment, cela porte à croire que la valeur limite du fer sur les propriétés mécaniques pourrait être comprise entre 0,15 % et 0,22 %. La formation de composés intermétalliques nuisibles doit être grandement favorisée à ce niveau de fer. Afin de limiter l'étendue de ces travaux, il a été recommandé de fixer le niveau du fer à un maximum de 0,15 %. De plus, cette limite correspond à celle de plusieurs alliages commerciaux utilisés en fonderie industrielle.

CHAPITRE 6

CONCLUSION

CHAPITRE 6

CONCLUSION

6.1 CONCLUSION

La problématique était que les alliages de la série 2xx (Al-Cu) n'ont jamais été des candidats pour le moulage à sous-pression en mode liquide (*Liquid Die-casting*). Il n'y a donc pas d'applications connues. La principale raison est leur forte propension à la fissuration à chaud et les limitations face à la géométrie des pièces et leur assemblage subséquent. Cependant, les nouveaux procédés de semi-solide permettent de meilleures conditions de moulage tout en offrant plus de latitude aux variations de composition chimique qui permettraient de réduire leur susceptibilité aux déchirures à chaud.

Les travaux exposés dans cette recherche avaient comme objectif l'étude comparative de quatre variantes de l'alliage 206 (Al-Cu) sur les propriétés mécaniques en traction et en fatigue. Tout d'abord, il fallait identifier les compositions chimiques des alliages qui permettraient d'obtenir les pièces ayant une indice de déchirure à chaud très faible et ce, avant de déterminer leurs performances mécaniques. Les résultats mécaniques ont été comparés aux spécifications pour des applications de l'industrie automobile et à d'autres alliages de l'industrie.

Au cours de cette étude, plusieurs aspects métallurgiques ont été analysés. Les deux

principaux points validés ont été : *i)* les effets des variations de composition en silicium, en fer et en cuivre d'un alliage Al-Cu (206) sur les propriétés mécaniques, *ii)* la corrélation entre le mécanisme de fissuration à chaud et la vitesse de solidification en semi-solide. Les conclusions suivantes peuvent en être tirées des résultats obtenus :

- L'impact le plus déterminant dans la réduction des déchirures à chaud est sans aucun doute l'ajout de 1,2 % de silicium. Pour le cuivre, un niveau de concentration jusqu'à 4,6 % n'a pas d'influence significative sur la sensibilité aux déchirures à chaud. Cependant, la concentration en cuivre ne doit pas être supérieure à 5 %. De plus, une taille de grain fine ($\bar{X} = 70 \mu\text{m}$) et uniformément distribuée a été très favorable à la réduction des déchirures à chaud.

- Dans ce cas-ci, l'ajout d'affineur de grain de type Al-5Ti-1B n'a pas contribué à réduire l'indice de déchirure à chaud des pièces en semi-solide. Une fois de plus, le mécanisme de germination multiple et rapide associé au procédé SEED procure assez de sites de germination de fines particules et ne nécessite par, pour l'alliage 206, d'ajout d'affineur de grain (TiB_2).

- L'ajout jusqu'à 1,2 % de silicium et jusqu'à 0,15 % de fer n'a eu aucun effet néfaste sur les propriétés mécaniques. Les pièces produites avec le procédé SEED, combinées avec des alliages 206 modifiés, peuvent atteindre des propriétés mécaniques élevées compatibles avec les exigences de l'industrie automobile.

- Les propriétés de fatigue des deux meilleurs alliages modifiés 206 étaient supérieures à celles d'un alliage A357 de fonderie et se rapprochent de celles d'un alliage AA6061 forgé.

Cette étude a permis de démontrer qu'en plus de produire des pièces semi-solides par coulée sous-pression pour de larges variations de compositions chimiques, le procédé SEED permet d'obtenir des pièces saines (*Sound Part*) et de géométrie plus complexe. De plus, puisque les pièces semi-solides possèdent moins de porosité, elles peuvent aussi être usinées et assemblées par soudage pour certaines applications (ex. : berceau moteur).

Les résultats de propriétés mécaniques obtenus pour les meilleurs essais en semi-solide (tableau 12) indiquent que les pièces semi-solides possèdent de loin de meilleures performances sur l'élongation avec 9,6 % contre 5 % d'élongation pour les pièces en moulage permanent (tableau 6). D'ailleurs, ces performances d'élongation ont souvent été observées pour d'autres cas d'alliage. Cet avantage est possible grâce à la microstructure plus fine, inhérente aux procédés de germination multiple en semi-solide combiné à la solidification rapide du moulage sous-pression (*HPDC*). Dans ce cas, il a été intéressant de calculer de l'indice qualité (*Quality index Q.I.*), où un écart positif a été relevé pour les pièces de l'étude en semi-solide avec $Q.I. = 633 \text{ MPa}$ en comparaison à 603 MPa pour les valeurs de référence en moulage permanent. Évidemment, il faut considérer qu'il aurait été impossible d'obtenir des pièces saines par moulage sous-pression avec l'alliage 206 standard. Par conséquent, il faut identifier le meilleur compromis en offrant la capacité de fabriquer des pièces saines tout en répondant aux spécifications mécaniques pour les applications désirées.

Finalement, cette étude permet d'importants progrès qui ont permis d'identifier les points clefs reliés à la faisabilité de mouler des pièces de haute performance avec le procédé SEED. Ces travaux constituent donc un travail de fond sur l'évolution de nouveaux alliages Al-Cu reliés à l'industrie du semi-solide et pour des applications de haute performance.

6.2 RECOMMANDATIONS

- Une analyse avec un plan factoriel complet permettrait d'analyser de façon plus précis l'effet principal du silicium sur les propriétés mécaniques. Les essais pourraient être fait dans les mêmes conditions pour les concentrations suivantes : 0,8 % Si, 0,15 % Fe et 4,4 % Cu.
- L'indice qualité (*Quality Index*) reliée à l'alliage 206 standard doit être utilisé avec prudence dans le cas d'alliages fortement modifiés comme ceux des essais. En effet, les variations d'élongation suivent la loi logarithmique qui peut impacter grandement les résultats de cet indice et ainsi atténuer les différences entre les résultats. Une plus grande série d'échantillon permettrait de réduire la variation et d'augmenter la précision du calcul de l'indice qualité.

- Les paramètres de traitement thermique T7 utilisés correspondent à ceux de l'alliage B206 standard coulée en moule permanent. Afin d'optimiser au maximum le potentiel du durcissement structural sur les propriétés mécaniques, il serait important de développer de meilleurs paramètres pour le traitement thermique de pièces en semi-solide. Ces derniers seraient mieux adaptés aux nouvelles compositions chimiques utilisées, entre autres, par rapport à l'addition de 1,2 % de silicium. Les résultats des propriétés mécaniques seraient donc optimisés.

- Afin d'évaluer le plein potentiel d'application des alliages 206 en semi-solide dans l'industrie automobile, une étude de corrosion sous contrainte devrait être considérée.

