



**Titre:** Caractérisation rhéologique des alliages de magnésium à l'état  
Title: semi-solide

**Auteur:** Faouzi Messaoud  
Author:

**Date:** 2006

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Messaoud, F. (2006). Caractérisation rhéologique des alliages de magnésium à  
Citation: l'état semi-solide [Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal].  
PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/7771/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**  
Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/7771/>  
PolyPublie URL:

**Directeurs de  
recherche:** Frank Ajersch  
Advisors:

**Programme:** Non spécifié  
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CARACTÉRISATION RHÉOLOGIQUE DES ALLIAGES DE MAGNÉSIUM À  
L'ÉTAT SEMI-SOLIDE

FAOUZI MESSAOUD

DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE PHILOSOPHÆ DOCTOR  
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)

JUILLET 2006



Library and  
Archives Canada

Bibliothèque et  
Archives Canada

Published Heritage  
Branch

Direction du  
Patrimoine de l'édition

395 Wellington Street  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

395, rue Wellington  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

*Your file    Votre référence*

*ISBN: 978-0-494-20833-5*

*Our file    Notre référence*

*ISBN: 978-0-494-20833-5*

#### NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

#### AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

---

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

  
**Canada**

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée:

CARACTÉRISATION RHÉOLOGIQUE DES ALLIAGES DE MAGNÉSIUM À  
L'ÉTAT SEMI-SOLIDE

présentée par MESSAOUD Faouzi

en vue de l'obtention du diplôme de: Philosophiæ Doctor

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de:

M. TURENNE Sylvain, PhD., président

M. AJERSCH Frank, PhD., membre et directeur de recherche

M. CHARTRAND Patrice, PhD., membre

M. LAROUCHE Daniel, PhD., membre



À Mes parents, source de confiance, qui ont toujours pris soin de moi et que tout l'or du monde ne pourra compenser leur souci à ce que j'atteigne les sommets.

À Mes frères Yassine et Choukry et le bonheur d'être unis.

À Mes oncles Mourad et Fouad et leurs petites familles.

À Mehdi Boukheloua, et l'amitié qui devient une fraternité.

À Madani Chohami, mon maître qui est devenu mon ami.

À Saïd Beldjilali, l'homme disponible et serviable.

À Mohamed Brahimi, la force tranquille,

Je dédie cette contribution...

## REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse de doctorat a été réalisée au laboratoire de génie des matériaux de l'École Polytechnique.

Je tiens tout d'abord à exprimer mes plus vifs remerciements au Professeur Frank Ajersch pour m'avoir encadré tout au long de ce projet et pour m'avoir guidé grâce à son suivi et son expérience afin d'aboutir à cette contribution dans le génie des matériaux.

Je voudrais également remercier Lhoucine Azzi pour m'avoir aidé durant mes premiers pas dans le laboratoire de rhéologie au département de génie des matériaux.

Je ne peux oublier la présence de Carole Massicotte, Jacques Desrochers ainsi que Josée Laviolette qui m'ont permis de réaliser un gain de temps considérable afin de construire ce projet.

Comment ne pas citer Éric Duchesne, associé de recherche, pour son aide dans la compréhension du logiciel Clemex, Yanick Cyr pour son soutien technique durant la rédaction de ce mémoire écrit en LATEX.

Que mes remerciements aillent également à Jean Huard et Étienne Bélanger pour respectivement l'approvisionnement en gaz protecteur et pour l'usinage des pastilles de magnésium.

Je n'oublierai certainement pas l'équipe Yanick Cyr, Téko Napporn, Nathalie Limodin, Rommy Hernandez, Ali-Réza Hekmat Ardakan et Jean-François Dionne qui ont créé autour de moi une ambiance chaleureuse durant l'élaboration de ce projet.

## RÉSUMÉ

La caractérisation rhéologique des alliages de magnésium à l'état semi-solide s'est réalisée grâce au rhéomètre de Couette et au rhéomètre à plateaux parallèles.

La compréhension du processus de mise en forme des alliages à l'état semi-solide passe inévitablement par l'élaboration d'une nouvelle microstructure, soit la globularisation de la phase solide primaire.

Le brassage de l'alliage durant son refroidissement continu est certes l'essai fondamental à entreprendre pour reproduire les changements structuraux selon la vitesse de refroidissement. À cela, il faudra également étudier l'évolution de la viscosité apparente selon des régimes que nous jugeons pertinents.

Les travaux entamés dans cette Étude ont englobé les régimes isothermes à vitesses de cisaillement constante et variable, ainsi que le forgeage à température fixe des alliages AZ91D et AJ62x, en prêtant attention à l'État structural initial : dendritique et rhéocoulé.

La rhéométrie Couette nous a renseigné sur l'évolution de la viscosité apparente selon le régime entrepris, et nous avons tenu compte durant tous nos essais du contrôle de la température ainsi que de la protection des alliages à l'oxydation aux états liquide et pâteux.

Différentes relations ont relié la viscosité apparente aux conditions opératoires, mais ce qui nous a attiré le plus est l'évolution de la microstructure des alliages durant le forgeage. Le phénomène de ségrégation de la phase liquide est un des problèmes qui surviennent lors de la mise en forme à bas taux de cisaillement. D'un point de vue phénoménologique, la ségrégation dépendra de la nature même de la microstructure, du cisaillement induit lors du forgeage ainsi que de la fraction solide.

## ABSTRACT

The rheological characterization of magnesium alloys has been successfully studied with both Couette and Squeezing Flow viscometers. With these two devices, the apparent viscosity was determined using different cooling rates and different shear rates. The microstructural evolution from dendritic to globular has a significant impact on the rheological behaviour of the slurry since the dendritic network is transformed into spherical solid particles with increasing shear rate, reduces the specific area.

Two magnesium alloys were tested : AZ91D which is the most common casting alloy and AJ62x due to its good creep resistance.

Several shear regimes were chosen using the Couette rheometer in order to identify the rheological behaviour of the magnesium alloy at semi-solid state. The continuous cooling tests describe the evolution of the apparent viscosity during the solidification. This regime was used to evaluate the structural changes during solidification as a function of shear rate and rate of temperature decrease. For isothermal tests at constant shear rates in the semi-solid state, it was shown that the apparent viscosity decreases with time, characteristic of a thixotropic behaviour which also depends on the intensity of shearing. The evolution of the microstructure during this regime was also observed, starting from the initial agglomerated structure to the regularly distributed smaller particles. The shear step change tests applied on the semi-solid alloys describe the evolution with abrupt change in shear rate, simulating the condition when the slurry is injected in a complex mould. This study shows that the slurry exhibits quasi-newtonian behaviour at high shear rates. The last regime tested using the Couette rheometer consists of the continuous change of the shear rate for isothermal (constant solid fraction) conditions. Hysteresis loops of increasing and decreasing shear rates were generated. The results showed that the level of thixotropy depends on initial conditions such as the time to reach the maximum shearing and the time of rest before shearing.

During the squeezing flow tests in the semi-solid state used for higher solid fraction, a segregation of the liquid phase is observed for dendritic alloys. Samples with a rheocast structure have a better distribution of solid particles during squeezing flow. The segregation of liquid and solid phases was investigated by determining the local solid fraction in the sample, as a function of radial position.

## TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACES.....	iv
REMERCIEMENTS.....	v
RÉSUMÉ.....	vi
ABSTRACT.....	vii
TABLE DES MATIÈRES.....	ix
LISTE DES TABLEAUX.....	xiv
LISTE DES FIGURES.....	xv
LISTES DE NOTATIONS ET DES SYMBOLES.....	xxii
LISTE DES ANNEXES.....	xxx
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE.....	4
1.1 Généralités.....	4
1.2 Bases théoriques.....	4
1.2.1 Fondements thermodynamiques des alliages de magnésium.....	4
1.2.2 Matériaux d'études.....	5
1.2.3 La classe Mg-Al-Zn.....	7
1.2.3.1 La solidification des alliages AZ91.....	7
1.2.3.2 Microstructure de l'alliage AZ91.....	13
1.2.4 La classe Mg-Al-RE(Terres rares).....	15
1.2.5 Ségrégation du soluté.....	18

1.2.6	Mécanismes d'obtention de la structure rhéocoulée.....	21
1.3	Procédés d'obtention d'une structure rhéocoulée.....	28
1.3.1	Le rhéomètre de Couette.....	28
1.3.2	Le brassage électromagnétique en rotation.....	29
1.3.3	Le procédé de déformation ou SIMA.....	30
1.4	Procédés modernes.....	30
1.4.1	Le procédé de rhéomoulage en continu : NRC.....	30
1.4.2	Procédé SEED.. ..	31
1.4.3	Le procédé de thixomoulage (Thixomolding®).....	32
1.5	Comportement des alliages semi-solides lors de la mise en forme.....	37
1.5.1	Comportement des gelées Mg-Al lors du thixomoulage® .....	38
1.5.1.1	Ségrégation de la phase liquide lors du thixomoulage® .....	40
1.5.1.2	Relations Micro-Macro adaptées au thixomoulage® .....	46
1.5.1.3	Essai de traction sur l'alliage AZ91D.....	48
1.5.1.4	Produits du thixomoulage® .....	51
1.5.2	Comportement des gelées au forgeage.....	55
1.6	Comportement rhéologique des alliages à l'état semi-solide.....	73
1.6.1	Rhéométrie Couette lors du refroidissement continu.....	73
1.6.2	Rhéométrie Couette lors du maintien isotherme.....	76
1.6.2.1	Modélisation du comportement durant le régime isotherme à vitesse de cisaillement constante.....	82

1.6.2.2	Modélisation du comportement durant le régime isotherme à vitesse de cisaillement variable et discontinue.....	87
1.6.2.3	Modélisation du comportement durant le régime isotherme à vitesse de cisaillement variable et continue.....	90
1.6.3	Comportement rhéologique au forgeage.....	96
1.6.3.1	Le modèle newtonien.....	96
1.6.3.2	Le modèle à loi de puissance.....	101
CHAPITRE 2 PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE.....		105
1.1	Matériels et méthodes.....	105
1.1.1	Introduction.....	105
1.1.2	Rhéométrie Couette adaptée aux alliages de magnésium.....	107
1.1.2.1	Le rhéomètre de Couette.....	107
1.1.2.2	Choix des agitateurs.....	109
1.1.3	Conditions particulières.....	112
1.1.3.1	Calibration du rhéomètre.....	113
1.1.3.2	Régimes imposées à l'alliage AZ91.....	117
1.1.3.2.1	Régime de refroidissement continu.....	117
1.1.3.2.2	Le régime isotherme et à vitesse de cisaillement constante.....	120
1.1.3.2.3	Le régime isotherme et à vitesse de cisaillement transitoire et discontinue.....	122



1.1.3.2.4	Le régime isotherme et à vitesse de cisaillement transitoire et continue.....	124
1.1.3.3	Rhéométrie au four à plateaux parallèles.....	126
1.1.3.4	Analyses d'images.....	128
CHAPITRE 3 RÉSULTATS ET DISCUSSION.....		131
1.1	Modélisation des diagrammes de phase des alliages de magnésium dans le coin riche en magnésium.....	131
1.2	Comportement rhéologique de l'alliage AZ91D au refroidissement continu.	133
1.3	Comportement rhéologique de l'alliage AZ91D au régime isotherme et à vitesse de cisaillement constante.....	142
1.3.1	Cinétique de dégradation.....	151
1.3.2	Modélisation du comportement à basse vitesse de cisaillement.....	154
1.4	Comportement de l'alliage AZ91D au régime isotherme et transitoire.....	159
1.4.1	Cas de la vitesse de cisaillement transitoire et discontinue.....	159
1.4.2	Cas de la vitesse de cisaillement transitoire et continue.....	163
1.5	Comportement des alliages de magnésium mis en forme au rhéomètre à plateaux parallèles.....	168
1.5.1	Forgeage de l'alliage AZ91D à l'état dendritique.....	169
1.5.1.1	Forgeage de l'alliage AZ91D- $f_s=37\%$ et $\sigma_o=40$ kPa.....	170
1.5.1.2	Forgeage de l'alliage AZ91D- $f_s=37\%$ et $\sigma_o=80$ kPa.....	178
1.5.2	Forgeage de l'alliage AZ91D à l'état rhécoulé.....	183
1.5.2.1	Forgeage de l'alliage AZ91D- $f_s=37\%$ et $\sigma_o=16$ kPa.....	183

1.5.2.2	Forgeage de l'alliage AZ91D- $f_s=37\%$ et $\sigma_o=40$ kPa.....	187
1.5.2.3	Forgeage de l'alliage AZ91D- $f_s=45\%$ et $\sigma_o=40$ kPa.....	190
1.5.3	L'alliage AJ62x avec $f_s=30\%$ .....	193
1.5.3.1	Forgeage de l'alliage AJ62x dendritique à $f_s=30\%$ et $\sigma_o=16$ kPa.....	193
1.5.3.2	Forgeage de l'alliage AJ62x rhéocoulé à $f_s=30\%$ et $\sigma_o=40$ kPa.....	198
1.5.4	Comparaison à deux niveaux de cisaillement.....	202
1.6	Aspect rhéologique.....	205
1.6.1	Le modèle newtonien.....	205
1.6.2	Le modèle à loi de puissance.....	211
CONCLUSION.....		214
RECOMMANDATIONS.....		220
RÉFÉRENCES.....		221
ANNEXES.....		227