RÉFÉRENCES

- [1] D. Apelian. (2009, Aluminum cast alloys: enabling tools for improved performance. *Aluminum Cast Alloys*. Available: http://www.diecasting.org/research/wwr/WWR_AluminumCastAlloys.pdf
- [2] J. Langlais, N. Andrade, A. Lemieux, X. G. Chen, and L. Bucher, "The Semi-Solid Forming of an Improved AA6061 Wrought Aluminum Alloy Composition," *Solid State Phenomena*, vol. 141-143, pp. 511-516, 2008.
- [3] D. Dautre, G. Hay, and P. Wales, "Semi-solid concentration processing of metallic alloys," US Patent US 6428636-B2, 2002.
- [4] G. K. Sigworth and F. J. Major, "Factors influencing the mechanical properties of B206 alloy castings," in *Light Metals 2006 Vol 4: Cast Shop Technology and Recycling - Aluminum*, T. J. Galloway, Ed., 2006, pp. 795-799.
- [5] D. B. Spencer, M. C. Flemings, and R. Mehrabian, "Rheological behavior of Sn-15 pct Pb in the crystallization range," *Metallurgical Transactions*, vol. 3, pp. 1925-1932, 1972.
- [6] M. C. Flemings and R. Mehrabian, "CASTING SEMI-SOLID METALS," *Modern Casting*, vol. 63, pp. 31-33, 1973.
- [7] "Science and Technology of Semi-Solid Processing." vol. (Chapter 3). A. Figueredo, Ed., Rosemont, IL: North American Die Casting Association (NADCA), 2001.
- [8] K. Kuroki, T. Suenaga, H. Tanikawa, T. Masaki, A. Suzuki, T. Umemoto, and M. Yamazaki, "Establishment of a manufacturing technology for the high strength aluminum cylinder block in diesel engines applying a rheocasting process," in *8th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, S2P 2004*, Limassol, 2004, pp. 189-196.
- [9] Z. Fan, X. Fang, and S. Ji, "Microstructure and mechanical properties of rheo-diecast (RDC) aluminium alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 412, pp. 298-306, 2005.
- [10] C. J. Quaak, M. G. Horsten, and W. H. Kool, "Rheological behaviour of partially solidified aluminium matrix composites," *Materials Science and Engineering A*, vol. 183, pp. 247-256, 1994.
- [11] M. C. Flemings, R. G. Riek, and K. P. Young, "RHEOCASTING PROCESSES," *AFS Int Cast Met J*, vol. 1, pp. 11-22, 1976.
- [12] J. P. Gabathuler, D. Barras, and Y. Krahenbuhl, "Evaluation of various processes for the production of billets with thixotropic properties," *2 International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites*, pp. 33-46, 1992.
- [13] J. L. Jorstad, "SSM processes - An overview," in *8th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, S2P 2004*, Limassol, Cyprus, 2004, pp. 15-24.
- [14] P. Kapranos, P. J. Ward, H. V. Atkinson, and D. H. Kirkwood, "Near net shaping by semi-solid metal processing," *Materials and Design*, vol. 21, pp. 387-394, 2000.
- [15] S. P. Midson, "Rheocasting processes for semi-solid casting of aluminum alloys," *Die Casting Engineer*, vol. 50, pp. 48-51, 2006.

- [16] J. Langlais, A. Lemieux, D. Bouchard, and C. Sheehy, "Development of a Versatile Rheocasting Technology," presented at the SAE 2006 World Congress & Exhibition, Detroit, MI, USA,, 2006.
- [17] C. G. Kang, J. S. Choi, and D. W. Kang, "A filling analysis of the forging process of semi-solid aluminum materials considering solidification phenomena," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 73, pp. 289-302, 1998.
- [18] F. Pineau, F. Ilinca, and J. F. Héту, "A mixture approach for semisolid metal mold filling simulations," *Opio*, 2006, pp. 1063-1070.
- [19] F. Pineau and G. D'Amours, "Prediction of shear-related defect locations in semi-solid casting using numerical flow models," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, vol. 20, pp. s878-s882, 2010.
- [20] M. Adachi and S. Sato, "Advanced Rheocasting Process Improves Quality and Competitiveness," *Society of Automotive Engineers, Warrendale, PA*, vol. SAE Paper Number 2000-02-0677, pp. 22-37, 2000-03-06 2000.
- [21] J.-J. Perrier and S. Jacob, "Moulage des alliages d'aluminium " *Techniques de l'ingénieur*, vol. M3637, 2005.
- [22] M. Suéry, *Mise en forme des alliages métalliques à l'état semi-solide*. Paris: Hermès Science Publications, 2002.
- [23] J. Langlais and A. Lemieux, "The SEED technology for semi-solid processing of aluminum alloys: A metallurgical and process overview," in *Semi- Solid Processing of Alloys and Composites*. vol. 116-117, C. G. Kang, *et al.*, Eds., 2006, pp. 472-477.
- [24] D. Bouchard, J. Langlais, F. Pineau, and A. Lemieux, "Procédé SEED et moulage sous pression de pièces d'aluminium: Description du procédé et transfert de chaleur," *Fonderie Fondeur d'aujourd'hui*, vol. 253, 19 au 23 juin 2005 2006.
- [25] D. Dautre, J. Langlais, and S. Roy, "The SEED process for semi-solid forming," presented at the 8th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, S2P 2004, Limassol, Cyprus, 2004.
- [26] P. Giordano and G. Chiarmetta, "New rheocasting: A valid alternative to the traditional technologies for the production of automotive suspension parts," in *8th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, S2P 2004*, Limassol, Cyprus, 2004, pp. 101-109.
- [27] Z. Fan, S. Ji, and X. Fang, "Rheo-diecasting of aluminium alloys and components," in *8th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, S2P 2004*, Limassol, Cyprus, 2004, pp. 111-120.
- [28] C. G. Kang, P. K. Seo, and S. S. Kang, "The effect of injection velocity on liquid segregation and mechanical properties in arm part fabricated by semi-solid die casting process," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 176, pp. 32-40, 2006.
- [29] J. L. Jorstad, "Semi-solid metal processing: The high integrity die casting process," *Die Casting Engineer*, vol. 48, pp. 42-44+46, 2004.
- [30] NADCA, *Product Specification Standards for Die Castings Produced by the Semi-Solid and*

Squeeze Cast Processes, 3rd Edition ed., 2006.

- [31] J. R. Davis, *ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys*: ASM International, 1993, 2002.
- [32] M. Rosso and S. Guelfo, "Fatigue behavior of rheocast parts," Limassol, 2004, pp. 797-804.
- [33] M. Brochu, Y. Verreman, F. Ajersch, and D. Bouchard, "High cycle fatigue strength of permanent mold and rheocast aluminum 357 alloy," *International Journal of Fatigue*, vol. 32, pp. 1233-1242, 2010.
- [34] D. A. Lados and D. Apelian, "Relationships between microstructure and fatigue crack propagation paths in Al-Si-Mg cast alloys," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 75, pp. 821-832, Feb-Mar 2008.
- [35] J. L. Jorstad, Q. Y. Pan, and D. Apelian, "Solidification microstructure affecting ductility in semi-solid-cast products," *Materials Science and Engineering A*, vol. 413-414, pp. 186-191, 2005.
- [36] H. Guo, X. Yang, and M. Zhang, "Microstructure characteristics and mechanical properties of rheoformed wrought aluminum alloy 2024," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 18, pp. 555-561, 2008.
- [37] T. A. Engh, *Principles of Metal Refining*. London: Oxford University Press, 1992.
- [38] Alcan Primary Products Corporation. (2004). *Alloy Bulletin - Alcan AA206 Primary Foundry Alloys 206.2, A206.2 and B206.2*.
- [39] J. F. Major and G. K. Sigworth, "Chemistry/Property relationships in AA206 alloys," *AFS Int Cast Met J*, vol. Transactions, p. 12, 2006.
- [40] G. K. Sigworth, "Method for grain refinement of high strength aluminum casting alloys," U.S.A. Patent, 2002.
- [41] M. R. N. Esfahani and B. Niroumand, "Study of hot tearing of A206 aluminum alloy using Instrumented Constrained T-shaped Casting method," *Materials Characterization*, vol. 61, pp. 318-324, 2010.
- [42] D. G. Eskin, Suyitno, and L. Katgerman, "Mechanical properties in the semi-solid state and hot tearing of aluminium alloys," *Progress in Materials Science*, vol. 49, pp. 629-711, 2004.
- [43] D. Larouche, J. Langlais, W. L. Wu, and M. Bouchard, "A constitutive model for the tensile deformation of a binary aluminum alloy at high fractions of solid," *Metallurgical and Materials Transactions B-Process Metallurgy and Materials Processing Science*, vol. 37, pp. 431-443, Jun 2006.
- [44] J. Wannasin, D. Schwam, J. A. Yurko, C. Rohloff, and G. Woycik, "Hot Tearing Susceptibility and Fluidity of Semi-Solid Gravity Cast Al-Cu Alloy," *Solid State Phenomena*, vol. 116-117, pp. 76-79, 2006.
- [45] M. Tiryakioğlu, J. Campbell, and N. D. Alexopoulos, "On the ductility potential of cast Al-Cu-Mg (206) alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 506, pp. 23-26, 2009.
- [46] J. G. Kaufman and E. Rooy, "Aluminum Alloy Castings Properties Processes and Applications," in

Aluminum Alloy Castings Properties Processes and Applications, ASM, Ed., 2007, p. 16.

- [47] D. Plaza, J. Asensio, J. A. Pero-Sanz, and J. I. Verdeja, "Microstructure, a Limiting Parameter for Determining the Engineering Range of Compositions for Light Alloys: The Al-Cu-Si System," *Materials Characterization*, vol. 40, pp. 145-158, 1998.
- [48] V. Raghavan, "Al-Cu-Si (Aluminum-Copper-Silicon) 2007," *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, vol. 28, pp. 180-182, 2007.
- [49] C. H. Cáceres, "A phenomenological approach to the Quality Index of Al-Si-Mg casting alloys," *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 12, pp. 367-375, 2000.
- [50] A. Lemieux, J. Langlais, D. Bouchard, and X. Grant Chen, "Effect of Si, Cu and Fe on mechanical properties of cast semi-solid 206 alloys," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 20, pp. 1555-1560, 2010.
- [51] J. G. Kaufman, "Properties of Aluminum Alloys, Fatigue Data and the Effects of Temperature, Product Form, and Processing," A. International, Ed., 2008, p. 230 and 407.
- [52] D. J. Lahaie and M. Bouchard, "Physical modeling of the deformation mechanisms of semisolid bodies and a mechanical criterion for hot tearing," *Metallurgical and Materials Transactions B-Process Metallurgy and Materials Processing Science*, vol. 32, pp. 697-705, Aug 2001.

ANNEXE I
PUBLICATION EXTERNE S2P-2010



Effect of Si, Cu and Fe on mechanical properties of cast semi-solid 206 alloys

A. LEMIEUX¹, J. LANGLAIS², D. BOUCHARD³, X. GRANT CHEN⁴

1. Rio Tinto Alcan, Arvida Research and Development Centre, Jonquière, QC, G7S 4K8, Canada;

2. Rio Tinto Alcan, Latémière Works, Latémière, QC, G7N 1A2, Canada;

3. NRC-Aluminium Technology Centre, Chicoutimi, QC, G7H 8C3, Canada;

4. Université du Québec à Chicoutimi, Chicoutimi, QC, G7H 2B1, Canada

Received 13 May 2010; accepted 25 June 2010

Abstract: The development of a modified 206 alloy whose composition was optimized to minimize hot tearing during semi-solid forming was reported. The effect of varying silicon, copper and iron contents was investigated using a design of experiment (DOE) approach. Semi-solid slurries were prepared using the SEED process and injected into a high pressure die casting press. The hot tearing sensitivity results were reported for different alloy variants. The microstructure evolution during the semi-solid preparation was presented along with actual die cast components. The effects of silicon, copper and iron on mechanical properties in the T7 condition were also analyzed. Beyond the benefit of reducing hot tearing, it is shown that the tensile and fatigue properties remain compatible with the automotive industry requirements.

Key words: semi-solid forming; 206 aluminum alloy; SEED process; hot tearing; mechanical properties

1 Introduction

The 206 alloy belongs to the Al-Cu family that includes some of the strongest and toughest alloys currently available for use as aluminum foundry products. The B206 variant has the potential to contribute to light weighting efforts due to its cast-iron like properties and this has generated the current interest in its use for components such as automotive suspension arms or knuckles[1–2]. Consequently, this material could be used in a number of applications in the automotive industry, where the minimum elongation requirement is typically 7% to respect the safety needs in suspension part applications[3–4]. In addition, casting processes for lightweight materials must be in constant evolution to face the increasing challenges for better fuel economy in transportation applications[5].

These challenges can be addressed from different avenues including the use of innovative and reliable processes as well as new alloys. Rheocasting offers many advantages in the fabrication of high integrity near-net-shape components[6–7]. Semi-solid processing offers greater flexibility to cast certain alloys that are

more susceptible to hot tearing because of their higher solid fraction. However, this advantage is not sufficient to process alloy compositions in traditional 206 alloys because they are generally very prone to hot tearing. Semi-solid processing, however, offers new opportunities for these difficult-to-cast alloys due to the distinctive globular structure of the slurry and the lower amount of contractions that the castings undergo upon solidification. A previous study reported a reduction of hot tearing with semi-solid gravity casting with a solid fraction as low as 5%[8]. In that respect, a higher solid fraction is more likely to minimize hot tearing susceptibility in this alloy system.