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1	Composition chimique des alliages de magnésium.....	7
Tableau 1.2	Température des liquidus et solidus de l'alliage AZ91D.....	10
Tableau 1.3	Séquence de solidification de l'alliage AZ91D.....	14
Tableau 1.4	Désignation du profil de vitesse d'injection pour l'alliage AZ91D thixomoulé.....	38
Tableau 1.5	Désignation du profil de température et des températures d'essai.....	39
Tableau 1.6	Nomenclature des échantillons pour l'alliage AZ91D thixomoulé.....	39
Tableau 1.7	Paramètres stéréologique de la phase primaire et de l'eutectique.....	46
Tableau 1.8	Effet des paramètres d'élaboration sur les propriétés stéréologiques.....	54
Tableau 1.9	Comparaison entre déformation et résistance.....	62
Tableau 1.10	Viscosité de quelques matériaux fluides présentant un comportement fluidisant.....	81
Tableau 1.11	Composition chimique (% massique) du composite Gra-Ni <sup>®</sup> 10S4G...	84
Tableau 2.1	Composition chimique des alliages d'étude.....	105
Tableau 2.2	Propriété des huiles standards de calibration.....	112
Tableau 2.3	Valeurs des paramètres de l'équation 2.4, selon le diamètre intérieur du creuset.....	115
Tableau 3.1	Valeur expérimentales du temps $\Delta t_1$ et des plateaux des viscosités Apparentes pour différentes vitesses cisaillement.....	149
Tableau 3.2	Valeur des constantes cinétiques $k_{D1}$ et $k_{D2}$ .....	158
Tableau 3.3	Comparaison entre les valeurs expérimentales des paramètres $m$ et $n$ calculés pour différents alliages.....	210

## LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 Nomenclature ASTM pour les alliages de magnésium.....	5
Figure 1.2 Diagramme Al-Mg modélisé avec $F^*A^*C^*T$ .....	6
Figure 1.3 Détermination du liquidus de l'alliage AZ91D.....	8
Figure 1.4 Courbe de refroidissement et sa dérivée pour l'alliage AZ91D.....	9
Figure 1.5 Isoplèthe du système Mg-Al à 1%Zn.....	10
Figure 1.6 Évolution de la fraction solide en fonction de la température pour les alliages AS21 et AE42.....	12
Figure 1.7 Évolution de la fraction solide en fonction de la température pour les alliages AM60 et AZ91D.....	12
Figure 1.8 Microstructure de l'alliage AZ91D coulé en moule permanent.....	14
Figure 1.9 Courbes de refroidissement de l'alliage AE42.....	17
Figure 1.10 Profil de concentration de l'aluminium dans le grain $\text{®(Mg)}$ .....	19
Figure 1.11 Analogie entre la stratification d'un grain $\text{®(Mg)}$ et son profil de concentration.....	20
Figure 1.12 Modèle de fragmentation proposé par Vogel.....	22
Figure 1.13 Évolution de la morphologie de la structure lors du brassage.....	23
Figure 1.14 Effet du brassage sur la morphologie de la structure de l'alliage Sn- 15%Pb.....	23
Figure 1.15 Structure rhéocoulée d'un alliage Sn-15%Pb.....	24

Figure 1.16 Ségrégation due au piégeage du liquide à l'intérieur du grain $\alpha(\text{Mg})$ de phase primaire.....	25
Figure 1.17 Microstructure d'un alliage Al-Si partiellement refondu.....	26
Figure 1.18 Relation déformation-microstructure de l'alliage A356 forgé.....	27
Figure 1.19 Four à parois rainurées utilisé pour élaborer la structure rhéocoulée.....	28
Figure 1.20 Processus de rhéocoulée par brassage électromagnétique.....	29
Figure 1.21 Le procédé de rhéomoulage en continu : NRC.....	31
Figure 1.22 Le procédé SEED.....	32
Figure 1.23 Montage général du thixomoulage®.....	33
Figure 1.24 Processus d'injection. Vue détaillée.....	35
Figure 1.25 Effet de la vitesse d'injection sur le volume de la fraction primaire $\alpha(\text{Mg})$ .....	40
Figure 1.26 Effet du profil de température sur la résistance à la rupture.....	41
Figure 1.27 Effet de la vitesse d'injection sur la résistance à la rupture.....	42
Figure 1.28 Micrographies des échantillons thixomoulés.....	45
Figure 1.29 Micrographies des échantillons thixomoulés (suite).....	45
Figure 1.30 Morphologie de l'eutectique en fonction de la fraction solide totale.....	47
Figure 1.31 Résistance à la traction de l'alliage AZ91D.....	49
Figure 1.32 Élongation des éprouvettes d'AZ91D thixomoulées.....	50
Figure 1.33 Cadre d'un téléphone cellulaire fabriqué par thixomoulage®.....	51
Figure 1.34 Boîtier d'un ordinateur portable fabriqué par thixomoulage®.....	52
Figure 1.35 Boîtier d'une vidéocaméra en alliage par thixomoulage®.....	53
Figure 1.36 Bloc de tableau de bord de véhicule de marque GM.....	53

Figure 1.37 Moule pour l'essai de forgeage.....	56
Figure 1.38 Évolution entre la charge et le parcours du piston.....	57
Figure 1.39 Microstructures du lingot Al-4.5%Cu forgé.....	59
Figure 1.40 Teneur en cuivre dans différentes zones d'un lingot forgé à 40mm/s.....	60
Figure 1.41 Teneur en cuivre dans différentes zones d'un lingot forgé à 2.5m/s.....	61
Figure 1.42 Comparaison entre les courbes contrainte-déformation d'un alliage Sn- 15%Pb.....	63
Figure 1.43 Courbe déformation-temps. Alliage Sn-15%Pb non-dendritique.....	64
Figure 1.44 Dispositif expérimental pour l'essai de forgeage.....	66
Figure 1.45 Microstructures de l'alliage A356 rhéocoulé.....	67
Figure 1.46 Distribution radiale de la fraction liquide.....	68
Figure 1.47 Courbe déformation-temps dans le cas de l'alliage Sn-15%Pb à l'état dendritique.....	70
Figure 1.48 Microstructure des éprouvettes de GrA-Ni <sup>®</sup> -6S3G dendritiques.....	71
Figure 1.49 Microstructures des éprouvettes de GrA-Ni <sup>®</sup> -6S3G rhéocoulées.....	72
Figure 1.50 Évolution de la viscosité apparente de l'alliage Sn-15%Pb.....	75
Figure 1.51 Comportement rhéo-fluidisant de l'alliage Al-6.5%Si à l'état semi-solide...	77
Figure 1.52 Amas de particules sous forme de rosettes ou de sphéroïdes.....	78
Figure 1.53 Viscosité apparente versus vitesse de cisaillement de l'alliage Al-6.5%Si...	78
Figure 1.54 Effet du temps de repos sur l'allure de la boucle d'hystérésis.....	80
Figure 1.55 Évolution de la viscosité apparente ' du régime stationnaire.....	81

Figure 1.56 Comportement rhéologique d'une gelée semi-solide, selon le modèle de Moon.....	84
Figure 1.57 Évolution de la constante de dissociation en fonction de la vitesse de cisaillement.....	86
Figure 1.58 Variation de contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement.....	88
Figure 1.59 Courbe du processus stationnaire à régime transitoire pour l'alliage A356..	89
Figure 1.60 Profils de température et de vitesse de cisaillement durant une boucle d'hystérésis.....	90
Figure 1.61 Effet de la vitesse de cisaillement initiale sur l'allure des boucles d'hystérésis.....	93
Figure 1.62 Effet du temps de repos $t_r$ sur l'allure de la boucle d'hystérésis.....	94
Figure 1.63 Comparaison entre les résultats expérimentaux et la modélisation des boucles d'hystérésis.....	95
Figure 1.64 Test de compression au rhéomètre à plateaux parallèles.....	96
Figure 1.65 Tracé de l'équation 1.22 dans le cas de l'alliage Sn-15%Pb non-dendritique.....	97
Figure 1.66 Évolution de la viscosité instantanée en fonction de la vitesse de cisaillement pour l'alliage Sn-15%Pb dendritique.....	100
Figure 1.67 Évolution de la viscosité instantanée en fonction de la vitesse de cisaillement pour l'alliage Sn-15%Pb non-dendritique.....	100
Figure 1.68 Évolution du paramètre $m$ en fonction de la fraction solide.....	104

Figure 1.69 Évolution du paramètre $n$ en fonction de la fraction solide.....	104
Figure 2.1 Isoplèthe du système Mg-Al-Zn à 1%Zn calculé avec F*A*C*T.....	106
Figure 2.2 Schéma détaillé du montage adapté à la rhéométrie Couette.....	108
Figure 2.3 Position de l'agitateur dans le creuset.....	110
Figure 2.4 Schémas des agitateurs utilisés.....	111
Figure 2.5 Schémas détaillés du creuset.....	114
Figure 2.6 Courbe de calibration pour l'agitateur hélicoïdal.....	116
Figure 2.7 Représentation schématique du refroidissement continu.....	119
Figure 2.8 Évolution du cisaillement durant le refroidissement continu.....	119
Figure 2.9 Représentation schématique du régime isotherme et à cisaillement constant.....	121
Figure 2.10 Évolution du cisaillement durant le régime isotherme et à cisaillement constant.....	121
Figure 2.11 Séquence de vitesse de cisaillement durant le régime isotherme à vitesse de cisaillement transitoire et discontinue.....	123
Figure 2.12 Évolution de la vitesse de cisaillement durant le régime isotherme à vitesse de cisaillement transitoire et continue.....	125
Figure 2.13 Schéma détaillé du four à plateaux parallèles.....	127
Figure 2.14 Exemples de microstructure de l'alliage AZ91D avec $f_s=37\%$ .....	128
Figure 2.15 Détermination du diamètre d'une particule.....	129
Figure 2.16 Découpage de l'échantillon forgé au four à plateaux parallèles.....	130
Figure 3.1 Isoplèthe du système Mg-Al-Zn à 2.1%Zn.....	132



Figure 3.2 Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D durant le refroidissement continu.....	135
Figure 3.3 Comparaison entre l'évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D et du composite Gra-Ni® .....	136
Figure 3.4 Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D durant le refroidissement continu pour deux vitesses de cisaillement.....	138
Figure 3.5 Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D durant le refroidissement continu, pour deux vitesses de refroidissement.....	139
Figure 3.6 Reproductibilité des résultats du refroidissement continu de l'alliage AZ91D.....	141
Figure 3.7 Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D à $f_s=37\%$ et $\dot{\gamma}=13s^{-1}$ .....	145
Figure 3.8 Reproductibilité des résultats du comportement thixotrope de l'alliage AZ91D.....	146
Figure 3.9 Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D à $f_s=37\%$ et $\dot{\gamma}=26s^{-1}$ .....	147
Figure 3.10 Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D à $f_s=37\%$ et $\dot{\gamma}=52s^{-1}$ .....	148
Figure 3.11 Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D à $f_s=37\%$ et $\dot{\gamma}=104s^{-1}$ .....	149
Figure 3.12 Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D à $f_s=37\%$ pour différents cisaillements.....	150

Figure 3.13 Évolution de la constante de dissociation $K_D$ en fonction de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ .....	152
Figure 3.14 Comparaison entre les évolutions de la viscosité pour l'alliage AZ91D et le composite GrA-Ni <sup>®</sup> .....	153
Figure 3.15 Modèle de l'évolution initiale de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D pour $f_s=37\%$ et $\dot{\gamma}=26s^{-1}$ .....	156
Figure 3.16 Modèle de l'évolution finale de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D pour $f_s=37\%$ et $\dot{\gamma}=26s^{-1}$ .....	157
Figure 3.17 Décomposition du comportement thixotrope de l'alliage AZ91D, cisailé à $\dot{\gamma}=26s^{-1}$ .....	158
Figure 3.18 Évolution de la viscosité apparente $\eta'$ en fonction du temps durant le régime de Step Change.....	161
Figure 3.19 Évolution du saut de viscosité au changement brute de cisaillement.....	162
Figure 3.20 Boucles d'hystérésis obtenues sur l'alliage AZ91D selon trois temps de montée.....	164
Figure 3.21 Comparaison entre les boucles d'hystérésis de l'alliage AZ91D et du composite GrA-Ni <sup>®</sup> 6S3G.....	166
Figure 3.22 Influence du temps de repos $t_r$ sur les boucles d'hystérésis.....	167
Figure 3.23 Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D dendritique.....	173
Figure 3.24 Microstructures au cœur, au milieu et à la périphérie des pastilles d'alliage AZ91D dendritique forgées sous $\sigma_o=40$ kPa.....	174

Figure 3.25 Densités du magnésium et de l'alliage AZ91D en fonction de la température.....	176
Figure 3.26 Déformation de l'alliage AZ91D au forgeage selon la fraction solide initiale.....	177
Figure 3.27 Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D dendritique.....	180
Figure 3.28 Microstructures du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AZ91D dendritique forgées sous $\sigma_o=80$ kPa.....	181
Figure 3.29 Comparaison entre les tailles des particules pour le forgeage de l'alliage AZ91D dendritique.....	182
Figure 3.30 Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D rhéocoulé.....	184
Figure 3.31 Comparaison entre l'évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D pour deux états structuraux.....	185
Figure 3.32 Microstructures du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AZ91D rhéocoulé forgées sous $\sigma_o=16$ kPa.....	186
Figure 3.33 Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D rhéocoulé, $f_s=37\%$ - $\sigma_o=40$ kPa.....	188
Figure 3.34 Microstructures du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AZ91D rhéocoulé forgées sous $\sigma_o=40$ kPa.....	189
Figure 3.35 Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D à l'état rhéocoulé, $f_s=45\%$ et $\sigma_o=40$ kPa.....	191