The objective of the present study was to adopt a 206 alloy for semi-solid die casting applications while offering low hot tearing susceptibility and competitive mechanical properties. A preliminary series of tests, using the constrained rod casting (CRC) method, was first performed to evaluate the hot tearing susceptibility of liquid alloys[9]. Alloy compositions considered the most promising were selected for semi-solid processing. In this work the results of casting trials with semi-solid slurries produced using the Rio Tinto Alcan process, dubbed SEED[11], are reported.

Corresponding author: A. LEMIEUX; Tel: 418-697-5681; E-mail: alain.lemieux@rioalcan.com
DOI: 10.1016/S1003-6326(09)60338-1

2 Experimental

2.1 SEED process and die casting

The rheocasting SEED process is described in Fig.1, where liquid metal is poured into a metallic container followed by a mechanical mixing (swirling) and an optional drainage of the excess eutectic liquid[6, 11]. The semi-solid slurry is then transferred to the high-pressure die-casting (HPDC) press (Bühler SC N/53) and injected into the mold. In this work, all tests were performed without drainage.

The parts were cast using two different shapes. The first mold had a "U" shape to better assess the filling behavior as well as the hot tearing sensitivity. Indeed, this geometry was selected because it contained features such as corner radii and section changes that promote stress concentration and hot tearing[10]. The second series of castings was carried out using a rectangular wedge mold that was designed to optimize the number of test bars for mechanical property evaluations. All process parameters of the slurry preparation and die casting were fixed.

2.2 Hot tearing assessment

Table 1 lists the alloys that were assessed using the SEED process and cast in the "U" shape mold for hot tearing assessment[12]. The contents of silicon and copper are shown. The content of the remaining chemical elements conformed to a standard B206 alloy composition. The hot tearing susceptibility (HTS) index on the castings was determined using a liquid dye penetrant. The index was based on the number of hot tears and their respective lengths[6].

Table 1 Chemical composition for hot tearing assessment (mass fraction, %)

Alloy	Si	Cu
Standard B206	0.05	4.2–5.0
Alloy-I	1.0	5.5
Alloy-II	1.0	5.0
Alloy-III	1.2	4.1–4.6

2.3 Metallographic, tensile and fatigue evaluation

A series of wedge shape castings were produced from which test specimens were cut for metallographic examination as well as tensile and fatigue testing. The chemical composition of alloys that were rheocast are shown in Table 2, and the contents of silicon, iron and copper were varied according to a design of experiment (DOE) approach. Once more, the chemical composition of remaining elements conformed to a standard B206 alloy composition for permanent mold casting.

Table 2 Chemical composition based on statistical design matrix (mass fraction, %)

Alloy	Si	Fe	Cu
Alloy-1	1.2	0.07	3.8
Alloy-2	0.8	0.07	4.4
Alloy-3	1.2	0.15	4.4
Alloy-4	0.8	0.15	3.8

The castings for tensile and fatigue testing were heat-treated to the T7 condition as follows: solution heating at 500 °C for 10 h, water quenching at 65 °C, natural ageing for 24 h and artificial aging at 195 °C for 4 h. The tensile evaluation was carried out according to the ASTM standard B557-06.

Two alloys (Alloy-2 and Alloy-3) were investigated for the unnotched axial fatigue testing at room temperature according to the ASTM standard E466-07. The reduced section had a length of 34.8 mm and a diameter of 6.35 mm. Ten bars were machined for each alloy and the tests were performed with a standard servo-hydraulic machine (MTS model 810) under an axial load with a stress ratio of 0.1 and a load frequency of 30 Hz. The tests were performed at the following maximum stress levels: 200, 220, 240, 260 and 280 MPa. Each test was repeated once.

3 Results and discussion

3.1 Hot tearing sensitivity

The hot tearing sensitivity results were compiled as

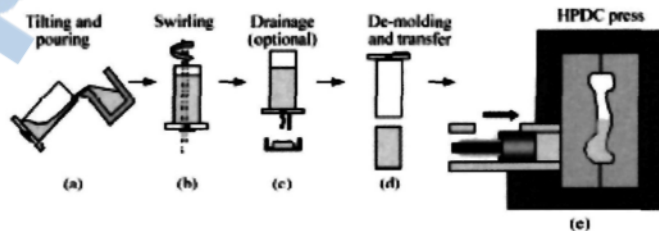


Fig.1 Diagram of SEED process (a–d) and HPDC press (e)

the HTS index for alloys presented in Table 1. Fig.2 illustrates that it is possible to significantly reduce the HTS index from 9 to 2.5 with a silicon level of 1.2%. The beneficial effect of silicon to reduce hot tearing is known[13]. On the other hand, the addition of copper above 4.6% could be detrimental to hot tearing. In the present case, the fine globular microstructure obtained using the SEED process combined with the silicon addition provided a microstructure that reduced hot tearing sensitivity. Moreover, the partially solidified metal resulted in less solidification contraction to compensate for strains by movement of both liquid and solid[8]. Consequently, the mechanical property study was based on Alloy-II and Alloy-III variants using a silicon level of approximately 1% and a copper level below 5%.

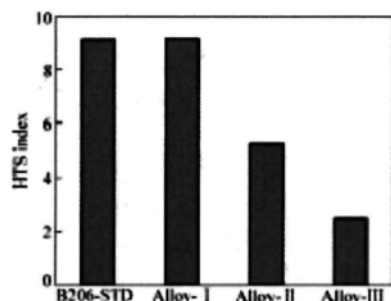


Fig.2 Comparison of hot tearing sensitivity for various Cu and Si contents

3.2 Microstructure

The semi-solid slurries produced using the SEED process had the following characteristics: 1) stable mass, 2) ease of demoulding, 3) uniform surface and 4) good consistency for die filling. The process conditions were sufficiently robust to produce sound castings with all tested alloys. The typical microstructures of the semi-solid castings are shown in Fig.3. The uniform fine globular grains provided the desirable die filling behavior.

3.3 Tensile properties

The partial factorial design presented in Table 2 was used to study the effect of silicon, iron and copper on the mechanical properties. It should be noted that this design had a resolution level of 3, which excluded the analysis of two-factor interactions. Accordingly, only the main effects were considered in the analysis.

The mechanical properties obtained from four alloys are illustrated in Fig.4. For comparison, the figure also includes a line that represents the low specification limits (LSL) which are typically required in the structure

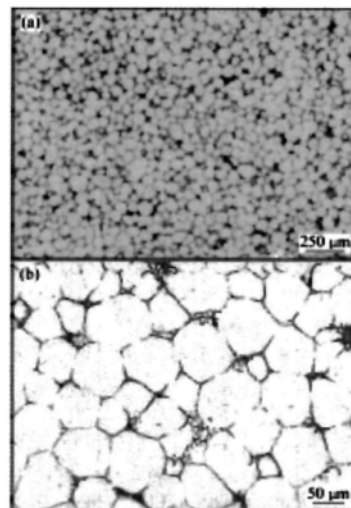


Fig.3 Representative microstructures of casting produced by SEED process (Alloy-2 as-cast): (a) In low magnification; (b) In high magnification

components for automotive applications[3, 14]. The best performance for the ultimate tensile strength (UTS) and yield strength (YS) were obtained with Alloy-2 and Alloy-3. These two alloys were not the best in terms of elongation, but their values were well above the minimum requirement of 7%. It should also be noticed that Alloy-2 and Alloy-3 had both a copper content of 4.4% but different iron contents, 0.07% and 0.15%, respectively. This indicates that the impact of iron content on the mechanical properties is low and thus could bring a great advantage for production and recycling.

Fig.5 provides an illustration of the mechanical property domains for the four alloys with respect to the ultimate tensile strength and elongation. It can be clearly seen that Alloy-2 and Alloy-3 provide the best performance. A domain for AA6082-T6 forged material is also shown on the graph[14]. The properties of Alloy-2 and Alloy-3 are significantly above those of the 6061-T6 forged material.

Normalized Pareto diagrams for the effect of silicon, iron and copper on tensile properties are shown in Fig.6. The normalized value is represented by the line at 2.03. The diagrams illustrate that the strongest positive effect on the ultimate tensile strength (UTS) and on the yield strength (YS) is provided by copper (increasing from 3.8% to 4.4% in this study). This is due to an increase of the volume fraction of fine CuAl_2 precipitate particles in

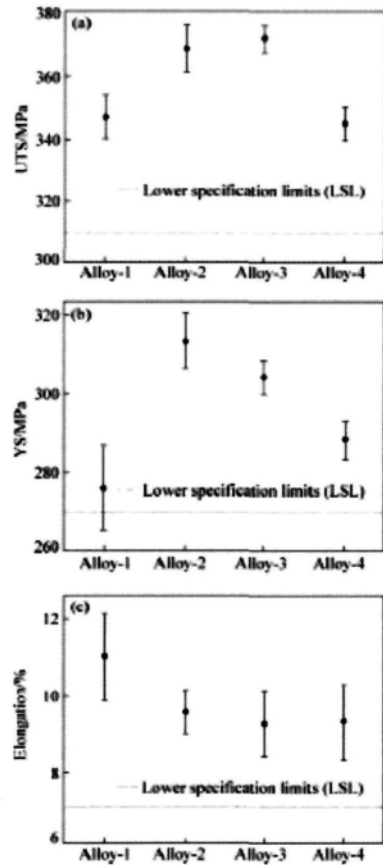


Fig.4 Comparison of mechanical properties of alloys in T7 condition

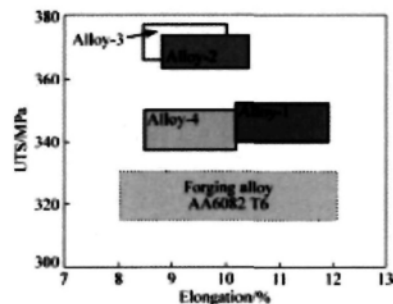


Fig.5 Static mechanical property domains based on 95% confidence intervals for four tested alloys in comparison with AA6082 T6 forging parts[14]

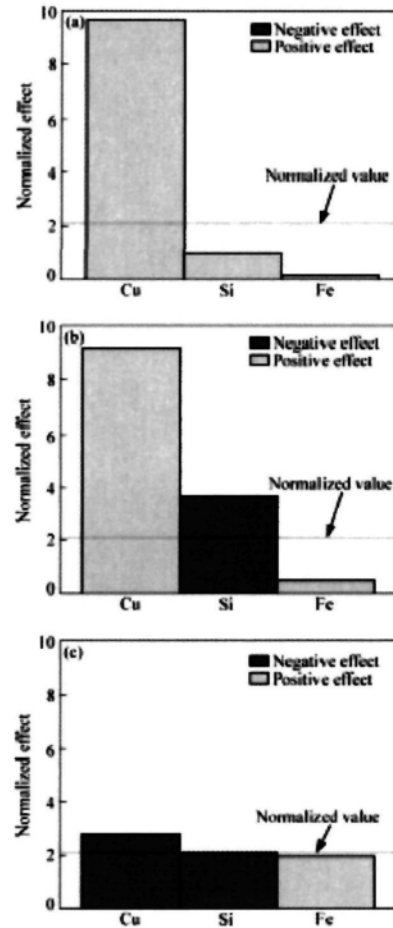


Fig.6 Pareto diagrams of normalized effect of Cu, Si and Fe on UTS (a), YS (b) and elongation (c)

the aluminum matrix at a higher copper level. The typical micrographs of semi-solid castings after a T7 treatment are shown in Fig.7 for Alloy-3 and Alloy-4. It can be seen that Alloy-3 with 4.4% copper has a higher volume fraction and more uniform distribution of these precipitates than Alloy-4 with 3.8% copper. Note that a copper level of 3.8% is also below the specification limit for standard 204 and 206 alloys.

The graphs in Fig.6 also illustrate that silicon (increasing from 0.8% to 1.2%) slightly decreases the yield strength (YS). The variation of iron (from 0.07% to 0.15%) has the lowest effect on the UTS and YS. The Pareto diagram for elongation shows that the influence of

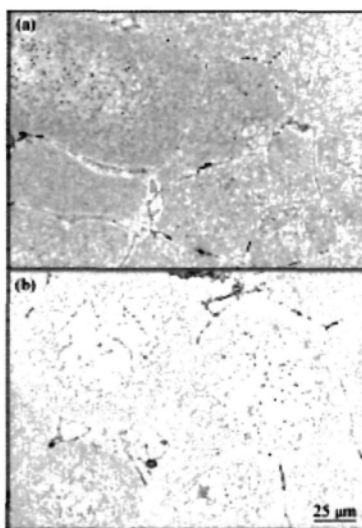


Fig.7 Typical micrographs of semi-solid castings after T7 showing CuAl_2 precipitate particles: (a) Fine and good distribution of precipitates in Alloy-3; (b) Poor distribution of precipitate in Alloy-4

copper, silicon and iron is relatively weak compared with the effect of these elements on the ultimate and yield strengths.

3.4 Fatigue evaluation

The fatigue results are presented in Fig.8. No significant correlation between fatigue and composition for Alloy-2 and Alloy-3 is observed. The tensile properties of these alloys also have a comparable

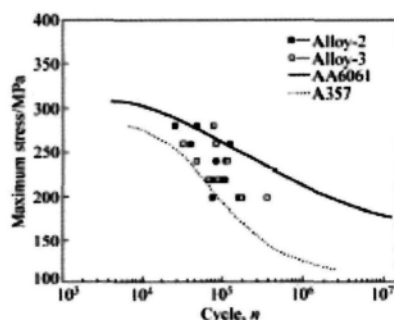


Fig.8 Unnotched axial fatigue at room temperature ($R=0.1$) for Alloy-2 and Alloy-3 in T7 condition and AA6061-T6 wrought alloy and A357-T6 foundry alloy[15]

behavior in terms of stress-strain relationship (see Fig.5). For comparison purposes, the graph also includes typical axial fatigue properties of an AA6061-T6 wrought alloy and an A357-T6 foundry alloy[15], both at a stress ratio of $R=0$. Although the stress ratio in the present investigation is slightly higher ($R=0.1$), it is obvious that the fatigue properties of the semi-solid castings from Alloy-2 and Alloy-3 are superior to those of the traditional A357 castings. Their values are also close to those of typical AA6061 wrought alloy.