Figure 3.36 Microstructures du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AZ91D rhéocoulé, $f_s=45\%$ et forgées sous $\sigma_o=40$ kPa.....	192
Figure 3.37 Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AJ62x, $f_s=30\%$ - $\sigma_o=16$ kPa.....	194
Figure 3.38 Microstructure du cœur à la périphérie des pastilles écrasées d'alliage AJ62x dendritique, $f_s=30\%$ et forgées sous $\sigma_o=16$ kPa.....	195
Figure 3.39 Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AJ62x, $f_s=30\%$ - $\sigma_o=40$ kPa.....	196
Figure 3.40 Microstructure du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AJ62x, $f_s=30\%$ et forgées sous $\sigma_o=40$ kPa.....	197
Figure 3.41 Reproductibilité de l'essai de forgeage sur l'alliage AJ62x avec $f_s=30\%$ sous $\sigma_o=40$ kPa.....	199
Figure 3.42 Microstructure du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AJ62x rhéocoulé, $f_s=30\%$ et forgées sous $\sigma_o=40$ kPa.....	200
Figure 3.43 Comparaison entre les tailles des particules des alliages AZ91D et AJ62x à l'état rhéocoulé.....	201
Figure 3.44 Comparaison entre les microstructures de l'alliage AZ91D dendritique et forgé à deux taux de cisaillement.....	203
Figure 3.45 Comparaison entre les microstructures de l'alliage AZ91D rhéocoulé forgé à deux taux de cisaillement.....	204
Figure 3.46 Comparaison entre les microstructures de l'alliage AJ62x dendritique et forgé à deux taux de cisaillement.....	204

Figure 3.47 Comparaison entre les microstructures des alliages AZ91D et AJ62x rhéocoulés et forgés sous $\sigma_0=40$ kPa.....	205
Figure 3.48 Évolution de la viscosité instantanée en fonction de la vitesse de cisaillement pour l'alliage AZ91D.....	208
Figure 3.49 Évolution de la viscosité instantanée en fonction de la vitesse de cisaillement pour les alliages AZ91D et AJ62x.....	209
Figure 3.50 Comparaison entre les viscosités instantanées en fonction de la vitesse de cisaillement pour l'alliage AZ91D rhéocoulé.....	210
Figure 3.51 Évolution du comportement de l'alliage AZ91D à différentes vitesses de cisaillement, comparée à celle du Gra-Ni <sup>®</sup> .....	213
Figure I.1 Recommandation - 1ère étape.....	227
Figure I.2 Recommandation - 2ème étape.....	228
Figure I.3 Recommandation - 3ème étape.....	229
Figure II.1 Détermination par F*A*C*T du liquidus de l'alliage AZ91D.....	233
Figure II.2 Détermination par F*A*C*T du solidus de l'alliage AZ91D.....	234
Figure II.3 Détermination par F*A*C*T de la température d'apparition de la phase $\chi(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ pour l'alliage AZ91D.....	235
Figure II.4 Compilation par F*A*C*T pour l'alliage AZ91D à T=579°C.....	236
Figure II.5 Compilation par F*A*C*T pour l'alliage AZ91D à T=580°C.....	237
Figure II.6 Compilation par F*A*C*T pour l'alliage AZ91D à T=581°C.....	238
Figure II.7 Compilation par F*A*C*T pour l'alliage AZ91D à T=582°C.....	239
Figure II.8 Compilation par F*A*C*T pour l'alliage AZ91D à T=573°C.....	240

Figure II.9 Détermination par F*A*C*T du liquidus de l'alliage AZ91D à 9.7%Al et 1.0%Zn.....	241
Figure II.10 Détermination par F*A*C*T du solidus de l'alliage AZ91D à 9.7%Al et 1.0%Zn.....	242
Figure II.11 Détermination par F*A*C*T de la température d'apparition de la phase $\chi(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ pour l'alliage AZ91D à 9.7%Al et 1.0%Zn.....	243
Figure II.12 Compilation par F*A*C*T pour l'alliage AZ91D à 9.7%Al et 1.0%Zn à $T=580^\circ\text{C}$ .....	244
Figure II.13 Détermination par F*A*C*T du liquidus de l'alliage AZ91D à 8.3%Al et 0.35%Zn.....	245
Figure II.14 Détermination par F*A*C*T du solidus de l'alliage AZ91D à 8.3%Al et 0.35%Zn.....	246
Figure II.15 Détermination par F*A*C*T de la température d'apparition de la phase $\chi(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ pour l'alliage AZ91D à 8.3%Al et 0.35%Zn.....	247
Figure II.16 Compilation par F*A*C*T pour l'alliage AZ91D à 8.3%Al et 0.35%Zn à $T=580^\circ\text{C}$ .....	248
Figure III.1 Clemex - Chargement de l'image.....	249
Figure III.2 Clemex - Changement de couleur de la phase liquide.....	250
Figure III.3 Clemex - Inversion des couleurs des phases solide et liquide.....	251
Figure III.4 Clemex - Suppression des particules de taille négligeable.....	252
Figure III.5 Clemex - Remplissage du vide dans la particule solide.....	253
Figure III.6 Clemex - Traçage de la zone d'étude.....	254

Figure III.7 Clemex - Choix des paramètres $D_m$ et $f_{sl}$ .....	255
Figure III.8 Clemex - Fin du programme d'analyse d'image.....	256

## LISTE DES NOTATIONS ET DES SYMBOLES

$A$ :	surface de la particule de phase primaire $\alpha(\text{Mg})$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
$C$ :	couple de torsion [ $\text{N.m}$ ]
$D_m$ :	taille moyenne des particules
$f_s$ :	fraction solide
$f_{sl}$ :	fraction solide locale
$F$ :	force appliquée par la masse lors de l'essai de forgeage [ $\text{N}$ ]
${}^{\circ}G_i^{\phi}(T)$ :	énergie de Gibbs de l'élément $i$ [ $\text{J}$ ]
$h$ :	longueur du cylindre mouillé par l'alliage semi-solide [ $\text{m}$ ]
$h_o$ :	hauteur initial de l'échantillon cylindrique de forgeage [ $\text{m}$ ]
${}^{\circ}H_i^{\phi}(298.15 \text{ K})$ :	enthalpie à l'état standard de l'élément $i$ [ $\text{J}$ ]
$k$ :	conductivité thermique [ $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ]
$K$ :	coefficient de partage dans l'équation de Scheil
$K_D$ et $K_A$ :	constantes cinétiques de dissociation et d'agglomération respectivement
$L$ :	périmètre de la particule de phase primaire $\alpha(\text{Mg})$ [ $\mu\text{m}$ ]
$m$ :	degré de consistance du fluide
$M$ :	masse appliquée lors du forgeage $\text{kg}$
$N$ :	nombre de tours par minute [ $\text{tr/min}$ ]
$p$ et $q$ :	les ordres respectifs de dissociation de d'agglomération dans l'équation de Lapassin [14] de ces processus
$P$ :	pression instannée lors du forgeage [ $\text{Pa}$ ]
$P_o$ :	nombre de puissance
$P_T$ :	force du couple de torsion [ $\text{N}$ ]
$r$ :	distance radiale de l'échantillon cylindrique de forgeage [ $\text{m}$ ]
$r_a$ :	rayon de l'agitateur cylindrique [ $\text{m}$ ]
$r_c$ :	rayon du creuset [ $\text{m}$ ]



$R_e$ :	nombre de Reynolds
$S$ :	surface de l'échantillon sur laquelle s'applique la charge imposée [m <sup>2</sup> ]
$S_o$ :	surface initiale de l'éprouvette cylindrique de forgeage [m <sup>2</sup> ]
$t$ :	temps [s]
$T$ :	température d'essai [K]
$T_E$ :	température eutectique [K]
$T_f$ :	température de fusion [K]
$T_L$ :	température du liquidus [K]
$T_L^o$ :	température du liquidus aux conditions d'équilibre [K]
$T_s$ :	température du solidus [K]
$v_r$ :	vitesse radiale d'écrasement des pastilles cylindriques lors du forgeage [m.s <sup>-1</sup> ]
$V$ :	volume de l'échantillon [m <sup>3</sup> ]
$V_o$ :	volume initial de l'échantillon [m <sup>3</sup> ]
$V_t$ :	volume de l'échantillon de forgeage à l'instant t [m <sup>3</sup> ]
$X$ :	nombre de moles d'un composant donné [Moles]
$x_i$ :	fraction molaire du composant $i$ avec $\sum_i x_i = 1$ .
$z$ :	demi-hauteur de l'échantillon cylindrique de forgeage [m]
$\alpha$ :	phase solide primaire dans la riche en magnésium du diagramme de phase Mg-Al
$\epsilon$ :	déformation instantannée lors du forgeage
$\phi$ :	fraction volumique de la phase solide
$\dot{\gamma}$ :	vitesse de cisaillement [s <sup>-1</sup> ]
$\dot{\gamma}^*$ :	vitesse de brassage qui caractérise la transition entre le comportement en loi puissance et celui du fluide newtonien [s <sup>-1</sup> ]
$\dot{\gamma}_{moy}$ :	vitesse de cisaillement moyenne [s <sup>-1</sup> ]

$\lambda :$	paramètre de structure d'équilibre en régime stationnaire, qui dépend de la vitesse de cisaillement et de la fraction solide
$\eta :$	viscosité apparente [Pa.s]
$\eta_{\infty} :$	viscosité en régime stationnaire [Pa.s]
$\eta_o :$	viscosité au début de l'essai [Pa.s]
$\eta_r :$	viscosité relative
$\Omega :$	vitesse rotation de l'agitateur [s <sup>-1</sup> ]
$\rho :$	densité de l'alliage d'études [g/cm <sup>3</sup> ]
$\sigma_o :$	contrainte initiale de cisaillement lors du forgeage [Pa]
$\tau :$	contrainte de cisaillement lors du forgeage [Pa]
$\tau_o :$	contrainte initiale de cisaillement lors de l'essai de forgeage [Pa]

## LISTE DES ANNEXES

ANNEXE I	RECOMMANDATIONS.....	225
ANNEXE II	DESCRIPTION DES MODÉLES THERMODYNAMIQUES.....	228
ANNEXE III	ANALYSE D'IMAGES AU CLEMEX® .....	247

## INTRODUCTION

De nos jours, la mise en forme des alliages à l'état semi-solide occupe une place importante dans l'industrie de masse et de pointe. Différentes méthodes se sont avérées fructueuses selon l'alliage et selon la nature du produit fini. Les premiers travaux recensés ont été rapportés par Spencer et *al.*[1] sur l'alliage Sn-15%Pb, et furent exploités pour être améliorés et élargis à d'autres alliages tels que les alliages d'aluminium et de magnésium. Le principal but étant de pouvoir mettre en forme les alliages pâteux, dont la fraction solide est non-négligeable, en abaissant la température d'essai ce qui réduit d'une manière significative les coûts de production.

La solidification des alliages soumis à un brassage continu depuis l'état liquide a conduit à la formation de particules solides de formes globulaires. Les réseaux de dendrites qui jadis caractérisaient la solidification conventionnelle sont donc remplacés par des sphères espacées de taille plus ou moins petites. Il en résulte une viscosité plus faible de plusieurs ordres de grandeur, vue la faible surface spécifique et la mobilité des particules sphériques dans le bain liquide. C'est à partir de cette constatation que les recherches se sont axées vers les techniques de production de structures dites "rhéocoulées", en utilisant des moyens mécaniques, tels que le brassage vigoureux à l'aide d'agitateur, et des moyens chimiques grâce à l'ajout de modificateur de structure.

Les objectifs de notre travail consistent à l'élargissement aux alliages de magnésium AZ91D et AJ62x des études déjà faites sur les alliages Sn-15%Pb et d'aluminium, en ajoutant l'aspect évolution de la microstructure selon le régime entrepris. Pour cela, le présent travail a été divisé en chapitres :

- le chapitre 1 est une revue détaillée de la littérature, partant des premiers travaux effectués par Spencer et *al.*[1] jusqu'à la caractérisation rhéologique et

métallographique des alliages traités. Nous avons également fourni une section traitant les fondements thermodynamiques pour construire les diagrammes de phase dans le coin riche en magnésium;

- le chapitre 2 traite de l'équipement utilisé pour réaliser l'inventaire des traitements thermomécaniques à l'état semi-solide des alliages AZ91D et AJ62x, ainsi que la procédure entreprise pour analyser les observations faites sur les échantillons traités. Le rhéométrie Couette a été largement utilisée pour établir la relation entre les paramètres d'études et la viscosité apparente enregistrée. Quant au rhéomètre à plateaux parallèles, il a fallu choisir le régime adéquat et puiser des échantillons durant leur mise en forme afin d'en déduire par analyse d'image la répartition de la fraction solide, ainsi que la distribution des tailles moyennes des particules;
- le chapitre 3 fait l'inventaire des résultats obtenus selon les régimes thermomécaniques appliqués aux alliages AZ91D et AJ62x, tout en discutant et comparant ceux-ci aux résultats déjà obtenus dans des études précédentes;
- en conclusion, nous résumons le travail qui a été fait, ainsi que les recommandations que nous suggérons et jugeons utiles afin de mieux comprendre le comportement des alliages de magnésium à l'état semi-solide.