4 Conclusions

1) The SEED process can accommodate fairly large compositional variations in the 206 alloy group to produce sound semi-solid castings.

2) The addition of silicon (Si) up to 1.2% and iron (Fe) up to 0.15% has no detrimental effect on the mechanical properties. Castings produced with the SEED process combined with modified 206 alloys can attain elevated mechanical properties compatible with automotive industry requirements.

3) Increasing the silicon content is beneficial to reducing hot tearing. A uniform and fine grain size obtained using the SEED process is also beneficial.

4) The fatigue properties of two best modified 206 alloys are superior to those of an A357 foundry alloy and approach those of an AA6061 wrought alloy.

Acknowledgements

The authors are grateful to Rio Tinto Alcan for allowing permission to publish this work. The authors wish to express special thanks to their colleagues at Rio Tinto Alcan, Mr. Clément Boudreau, at the National Research Council of Canada (NRC), Mr. Dany Drolet and Ms. Marie-Eve Larouche, at STAS, Mr. Stéphane Leclerc, as well as others who have contributed to the development of the SEED process.

References

- [1] JEAN D. MAJOR, J. F. SOBOLEWSKI, J. H. WAINOCK, B. KASPRZAK, W. Heat treatment and corrosion resistance of B206 aluminum alloy [J]. *AFS Transactions*, 2009, 117: 113–129.
- [2] SIGWORTH G. K., DEHART F. Recent developments in the high strength aluminum-copper casting alloy A206 [J]. *AFS Transactions*, 2003, 111: 341–354.
- [3] SIGWORTH G., MAJOR F. Factors influencing the mechanical properties of B206 alloy castings [J]. *Light Metals*, 2006: 795–799.
- [4] JEAN D. MAJOR, J. F. Chemistry/property relationship in AA206 alloys: Fatigue behaviour [J]. *ASF Transactions*, 2009, 117: 103–112.
- [5] KESHAJARAM B., SEILER D. J., DEWITT D. Aluminum alloys for automotive knuckle castings [R]. *Solutions for the Automotive Industry*, SAE technical Paper No. 2000-01-1291, 2000.
- [6] LANGLAIS J., ANDRADE N., LEMIEUX A., CHEN X. G., BUCHER, L. The semi-solid forming of an improved AA6061 wrought aluminum [J]. *Solid State Phenomena*, 2008: 141/142/143: 511–516.

- [7] YURKO J, FLEMINGS M, MARTINEZ A. Semi-solid rheocasting —Increasing the capabilities of die casting [J]. *Die Casting Engineer*, 2004, 48(1): 50-52.
- [8] WANNASIN J, SCHWAM D, YURKO J A, ROHLOFF C, WOYCEK G. Hot tearing susceptibility and fluidity of semi-solid gravity cast Al-Cu alloy [J]. *Solid State Phenomena*, 2006, 116/117: 76-79.
- [9] LIN S. A study in hot tearing in wrought aluminum alloys [D]. Chicoutimi, Quebec: Université du Québec à Chicoutimi, 1999: 172.
- [10] ESEFANIAN N, NIROUMAN B. Study of hot tearing of A206 aluminum alloy using instrumented constrained T-shaped casting method [J]. *Materials Characterization*, 2010, 61(3): 318-324.
- [11] DOUTRE D, HAY G, WALES P. Semi-solid concentration processing of metallic alloys. US Patent: 6428636 [P]. 2002-08-06.
- [12] DOUTRE D, LANGLAIS J, ROY S. The SEED process for semi-solid forming [C]/*International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Cyprus, 2004: 397-408.
- [13] KAUFMAN J G, ROOY E L. Aluminum alloy castings: Properties, processes, and applications [M]. ASM International, 2007: 15-16.
- [14] GIORDANO P, CHIARINETTA G. New rheocasting: A valid alternative to the traditional technologies for the production of automotive suspension parts [C]/*International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Cyprus, 2004: 101-109.
- [15] KAUFMAN J G. Properties of aluminum alloys, fatigue data and the effects of temperature, product form, and processing [M]. ASM International, 2008: 230-407.

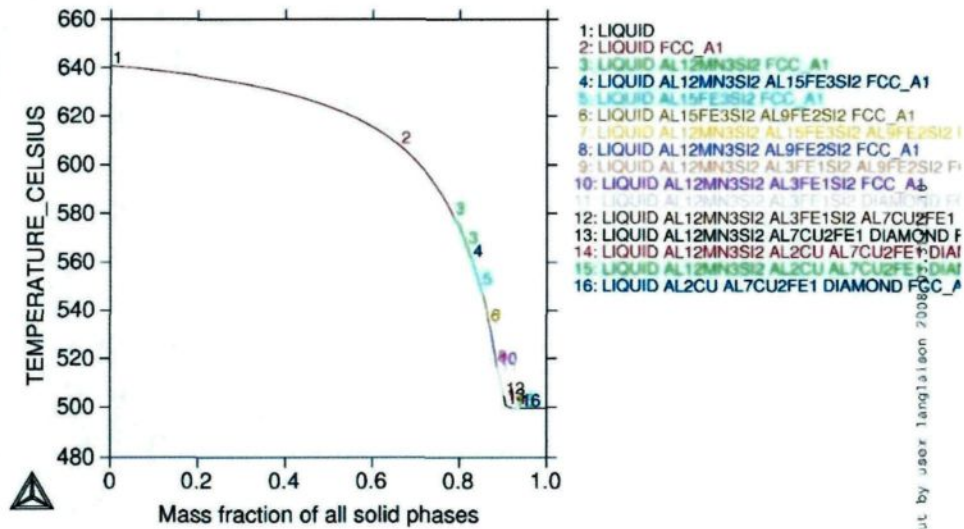
(Edited by YANG Bing)

ANNEXE II CALCULS THERMODYNAMIQUES

BASÉS SUR LES ÉQUATIONS DE SCHEIL (LOGICIEL THERMO-CALC)