Dans cette étude, la même attention a été accordée aux alliages de magnésium aux états dendritique et rhéocoulé. Ainsi, les problèmes de ségrégation de la phase liquide lors de la mise en forme ont pu être expliqués, surtout pour une microstructure initialement dendritique. Nous nous sommes également attardés à la caractérisation rhéologique de l'alliage AZ91D pour différents régimes en faisant varier la vitesse de refroidissement ainsi que la vitesse de cisaillement.

C'est dans ce contexte de relation entre le procédé de fabrication et des pro-

priétés du produit fini que nous avons marqué l'intérêt porté à l'industrie du thixomoulage, qui occupe aujourd'hui une large gamme de produits utilisés quotidiennement. Du boîtier d'ordinateur portatif jusqu'à la pièce automobile, nous voyons bien qu'il se présente comme une alternative à la mise en forme à l'état liquide ou solide, largement répandue depuis longtemps.

---

## CHAPITRE 1

### REVUE DE LA LITTÉRATURE

#### 1.1 Généralités

La découverte de l'évolution structurale des alliages durant la solidification a été mise en évidence dans les travaux de Spencer et *al.*[1]. Les auteurs ont démontré que le brassage vigoureux durant la solidification de l'alliage de Sn-15%Pb ralentissait la croissance de sa viscosité apparente  $\eta$ . Cette proportionnalité était d'autant plus importante, que l'était la vitesse de brassage  $\dot{\gamma}$ . La mise en forme des alliages et composites à l'état semi-solide passe inévitablement par la préparation de la microstructure. Un historique thermo-mécanique s'impose pour améliorer la rentabilité et ce quelque soit le processus de mise en forme adopté. Bien que la panoplie des méthodes d'obtention d'une structure rhéocoulée soit assez large, nous nous contenterons dans cette présente étude d'en citer les plus populaires et utilisées à l'échelle industrielle et expérimentale.

#### 1.2 Bases théoriques

##### 1.2.1 Fondements thermodynamiques des alliages de magnésium

Le magnésium est le métal de fabrication structurale le plus léger ( $\rho=1.74\text{g/cm}^3$ ). Par conséquent, les classes d'alliages obtenus jusqu'aujourd'hui s'avèrent plus légères que les aciers et les alliages d'aluminium, largement utilisés dans l'industrie. Dans le souci d'obtenir des pièces industrielles, voire même des engins

plus légers, l'intérêt accordé aux alliages de magnésium a pris de l'importance, vue les effets globaux liés à la consommation de l'essence consacrée au transport ainsi que l'émission de gaz à effet de serre.

Aujourd'hui, les classes d'alliages de magnésium les plus populaires sont AZ (Mg-Al-Zn), AM (Mg-Al-Mn), AS (Mg-Al-Si) et AE (Mg-Al-RE(*Terres rares*)). Une compréhension des propriétés mécaniques des alliages de magnésium fait appel nécessairement au processus d'élaboration et par conséquent à la solidification.

### 1.2.2 Matériaux d'études

La nomenclature adoptée dans les alliages de magnésium provient des normes ASTM et est décrite comme indiquée sur la figure 1.1 :

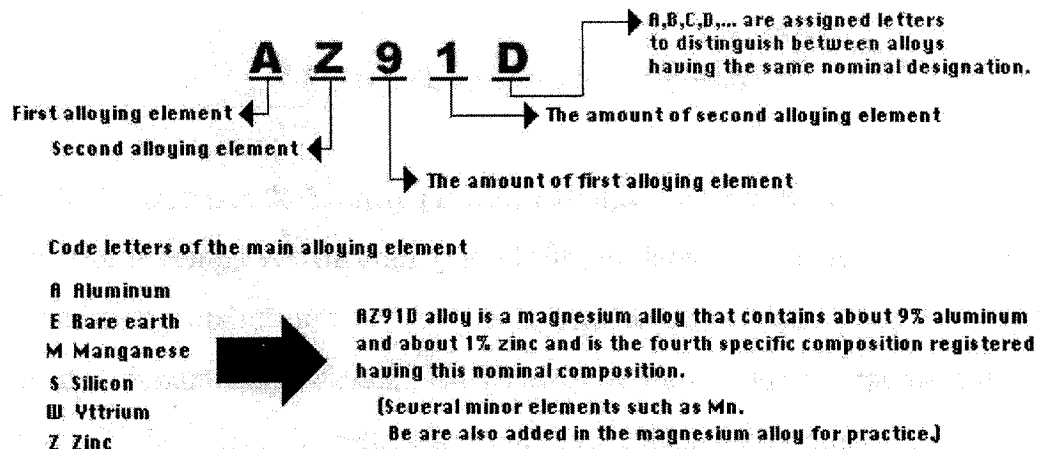


Figure 1.1 - Nomenclature ASTM adoptée pour désigner la composition des alliages de magnésium



Dans cette partie, nous citerons les principaux aspects de la solidification des alliages de magnésium contenant principalement les éléments chimiques cités au tableau 1.1, ainsi que le calcul thermodynamique des diagrammes de phases d'alliages à base de magnésium. À l'annexe II, nous dressons les compilations faites avec le logiciel F\*A\*C\*T sur l'alliage AZ91D ayant les compositions extrêmes citées au tableau 1.1. Les phases et constituants existant dans le système Mg-Al peuvent être visualisés sur le diagramme de phase Mg-Al modélisé avec F\*A\*C\*T, voir figure 1.2. Selon Emley [35], l'ajout de zinc dans ce système n'affecte pas l'allure du diagramme de phase sauf si le rapport Zn:Al dépasse 1:3.

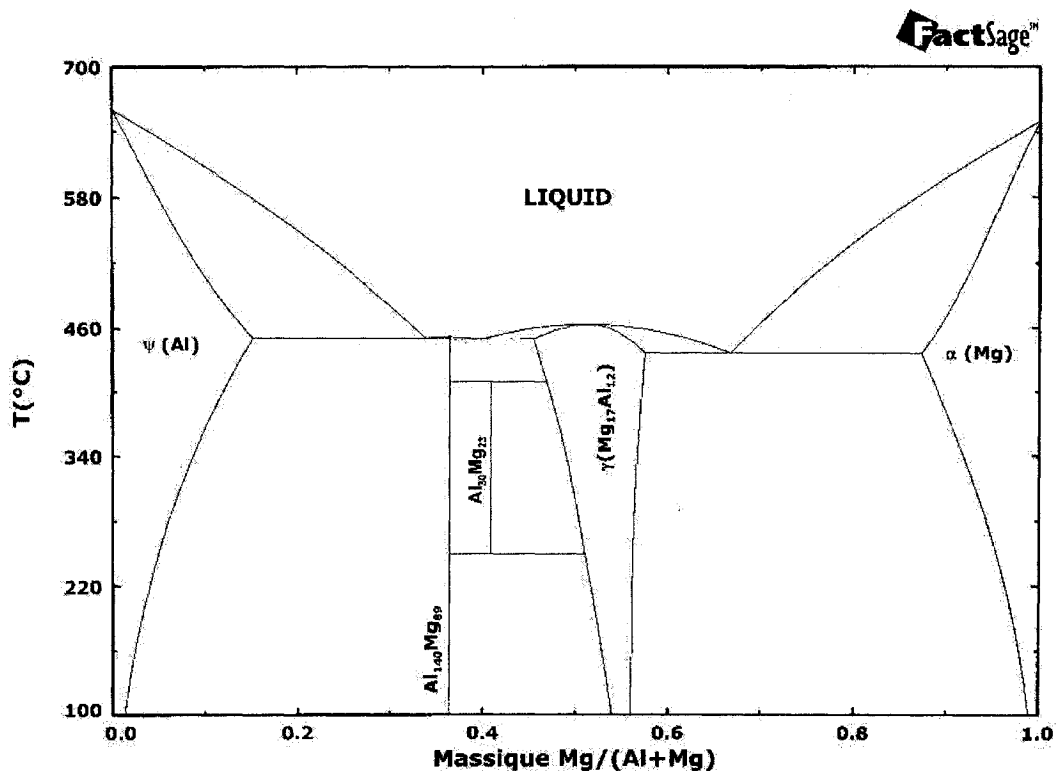


Figure 1.2 - Diagramme Al-Mg modélisé avec F\*A\*C\*T.

Tableau 1.1 - Composition chimique (% massique) en éléments autres que le magnésium de quelques alliages commerciaux de magnésium, [25].

<i>Alliage</i>	<i>Al</i>	<i>Si</i>	<i>Zn</i>	<i>Mn</i>	<i>Mg</i>
<b>AS21</b>	2.0	1.0	0.22	0.3	96.48
<b>AS41</b>	4.0	1.0	0.22	0.3	94.48
<b>AM60B</b>	6.0	0.1	0.22	0.3	96.38
<b>AZ91D</b>	8.3-9.7	0.1max	0.35-1.0	0.15-0.3	88.9-91.1

### 1.2.3 La classe Mg-Al-Zn

#### 1.2.3.1 Solidification des alliages AZ91

D'après le diagramme de Murray [36], la température du liquidus  $T_L$  de l'alliage AZ91 se situe aux environs de 590°C. Ce qui n'est pas tout le temps vérifié par Luo [27]. Ceci est dû aux conditions opératoires telles que la vitesse de refroidissement et également à la nature même des échantillons d'essai. En d'autres termes, pour un même lingot issu de la fonderie, la ségrégation fera en sorte que pour des échantillons puisés de manière aléatoire dans le volume du lingot, les températures du liquidus seront différentes.

En partant de l'équation empirique 1.1 proposée par Luo [27], la température  $T_L^o$  du liquidus aux conditions d'équilibre, soit à  $\dot{T}=0^\circ\text{C/s}$ , est graphiquement égale à 600.3°C :

$$T_L = T_L^o + \alpha \left( \frac{dT}{dt} \right)^{1/2} \quad (1.1)$$

où  $T_L$  est la température du liquidus à un état hors-équilibre, suivant la vitesse imposée, et  $\alpha$  est une constante dépendant de l'alliage.

Luo [27] a trouvé qu'en condition d'équilibre, la température du liquidus est de  $600.3^{\circ}\text{C}$ , comme illustré sur la figure 1.3. Pour une vitesse de refroidissement  $\dot{T}$  égale à  $-0.06^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ , les résultats de Luo [27] confirment l'équation 1.1 et donnent une valeur de la température du liquidus  $T_L$  égale à  $600^{\circ}\text{C}$ , voir figure 1.4. Ce résultat est confirmé dans les calculs effectués par Liu [26] qui trace à la figure 1.5 l'isoplèthe Mg-Al-1%Zn en puisant des données thermodynamiques de la banque de données Calphad. Pour d'autres vitesses de refroidissement, nous dressons sur le tableau 1.2 les différentes valeurs des températures du liquidus  $T_L$  et du solidus  $T_s$ .

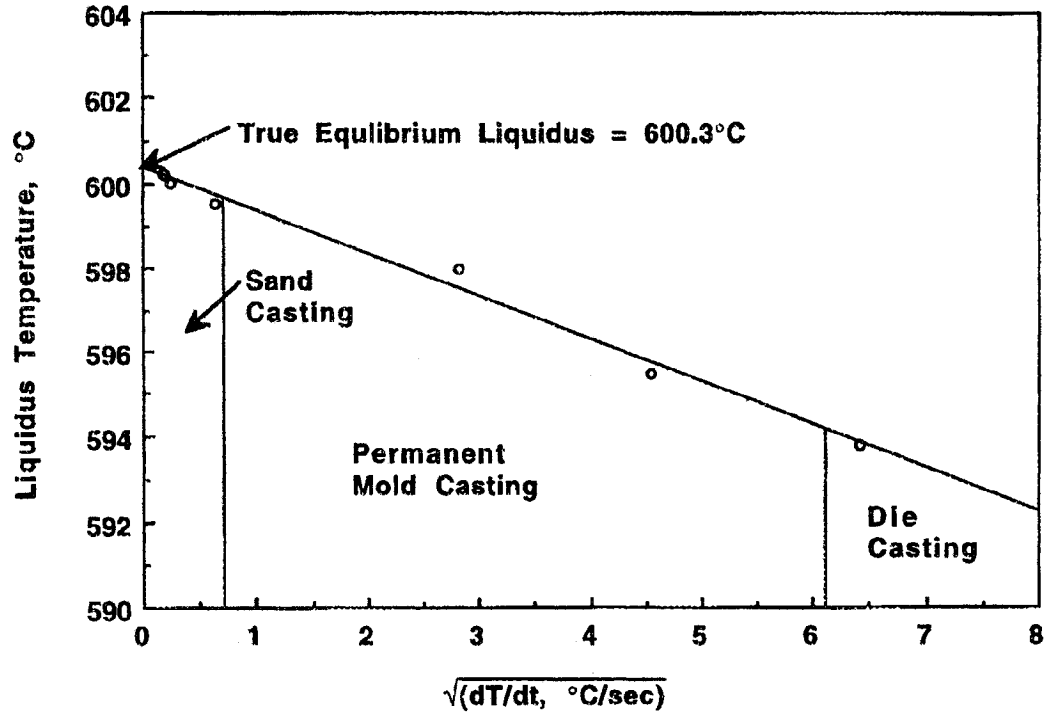


Figure 1.3 - Détermination du liquidus de l'alliage AZ91D, voir équation 1.1 [27].

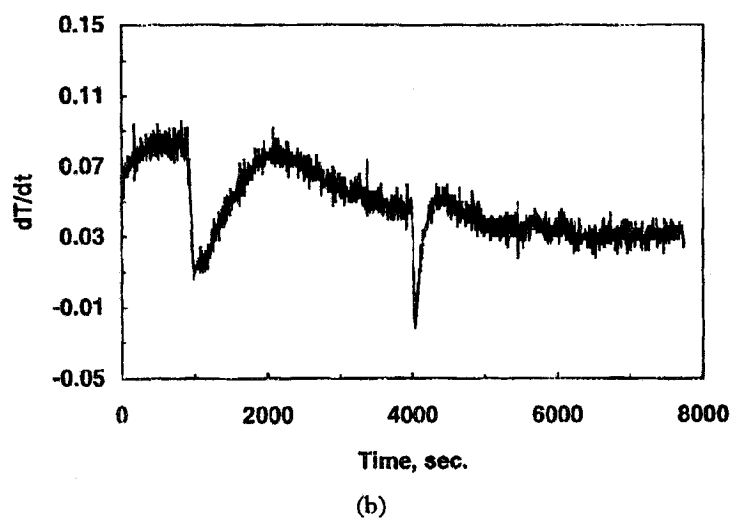
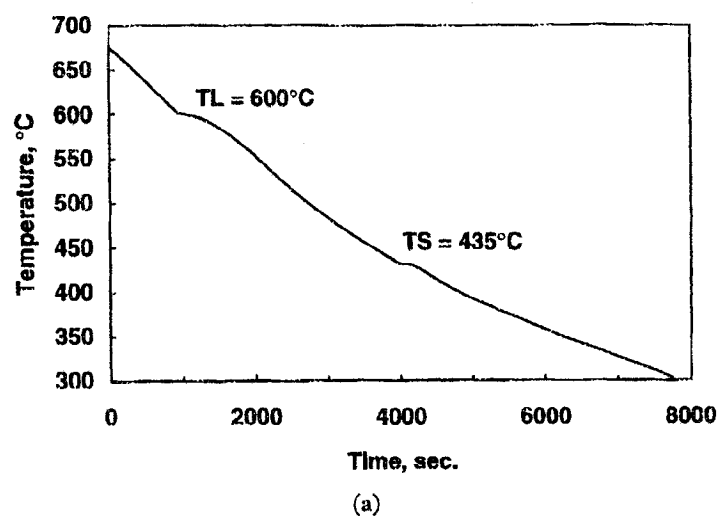


Figure 1.4 - Courbe de refroidissement (a) et sa dérivée (b) pour l'alliage AZ91D solidifié à  $0.06^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ , [27].

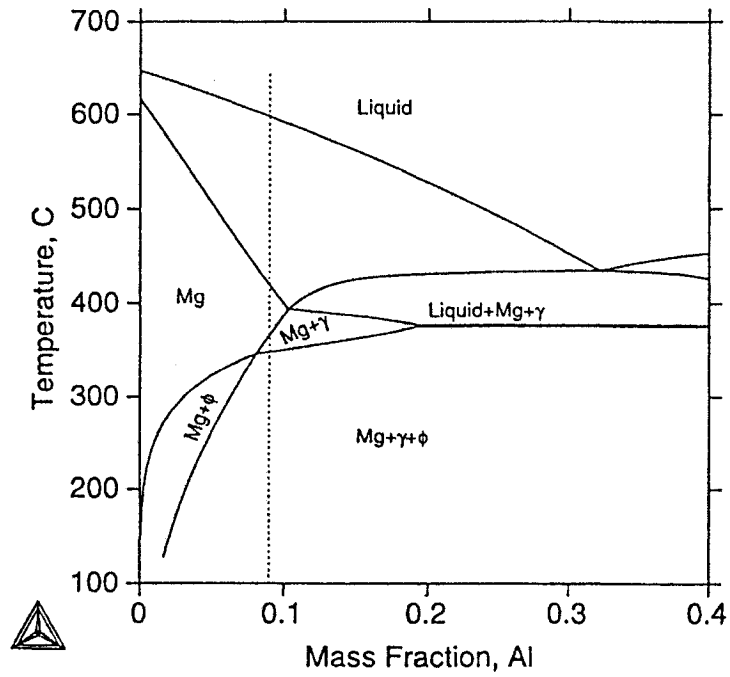


Figure 1.5 - Isoplèthe du système Mg-Al-Zn à 1% Zn (massique). La ligne en pointillé représente l'alliage AZ91D, [26]

Tableau 1.2 - Températures du liquidus et du solidus de l'alliage AZ91D en fonction de la vitesse de refroidissement, [27].

Vitesse de refroidissement ( $^{\circ}\text{C}.\text{s}^{-1}$ )	0.06	7.8	41.1
	<i>Moule en plâtre</i>	<i>Moule en sable</i>	<i>Moulage sous pression</i>
Liquidus ( $T_L, ^{\circ}\text{C}$ )	600	598	593.8
Solidus ( $T_s, ^{\circ}\text{C}$ )	435	428	-

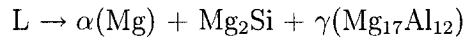
Durant les processus de mise en forme à l'état semi-solide, nous avons tendance à caractériser les gelées en se basant sur la fraction solide. Ceci est rendu possible grâce à l'équation de Scheil :

$$f_s = 1 - \left( \frac{T_f - T}{T_f - T_L} \right)^{\frac{1}{K-1}} \quad (1.2)$$

où  $K$  est le coefficient de partage défini par  $K = \frac{\text{Concentration dans la phase solide}}{\text{Concentration dans la phase liquide}}$ , et qui prend en charge les suppositions suivantes :

- il existe un équilibre local à l'interface solide/liquide;
- il n'y a pas de diffusion à l'état solide;
- le mélange est complet dans le liquide;
- pas de réaction péritectique (pas de refusion).

Sur la figure 1.6, nous illustrons l'allure de la courbe de Scheil pour deux compositions AS21 et AS41, ainsi que les fractions solides à partir desquelles il y a formation de nouvelle phase. Sur la figure 1.7, d'autres courbes de Scheil sont également tracées pour les alliages AM60B et AZ91D. Dans le cas de l'alliage AS41, l'eutectique binaire ( $L \rightarrow \alpha(\text{Mg}) + \text{Mg}_2\text{Si}$ ) commence à 614°C pour une fraction solide de 0.325. L'eutectique ternaire :



quant à lui débute à 432°C pour une fraction solide de 0.959, alors que dans le cas de l'alliage AS21, elle est de 0.981. Nous remarquons que la fraction solide de l'eutectique ternaire dans l'alliage AS41 est plus élevée que dans l'alliage AS21.

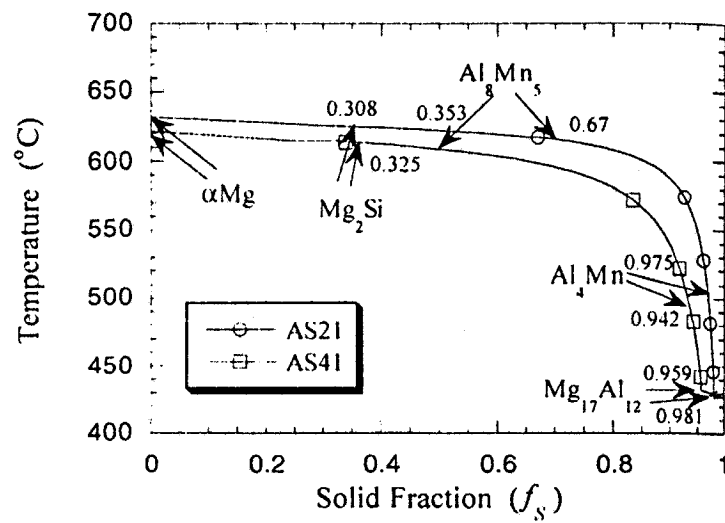


Figure 1.6 - Évolution de la fraction solide en fonction de la température pour les alliages AS21 et AE42, [25].

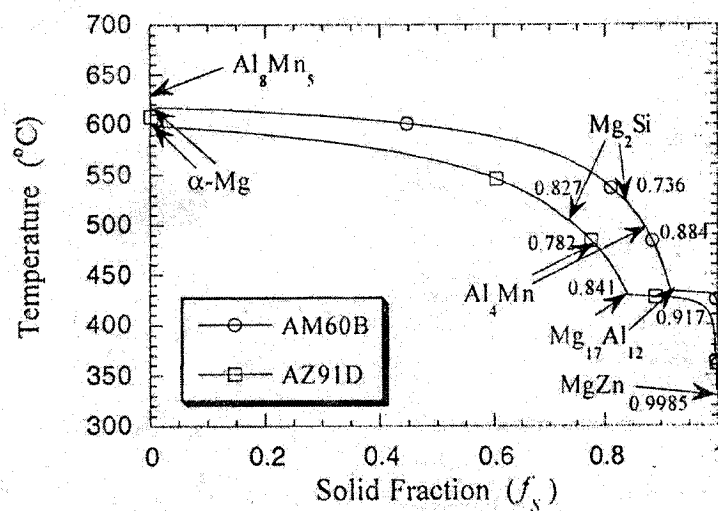


Figure 1.7 - Évolution de la fraction solide en fonction de la température pour les alliages AM60B et AZ91D, [25].

### 1.2.3.2 Microstructure de l'alliage AZ91

Les observations métallographiques effectuées sur les alliages AZ91 révèlent l'étroite relation avec la vitesse de refroidissement. L'aspect partiellement divorcé du constituant eutectique apparaît aux faibles vitesses de refroidissement avec un constituant  $\alpha(\text{Mg}) + \gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  auquel s'ajoute une structure lamellaire de précipité  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ . Quant à la structure pour une vitesse de refroidissement élevée, comme c'est le cas du moulage sous pression, c'est un eutectique complètement divorcé, qui selon Luo [27], apparaît également pour des teneurs faibles en aluminium, qu'on observe avec des grains  $\alpha(\text{Mg})$  entourés de précipités  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ .

Durant la solidification des alliages de magnésium, la première phase à apparaître consiste en des dendrites riches en magnésium. Au fur et à mesure que la solidification progresse, la phase liquide piégée dans l'espace interdendritique s'enrichit en soluté. Les régions interdendritiques et autour des grains de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  observent la ségrégation du soluté étant donné que la diffusion à l'état solide (dans le gain  $\alpha(\text{Mg})$ ) est négligeable devant celle dans le liquide. Par conséquent, la phase intermétallique telle que  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  ainsi que l'eutectique se formeront dans ces zones. Le tableau 1.3 ci-dessous nous résume les étapes de la solidification hors-équilibre dans le cas de l'alliage AZ91D.

La précipitation de l'intermétallique  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  a lieu dans l'espace interdendritique et près des joints de grain, ce qui confère à la classe AZ une faible résistance au fluage. Han et *al.*[25] ont analysé le profil de température dans un grain de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  pour en déduire la température homologue "homologous temperature" du centre à la périphérie du grain. Ils définissent la température homologue comme étant le rapport entre la température d'essai et la température du solidus de l'alliage. Comme le grain grossit pendant la solidification et pendant le maintien, ce rapport a tendance à converger vers 1 au fur et à mesure que le grain grossit.



La micrographie illustrée à la figure 1.8 montre une microstructure type d'un lingot d'alliage AZ91D avec la phase  $\beta$ , que nous avons nommée  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  dans cette présente étude, dans les régions sombres et la phase  $\alpha$  qui sera majoritaire. La phase  $\alpha$  eutectique sera selon Han et *al.*[25] formée aux joints de grains de la phase  $\alpha$  primaire.

Tableau 1.3 - Séquence de solidification de l'alliage AZ91D, [27].

<i>Température (°C)</i>	<i>Transformation</i>
$T_L(601-593^\circ\text{C})$	Début de germination : $L \rightarrow \alpha(\text{Mg}) + L$
$T_L-T_E$	Croissance de la phase $\alpha(\text{Mg})$ : $L \rightarrow \alpha(\text{Mg}) + L$
$T_E(434^\circ\text{C})$	Eutectique divorcé $L \rightarrow \alpha(\text{Mg}) + \gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$

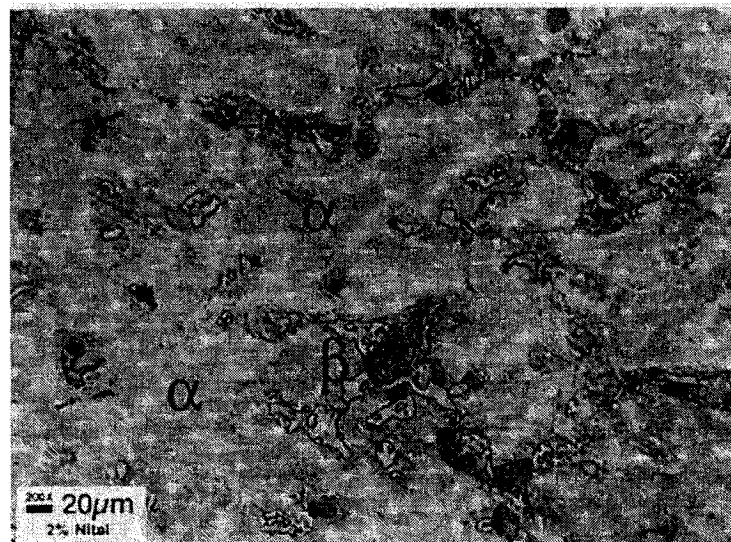


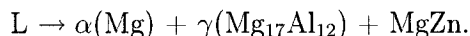
Figure 1.8 - Microstructure de l'alliage AZ91D coulé en moule permanent, [25].