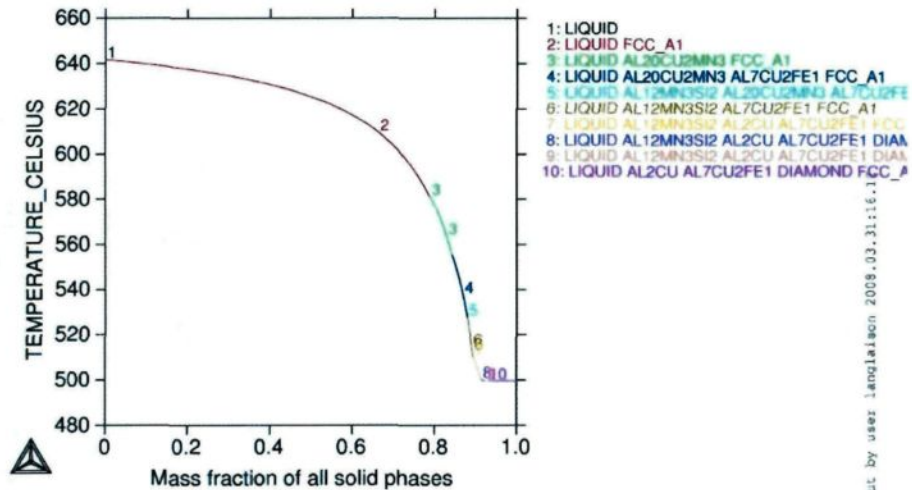
Alliage-1

THERMO-CALC (2008.03.31:16.10) :Scheil - variant 1
DATABASE:USER



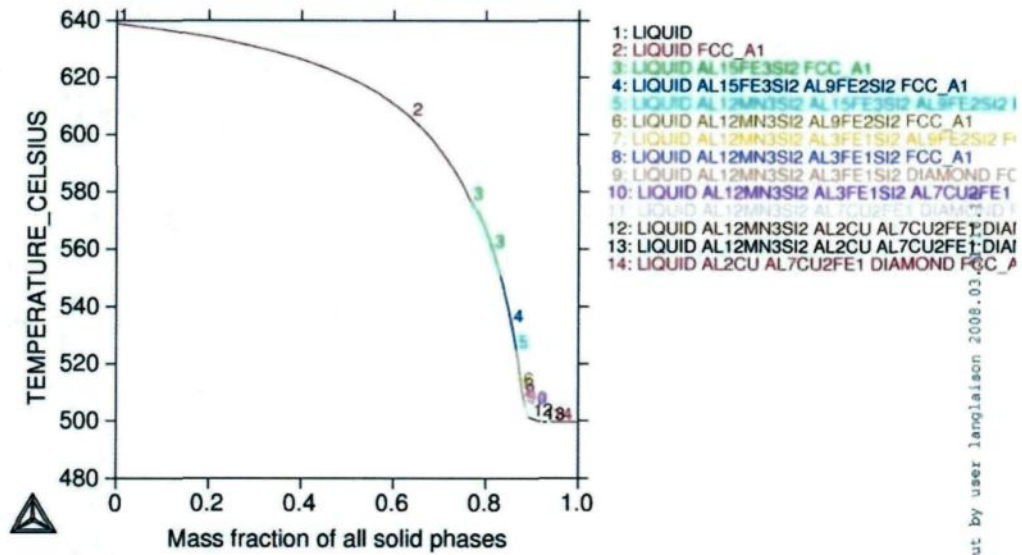
Alliage-2

THERMO-CALC (2008.03.31:16.12) :Scheil 206_variant2
DATABASE:USER



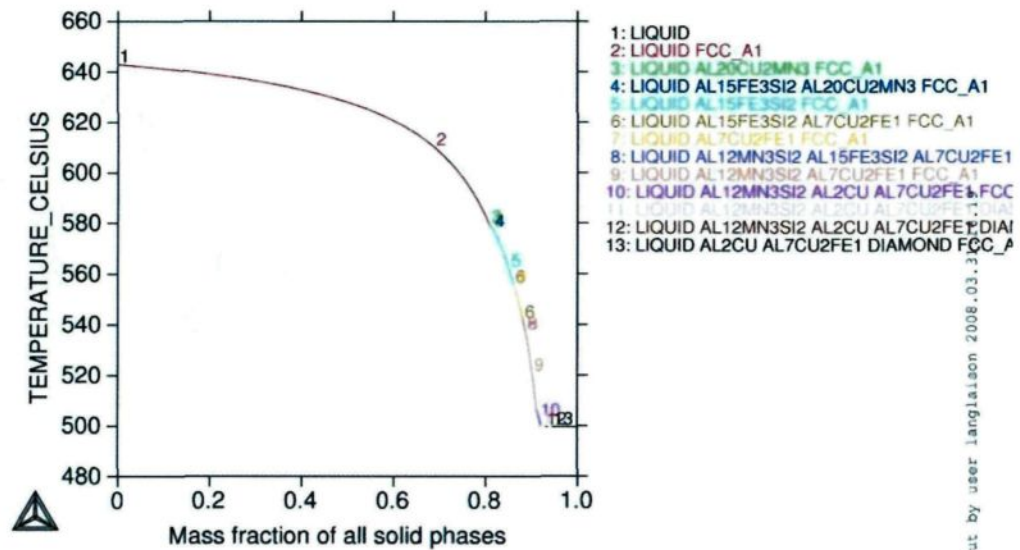
Alliage-3

THERMO-CALC (2008.03.31:16.16) :Scheil_206_variant3
DATABASE:USER



Alliage-4

THERMO-CALC (2008.03.31:16.19) :Scheil_206_variant4
DATABASE:USER



ANNEXE III

DÉTAILS DES CALCULS STATISTIQUES

(LOGICIEL MINITAB)

Test T à deux échantillons et IC : UTS (MPa); Si

Test t à deux échantillons de UTS (MPa)

Si	N	Moyenne	EcTyp	ErT moyenne
0,8	19	356,8	15,3	3,5
1,2	19	359,3	15,0	3,4

Différence = $\mu(0,8) - \mu(1,2)$

Estimation de la différence : -2,52

Limites de confiance (à 95 %) pour la différence : (-12,49 ; 7,45)

Test t de la différence = 0 (en fonction de la différence) :

Valeur de T = -0,51

Valeur de p = 0,612 DL = 35

Test T à deux échantillons et IC : UTS (MPa); Fe

Test t à deux échantillons de UTS (MPa)

Fe	N	Moyenne	EcTyp	ErT moyenne
0,07	19	357,8	14,9	3,4
0,15	19	358,4	15,5	3,5

Différence = $\mu(0,07) - \mu(0,15)$

Estimation de la différence : -0,61

Limites de confiance (à 95 %) pour la différence : (-10,61 ; 9,40)

Test t de la différence = 0 (en fonction de la différence) :

Valeur de T = -0,12

Valeur de p = 0,903 DL = 35

Test T à deux échantillons et IC : UTS (MPa); Cu

Test t à deux échantillons de UTS (MPa)

Cu	N	Moyenne	EcTyp	ErT moyenne
3,8	18	344,95	8,11	1,9
4,4	20	369,89	8,26	1,8

Différence = $\mu(3,8) - \mu(4,4)$

Estimation de la différence : -24,94

Limites de confiance (à 95 %) pour la différence : (-30,34 ; -19,54)

Test t de la différence = 0 (en fonction de la différence) :

Valeur de T = -9,38
Valeur de p = 0,000 DL = 35

Test T à deux échantillons et IC : YS (MPa); Si

Test t à deux échantillons de YS (MPa)