Dans tous les cas de figures, le composé  $\text{Al}_x\text{Mn}_y$  se forme du fait de la présence, même à de faible quantité, de manganèse. Cependant, la transformation la plus visible est la transformation eutectique :



qui a lieu à une fraction solide de 0.917 dans le cas de l'alliage AM60B, et 0.841 dans le cas de l'alliage AZ91D et à une température légèrement supérieure à celle de l'alliage AM60B comme indiquée sur la figure 1.7. D'après les données des deux figures 1.6 et 1.7, nous remarquons que l'alliage AZ91D aura la plus grande quantité d'eutectique de tous les alliages cités sur le tableau 1.1.

Une autre réaction eutectique, sauf qu'elle est très minime, a lieu d'après les observations faites sur la figure 1.7, à 334°C :



Comme cette réaction s'effectue à une fraction solide de 0.9985, elle n'est pas visible sur la micrographie telle qu'illustré sur la figure 1.8. La micrographie de l'alliage AM60B est similaire à celle de l'alliage AZ91D, sauf qu'il y a moins d'eutectique, puisqu'il est moins riche en zinc.

#### 1.2.4 La classe Mg-Al-RE (*Terres rares*)

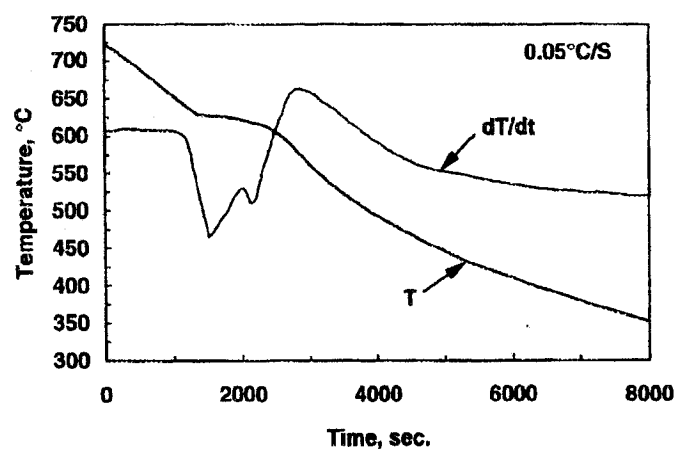
Cette classe a connu un développement notable surtout pour ses propriétés au fluage. La solidification des alliages AE s'avère plus compliquée que celle de la classe AZ du fait qu'elle ne suit pas celle du binaire Mg-Al, à cause de la formation de la phase intermétallique  $\text{Al}_4\text{RE}$ . Sur la figure 1.9, les courbes de refroidissement d'un alliage AE42 suivant deux vitesses de refroidissement sont illustrées avec leurs courbes

dérivées respectives. Cette classe est la plus récente dans la gamme d'alliages de magnésium utilisée pour le moulage sous pression. Les terres rares les plus populaires se retrouvent dans deux minerais, Handbook [21] :

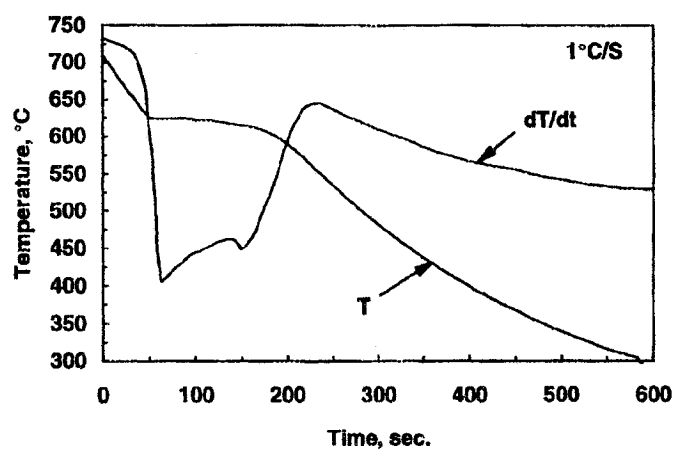
- la bastnasite contenant principalement les éléments lanthane (La), cérium (Ce), Néodyme (Nd) et praséodyme (Pr);
- et la monazite contenant principalement les éléments cérium (Ce), lanthane (La), néodyme (Nd), praséodyme (Pr), gadolinium (Gd) et yttrium (Y).

Selon Luo [27], l'ajout de terre rares s'avère plus fructueux que les autres additions, notamment pour améliorer le comportement au fluage et surtout lorsque la teneur en aluminium est faible. En comparant l'alliage Mg-4%Al et celui d'un alliage de type AE42, nous relevons les températures de transformation en faisant les remarques suivantes :

- L'addition de terre rare dans le binaire Mg-4%Al n'affecte pas trop la température du liquidus.
- L'addition de terre rare dans le binaire Mg-4%Al crée la phase  $Al_4RE$  à des températures voisines de 615°C.
- Il n'y a pas de transformation eutectique mais plutôt formation de  $Al_4RE$  aux joints de grains de la phase  $\alpha(Mg)$ , ce qui améliore les propriétés mécaniques à haute température.



(a)

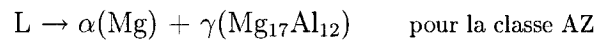


(b)

Figure 1.9 - Courbes de refroidissement de l'alliage AE42 suivant deux vitesses de solidification : (a)  $\dot{T} = -0.05^\circ\text{C/s}$  et (b)  $\dot{T} = -1^\circ\text{C/s}$ , [27].

### 1.2.5 Ségrégation du soluté

Durant la solidification, il y a redistribution du soluté entre les phases formées. Dans le cas des alliages cités ci-dessus, l'aluminium, le zinc et le silicium seront rejetés par la phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  au fur et à mesure de sa croissance. Ceci donnera une distribution du soluté non-uniforme dans le grain  $\alpha(\text{Mg})$ . Comme indiqué sur la figure 1.10, les concentrations en aluminium et en zinc varient dès que l'on quitte le centre du grain jusqu'à sa périphérie. Selon Han et *al.*[25], la fraction solide  $\alpha(\text{Mg})$  atteint son maximum quand débute la transformation eutectique dans l'espace interdendritique. Sur cette figure, nous remarquons une croissance de la teneur en aluminium dans la phase primaire, qui diminue à la transformation eutectique car cette dernière consomme du soluté :



Ceci est illustré dans la figure 1.10 par une diminution de la concentration en aluminium dans la phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  à partir d'une fraction solide supérieure à 0.8 où  $\% \text{Al} (\alpha(\text{Mg})) = 11.7\%$ , soit près de 4.5 fois plus qu'au centre du grain.

D'après Han et *al.*[25], dans le cas des alliages AS, la solubilité du silicium dans la phase  $\alpha(\text{Mg})$  est presque nulle, cependant, pour l'aluminium, un comportement similaire à l'alliage AZ91D est observé. L'auteur ajoute même que la teneur en aluminium dans la phase  $\alpha(\text{Mg})$  est proportionnelle à la concentration de ce soluté dans l'alliage (composition initiale). Pour tous les alliages cités ci-dessus, la phase  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  se forme, mais à différentes fractions solides de la phase primaire. De tous les alliages cités ci-dessus, c'est le AZ91D qui aura le plus de constituant eutectique, puisque la teneur maximale en aluminium dans le grain  $\alpha(\text{Mg})$  est la plus proche de

la limite de solubilité.

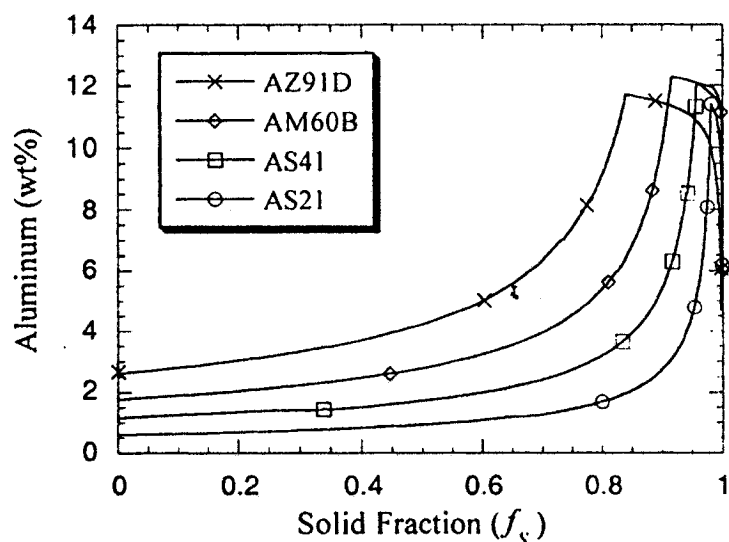
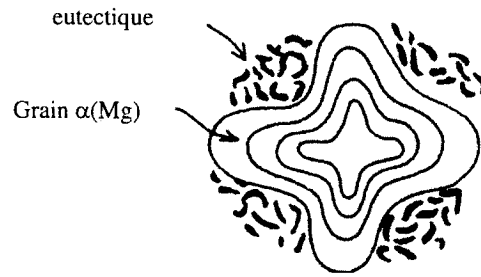


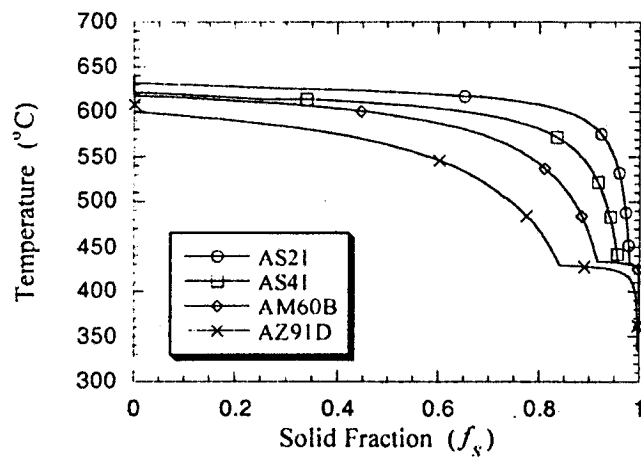
Figure 1.10 - Profil de concentration de l'aluminium dans le grain  $\alpha(\text{Mg})$ . Cas du moulage sous pression, [25].

Une autre approche consiste à étudier le profil de température dans un grain de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$ . La teneur en soluté varie du centre à la périphérie du grain dans tous les alliages, telle que visualisé sur la figure 1.10. Du fait que la diffusion est négligée dans le solide pendant la solidification, puisque la vitesse de refroidissement est souvent loin de l'équilibre, la concentration du soluté au sein même du grain variera de son centre à sa périphérie. Ce profil de concentration entraînera un profil radial de la température du solidus tel qu'illustré sur la figure 1.11b. Sur la figure 1.11a, nous schématisons une dendrite ainsi que ses domaines d'iso-concentration et nous visualisons sur la figure 1.11b qualitativement le profil de température en fonction de l'éloignement du centre du grain  $\alpha(\text{Mg})$ , soit de la fraction solide. Sur cette figure, nous observons que la plus basse température du solidus est d'environ 430°C pour les alliages AS21 et AS41 et AM60B, alors qu'elle est de 334°C pour l'alliage AZ91D. Han et *al.*[25] l'explique par le fait que plus la teneur en soluté est importante, plus la

température du solidus est faible. Dans le cas des alliages de magnésium, la résistance au fluage sera améliorée si la formation de l'eutectique est évitée ou réduite, soit en piégeant l'aluminium dans l'espace interdendritique en ajoutant, selon Pettersen [25], des terres rares dans l'alliage.



(a) Distribution des lignes d'iso-concentration



(b) Évolution du solidus de différents alliages de magnésium, [25]

Figure 1.11 - Analogie entre la stratification d'un grain  $\alpha(\text{Mg})$  et évolution du solidus dans différents alliages de magnésium moulés sous pression.

### 1.2.6 Mécanismes d'obtention de la structure rhéocoulée

Les travaux de Spencer *et al.*[1] ont montré qu'en brassant vigoureusement au moyen d'un système Couette l'alliage Sn-15%Pb depuis un état complètement liquide jusqu'à une température du domaine semi-solide, la morphologie de la phase primaire suit certes bien le parcours conventionnel, mais à court terme. Selon Spencer *et al.*[1], le brassage vigoureux en dessous de la température du liquidus, mais toujours à l'état pâteux, fragmente mécaniquement la dendritique et la libère de ses bras, ce qui produira une microstructure beaucoup plus sphéroïdale que dendritique. La sphéroïdisation de la microstructure a été expliquée par Flemings [3] qui a cité trois cas possibles :

- l'écoulement du liquide lors du brassage à l'état pâteux va, du fait de l'architecture locale de la dendritique, créer un gradient de vitesse tout le long de son bras. Ce gradient va être à l'origine de la force de cisaillement qui brisera la dendrite à la racine de son bras;
- la fusion de la racine de la dendrite peut avoir lieu quand le mûrissement des dendrites principales en faveur des dendrites secondaires sera favorisé par la réduction de l'énergie de surface totale de la dendrite. Les parties riches en soluté seront les plus faciles à faire fondre du fait de leur faible température de fusion. Ajoutons à cela l'érosion due au fluide en mouvement qui "ronge" la zone interdendritique pour éliminer les dendrites secondaires;
- la dernière approche a été proposée par Vogel *et al.*[4], qui suggèrent que le brassage vigoureux fait pencher la dendritique de sorte qu'à sa racine la déformation plastique engendre un réseau de dislocation qui peut coalescer en joint de grains (tel que dans le cas de la restauration dynamique dans les aciers). Lorsque la désorientation entre les grains séparés par le réseau de dislocation



est supérieure à  $20^\circ$ , l'énergie du joint de grains dépasse de deux fois celle de l'interface solide/liquide : le liquide pénètre le joint de grains et rompt l'interface. Sur la figure 1.12, nous illustrons ce dernier point.

Le mécanisme d'élaboration de la structure non-dendritique a été schématisé par Spencer et *al.*[1], sur la figure 1.13 où il illustre le passage de la structure dendritique à la structure quasi-sphéroïdale en passant par la rosette. Ceci est confirmé dans les travaux de Spencer et *al.*[1], voir figure 1.14, sur l'alliage Sn-15%Pb.

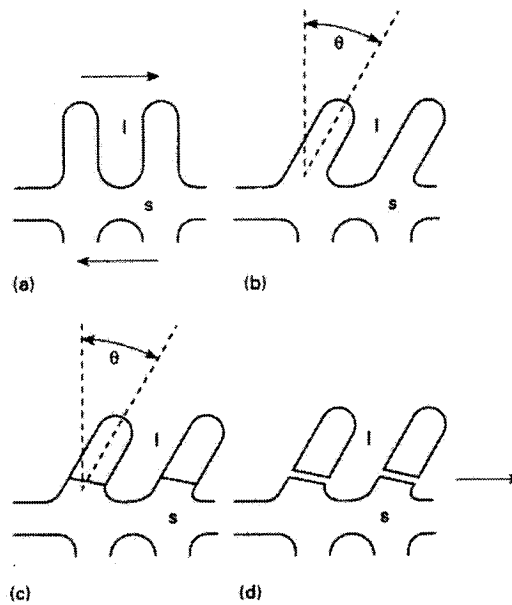


Figure 1.12 - Modèle de fragmentation proposé par Vogel et *al.*[4].

- a : dendrite non-déformée
- b : après flexion
- c : réorganisation du réseau qui génère des joints de grain
- d : mouillage des joints de grain pour  $\theta=20^\circ$ .

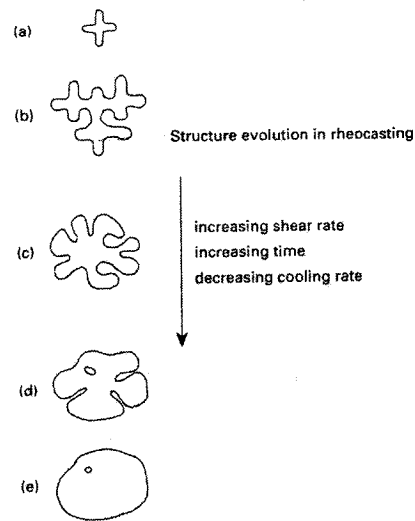


Figure 1.13 - Évolution de la morphologie de la structure lors du brassage [3].

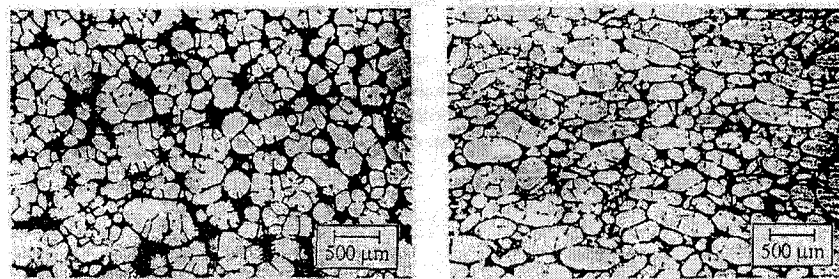


Figure 1.14 - Effet du brassage sur la morphologie de la structure de l'alliage Sn-15%Pb [3].

a)  $\dot{\gamma}=20\text{s}^{-1}$ , b)  $\dot{\gamma}=200\text{s}^{-1}$

Le passage de la structure dendritique à la structure rhéocoulée dépend du taux de cisaillement induit par le brassage imposé. Pour deux vitesses de brassage, les micrographies de la figure 1.14 illustrent une partie des travaux de Spencer [1] sur l'alliage Sn-15%Pb. Notons que la morphologie non-dendritique est le produit d'un travail mécanique effectué dans un milieu propice à la solidification dendritique. En d'autres termes, il sera préférable, voire même important, de maintenir le brassage vigoureux jusqu'à la fin de l'essai. Des observations métallographiques ont montré que le parcours de la solidification dendritique peut à n'importe qu'elle moment être repris, tant que la solidification sans brassage s'effectue à l'état semi-solide. Des observations faites par Joly et Mehrabian [2], illustrent ceci et ils l'expliquent par le fait qu'une trempe rapide affecte l'énergie de surface d'un grain de phase primaire si bien que des discontinuités peuvent apparaître, voir figure 1.15. À ce stade, la particule perd un peu de sa sphéricité et le brassage continu n'affectera pas la viscosité.

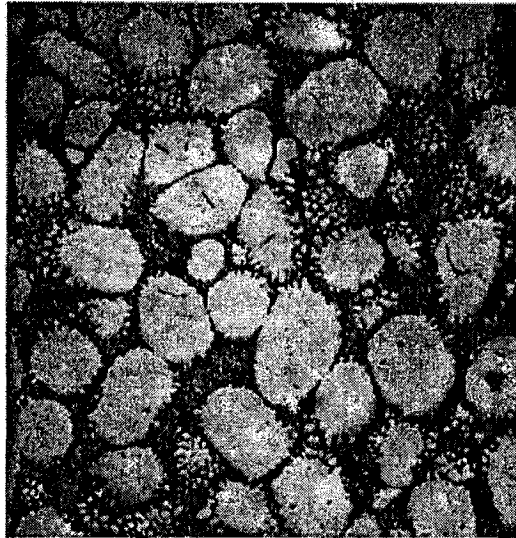


Figure 1.15 - Structure rhéocoulée d'un alliage Sn-15%Pb,  $f_s=0.55$  brassé à  $\dot{\gamma}=750\text{s}^{-1}$  et refroidi à  $\dot{T}=0.33\text{K.s}^{-1}$ . x50, [2].

Ce qui retient notre attention dans toutes les observations métallographiques est la présence de phase liquide piégé dans la rosette ou le sphéroïde. Cette phase, généralement en forme de goutte au cœur du grain de la phase primaire sera le siège de la transformation eutectique au sein même du grain primaire et, dans certains cas comme celui des alliages de magnésium de classe AZ, le seuil de la précipitation en fin de solidification de la phase intermétallique  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ . Une telle observation métallographique est illustrée sur la figure 1.16 ci-dessous.

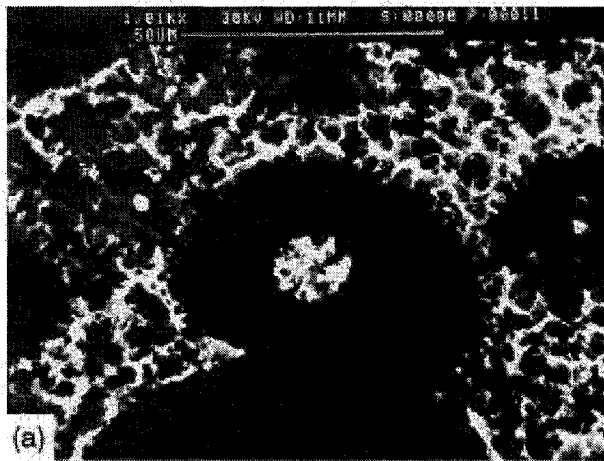


Figure 1.16 - Ségrégation due au piégeage du liquide à l'intérieur du grain  $\alpha(\text{Mg})$  de phase primaire (*en noir*) dans l'alliage AZ91D. (x50), [33].

Les mécanismes d'élaboration de la rhéostructure sont tributaires de l'historique thermo-mécanique imposé à l'alliage. Ce constat qui date de trente ans, et qui a fait durant ce temps l'objet d'énormes travaux, a pu être encadré par différents paramètres tels que la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  et la fraction solide primaire  $f_s$  qui, du fait de leur évolution, vont avoir une influence sur la microstructure rhéocoulée. Quant à la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ , son rôle sera de briser les liens entre les agglomérats de particules de phase primaire pour ainsi dire éclater la structure. De son côté, la fraction solide peut également contribuer à globulariser la structure puisque les

collisions entre particules détruisent les bras secondaires des dendrites et les faibles liens entre agglomérats.

Finalement, il est nécessaire d'ajouter la constatation effectuée par Suéry [37], qui confirme que les fractions solides observées dans les microstructures des alliages trempés depuis l'état semi-solide sont supérieures à celles prédites par leurs diagrammes de phase. Selon Suéry [37], le refroidissement, aussi rapide soit-il, laisse croître la fraction solide des alliages trempés. Dans le cas d'un alliage Al-Si, voir figure 1.17, une température d'essai  $T=587^{\circ}\text{C}$  donnerait une fraction solide  $f_s$  égale à 50%. Cependant, et selon l'auteur [37], le liquide qui se dépose sur la particule solide augmenterait la fraction solide apparente de près de 20%. Cette observation microstructurale a également été relevée dans les travaux de Kang et *al.* [38] qui ont forgé des pastilles cylindriques d'alliage d'aluminium A356 à une température  $T=584^{\circ}\text{C}$ , soit à une fraction solide  $f_s=50\%$ , à l'aide d'un montage typique du forgeage d'alliage à l'état semi-solide que nous verrons plus loin à la figure 1.44. Les microstructures fournies à la figure 1.18 ont été prises à différentes régions des pastilles forgées et reflètent bien le rôle de la solidification sur l'augmentation de la fraction solide observée.

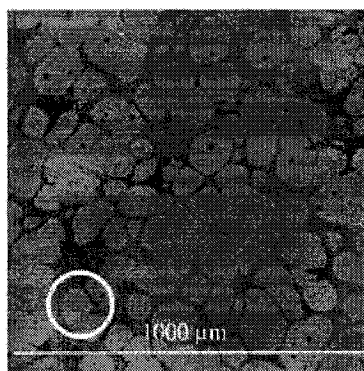


Figure 1.17 - Microstructure d'un alliage Al-Si partiellement refondu à  $T=587^{\circ}\text{C}$  dans lequel la fraction solide devait être de 50%. La trempe a augmenté la fraction solide, [37].

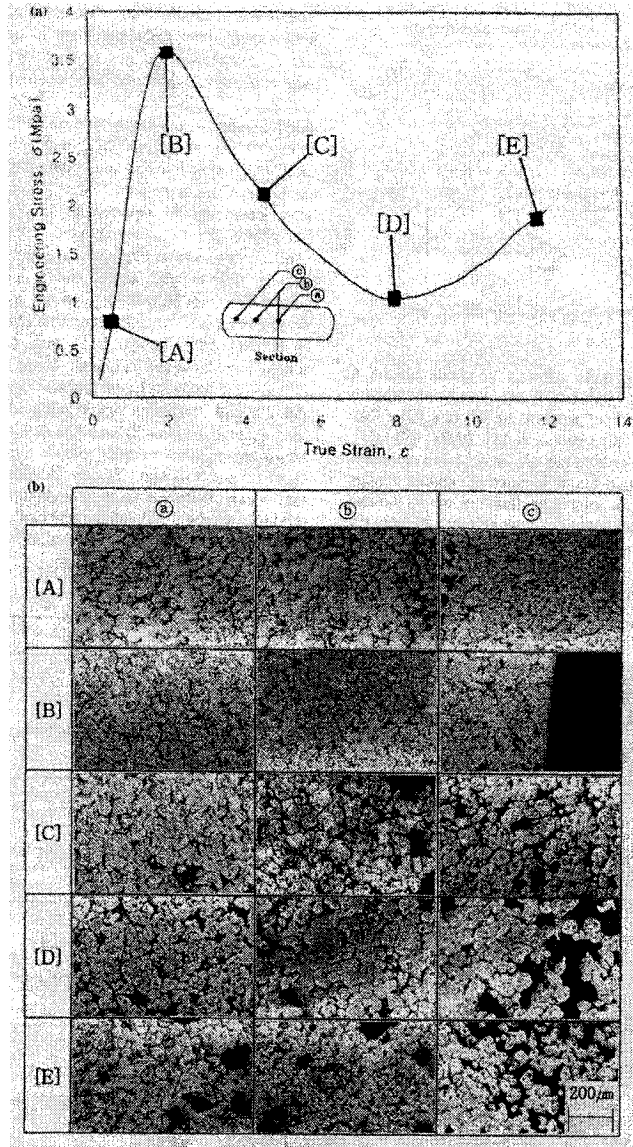


Figure 1.18 - Évolution de la déformation et de la microstructure des pastilles forgées d'alliage d'aluminium A356 selon la zone d'observation.  $T=584^\circ$ ,  $f_s=50\%$ , [38].