Si	N	Moyenne	EcTyp	ErT moyenne
0,8	19	301,4	15,3	3,5
1,2	19	291,0	17,4	4,0

Différence = $\mu(0,8) - \mu(1,2)$
Estimation de la différence : 10,41
Limites de confiance (à 95 %) pour la différence : (-0,38 ; 21,21)
Test t de la différence = 0 (en fonction de la différence) :
Valeur de T = 1,96
Valeur de p = 0,058 DL = 35

Test T à deux échantillons et IC : YS (MPa); Fe

Test t à deux échantillons de YS (MPa)

Fe	N	Moyenne	EcTyp	ErT moyenne
0,07	19	295,8	22,2	5,1
0,15	19	296,6	10,1	2,3

Différence = $\mu(0,07) - \mu(0,15)$
Estimation de la différence : -0,72
Limites de confiance (à 95 %) pour la différence : (-12,23 ; 10,80)
Test t de la différence = 0 (en fonction de la différence) :
Valeur de T = -0,13
Valeur de p = 0,899 DL = 25

Test T à deux échantillons et IC : YS (MPa); Cu

Test t à deux échantillons de YS (MPa)

Cu	N	Moyenne	EcTyp	ErT moyenne
3,8	18	282,3	12,1	2,8
4,4	20	308,74	9,13	2,0

Différence = $\mu(3,8) - \mu(4,4)$
Estimation de la différence : -26,47
Limites de confiance (à 95 %) pour la différence : (-33,61 ; -19,32)
Test t de la différence = 0 (en fonction de la différence) :
Valeur de T = -7,56
Valeur de p = 0,000 DL = 31

Test T à deux échantillons et IC : %El; Si

Test t à deux échantillons de %El

			ErT	
Si	N	Moyenne	EcTyp	moyenne
0,8	19	9,44	1,06	0,24
1,2	19	10,11	1,63	0,37

Différence = $\mu(0,8) - \mu(1,2)$

Estimation de la différence : -0,667

Limites de confiance (à 95 %) pour la différence : (-1,578 ; 0,243)

Test t de la différence = 0 (en fonction de la différence) :

Valeur de T = -1,50

Valeur de p = 0,145 DL = 30

Test T à deux échantillons et IC : %El; Fe

Test t à deux échantillons de %El

			ErT	
Fe	N	Moyenne	EcTyp	moyenne
0,07	19	10,27	1,40	0,32
0,15	19	9,28	1,24	0,28

Différence = $\mu(0,07) - \mu(0,15)$

Estimation de la différence : 0,993

Limites de confiance (à 95 %) pour la différence : (0,122 ; 1,863)

Test t de la différence = 0 (en fonction de la différence) :

Valeur de T = 2,31

Valeur de p = 0,027 DL = 35

Test T à deux échantillons et IC : %El; Cu

Test t à deux échantillons de %El

			ErT	
Cu	N	Moyenne	EcTyp	moyenne
3,8	18	10,19	1,65	0,39
4,4	20	9,40	1,03	0,23

Différence = $\mu(3,8) - \mu(4,4)$

Estimation de la différence : 0,786

Limites de confiance (à 95 %) pour la différence : (-0,141 ; 1,713)

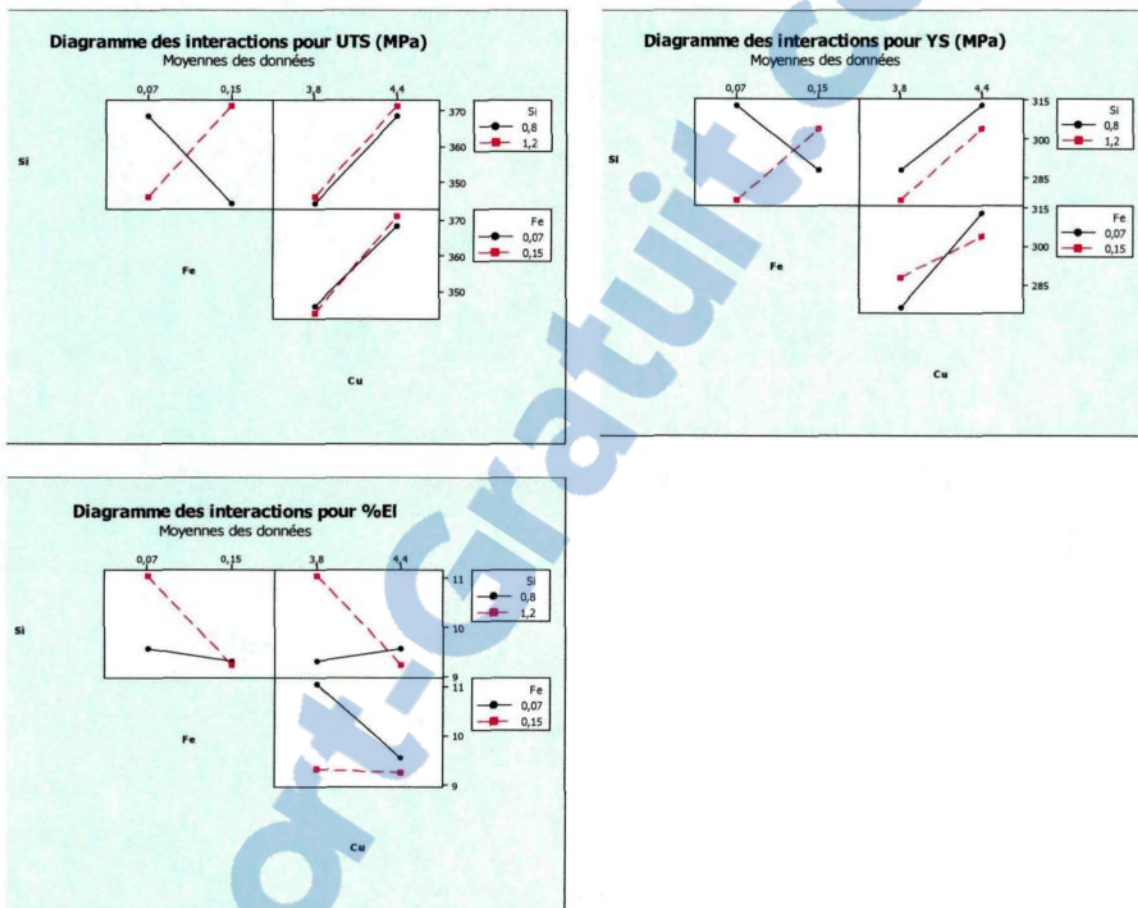
Test t de la différence = 0 (en fonction de la différence) :

Valeur de T = 1,74

Valeur de p = 0,093 DL = 27

ANNEXE IV EFFETS DES INTERACTIONS Si-Fe-Cu

(LOGICIEL MINITAB)



UTS				YS			
	Si	Fe	Cu		Si	Fe	Cu
Si		FORT	NUL	Si		FORT	NUL
Fe			FAIBLE	Fe			Moyen

%EL			
	Si	Fe	Cu
Si		FORT	FORT
Fe			Moyen