### 1.3 Procédés d'obtention d'une structure rhéocoulée

#### 1.3.1 Le rhéomètre de Couette

Initialement, l'essai de rhéométrie de Couette consiste à cisailler un alliage entre deux cylindres concentriques. Dépendant du cylindre tournant, le cisaillement généré induit un couple qui est enregistré en continu. L'avantage de cette méthode réside en l'élaboration d'une structure rhéocoulée tout en mesurant l'évolution des ses propriétés rhéologiques. La figure 1.19 illustre le montage du dispositif de Couette tel qu'il a été utilisé par Spencer et *al.*[1].

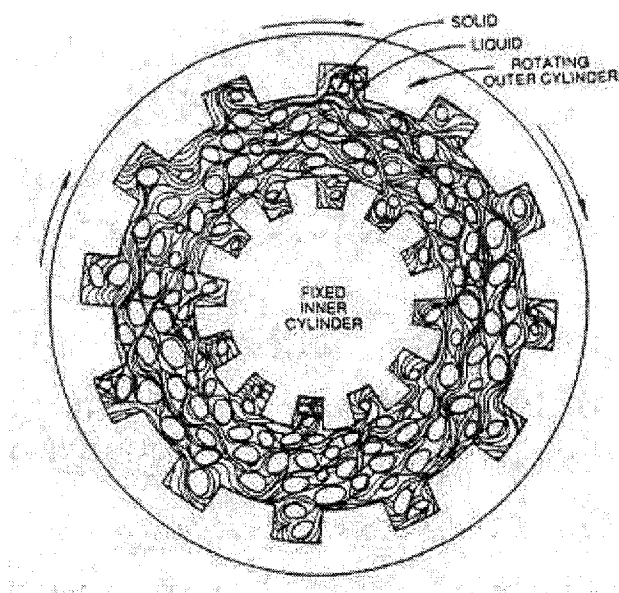


Figure 1.19 - Four à parois rainurées utilisé pour élaborer la structure rhéocoulée de l'alliage Sn-15%Pb.

### 1.3.2 Le brassage électromagnétique en rotation

D'une manière générale, le brassage électromagnétique évite tout contact entre l'outil servant au cisaillement et l'alliage à étudier. Pour cela, des champs électromagnétiques génèrent des contraintes de cisaillement au sein-même de l'alliage durant son passage dans le moule de coulée continu. De ce fait, une production en continu d'alliage à l'état rhéocoulé est réalisable, voir figure 1.20. Plusieurs modifications ont été apportées à ce type de brassage, juste pour homogénéiser la distribution de la taille des particules :

- le brassage linéaire consiste à ramener la gelée résidente au fond du moule vers les zones plus chaudes où elles seront partiellement refondues, voir figure 1.20b;
- le brassage hélicoïdal, voir figure 1.20c, encore plus complexe consiste en une combinaison des brassages rotatif et linéaire ; ce qui améliore de loin la sphéricité du produit fini.

En général, le brassage électromagnétique fournit une morphologie en forme de rosettes qui, une fois partiellement refondue, conduira à une structure sphéroïdale.

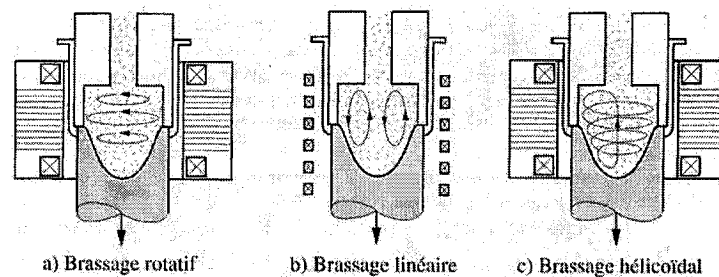


Figure 1.20 - Processus de rhéocoulée par brassage électromagnétique [37].



### 1.3.3 Le procédé de déformation ou SIMA

Traditionnellement, le procédé consistait à faire une solidification continue tout en brassant vigoureusement l'alliage. Il est également possible d'obtenir la même structure via l'état solide sans passer directement à l'état complètement liquide. De l'anglais *Strain Induced Melt Activated*, ce procédé consiste à initialement déformer à chaud un matériau (au-dessus de la température de recristallisation), puis de l'écrouir à température ambiante, avant de le faire fondre partiellement. Cette méthode conduit à une structure fine et homogène. Selon Suéry [37], le réchauffage doit se faire assez rapidement afin d'éviter la croissance des grains. La morphologie obtenue est faite de globules de  $30\mu\text{m}$  de diamètre dans le cas des alliages d'aluminium et de  $10\mu\text{m}$  dans le cas de l'alliage de type Pb-Sn. Un tel procédé est assez populaire en industrie légère puisqu'il permet de produire des pièces de faible diamètre, impossible de couler en billettes.

## 1.4 Procédés modernes

### 1.4.1 Le procédé de rhéomoulage en continu : NRC

Faisant partie désormais d'un des procédés les plus à la mode aujourd'hui, le procédé NRC de l'anglais *New Rheo Casting* a vu le jour en 1998 puisque l'idée qui intéressait les chercheurs était d'obtenir une granulométrie fine, sphérique et répartie de façon homogène. Une fois le but atteint, la mise en forme des alliages à l'état semi-solide gagne donc une étape puisque les billettes élaborées ne sont pas transportées vers les moules de mise en forme.

Dans le procédé NRC, l'alliage une fois fondu est coulé à faible surchauffe dans un moule métallique, conduisant ainsi à un refroidissement assez lent et homogène

jusqu'à atteindre la température de mise en forme. Les grains fins générés par la faible surchauffe se globulariseront au cours du refroidissement. Cependant, la périphérie du lingot ayant tendance à se refroidir, il est primordial de maintenir le faible gradient de température, dans le bain en réchauffant partiellement juste avant la mise en forme. Celle-ci est assurée par la superposition de la machine à piston vertical et du moule ouvrant horizontalement, voir figure 1.21. Selon Suéry [37], 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.

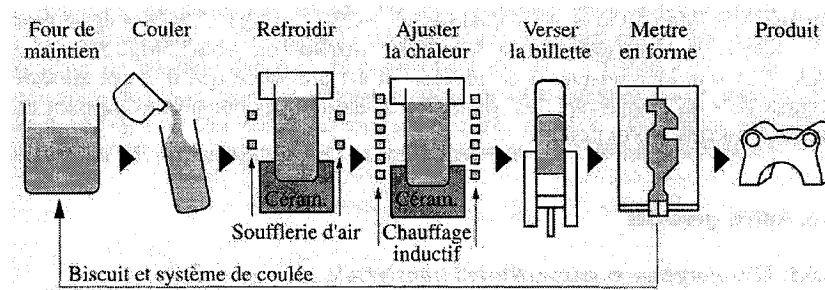


Figure 1.21 - Le procédé de rhéomoulage en continu : NRC [37].

#### 1.4.2 Procédé SEED

Le procédé SEED, de l'anglais *Swirled Enthalpy Equilibration Device*, qui peut être traduit, selon Doutre et *al.*[49], par dispositif d'équilibration de l'enthalpie en tourbillon, consiste à préparer l'alliage pour la mise en forme à l'état semi-solide en deux étapes, voir figure 1.22:

- l'extraction d'une quantité contrôlée d'enthalpie de la charge de métal liquide pour le mettre en état de faible surfusion, afin d'homogénéiser la germination dans le bain liquide;

- l'élimination d'une portion de la phase liquide afin d'obtenir un agglomérat de phase solide pour former une billette dite "auto-porteuse" qui sera injectée sous pression dans le moule. En utilisant cette approche, il n'est pas nécessaire de mesurer la température du matériel puisqu'elle est déjà fixée par la première étape. Par contre, la fraction solide restante pourra varier voire dépasser 50% et ce, en maintenant la température fixe.

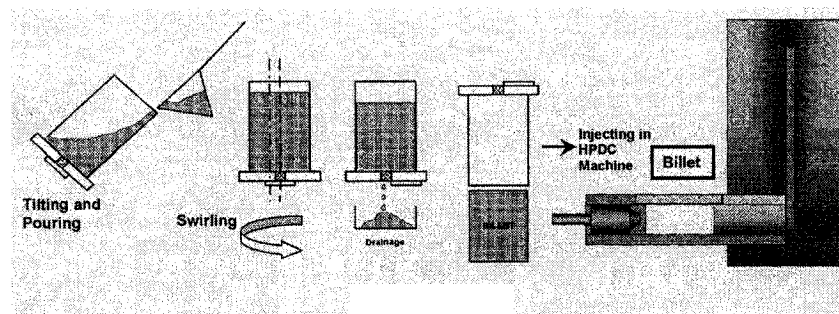


Figure 1.22 - Le procédé SEED de préparation de gelée semi-solide, [39].

#### 1.4.3 Le procédé de thixomoulage (*Thixomolding*®)

Le Thixomoulage est un nouveau procédé de mise en forme des alliages de magnésium. Il combine deux procédés de mise en forme très populaires : le moulage sous pression et le moulage par injection. Tandis que le premier est un processus métallurgique, l'autre est largement utilisé dans la technologie des plastiques.

L'idée de ce processus étant d'éviter la passage total à l'état liquide de l'alliage, est de profiter du caractère thixotrope des gélées semi-solides. Dans cette nouveauté, l'écoulement laminaire lors du remplissage du moule, va empêcher l'air ou les gaz d'être piégés, comme c'était le cas en fonderie traditionnelle, pour ainsi minimiser la porosité, les contraintes résiduelles et par conséquent augmenter la densité et les

propriétés mécaniques. Une analogie peut cependant être faite comparativement au procédé NRC cité ci-dessus : il y a possibilité de produire de la matière première en continu (*Slurry On Demand*). Alors que dans le procédé NRC il y a fusion totale de l'alliage suivie d'une solidification contrôlée, le thixomoulage consiste surtout à partiellement refondre l'alliage pour lui conférer une morphologie sphéroïdale et uniformément répartie. Sur la figure 1.23, nous dressons le montage du thixomoulage, qui a fait l'objet selon Frederick et Brandley [6] de plusieurs brevets.

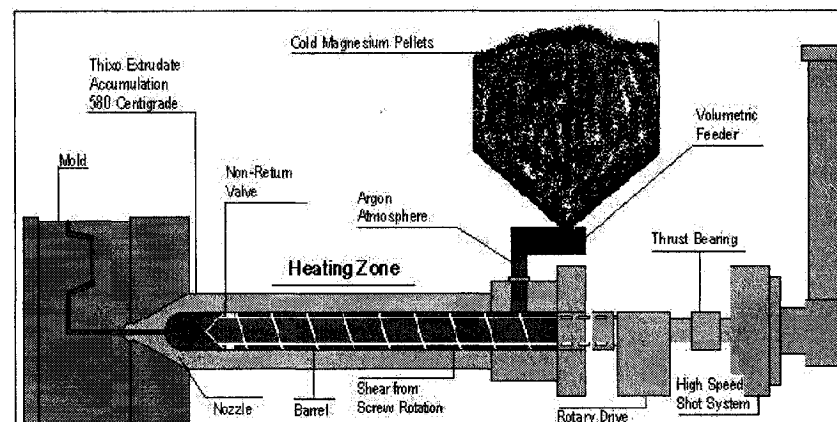


Figure 1.23 - Montage général du thixomoulage [53].

Les particules granulaires d'alliage de magnésium sont préparées par un procédé de déchetage de lingot et versées dans le bac puis acheminées à l'intérieur du baril cylindrique horizontal, où l'azote protège l'enceinte de l'oxygène. D'après Walukas [32], la chambre de prémélange (volume feeder) sert à obtenir un débit de matière première quasiment continu ; en d'autres termes, il faut éviter le maximum de discontinuités dans le four pendant le brassage. Chemin faisant, la vis sans fin et la paroi du baril chauffent pour élever la température de l'alliage tassé en tête

de vis jusqu'à une température contrôlée du domaine semi-solide de l'alliage. Dans le cas de l'alliage AZ91D, la température telle qu'indiquée par Pasternak [5] est de 580°C, ce qui correspond à une fraction solide  $f_s$  de 30%. Une fois maintenue à cette température, l'alliage est vigoureusement brassé grâce à la vis sans fin afin de briser le réseau de dendrites, puis cette même vis l'achemine rapidement à travers la buse d'injection. Sur la figure 1.24, nous illustrons toutes les étapes franchies durant le procédé :

- début de l'élaboration de l'alliage semi-solide. La vis sans fin tourne et entraîne le mélange au fond du baril;
- fin de la première étape. La vis sans fin ayant accumulé la gelée dans le nez du baril cylindrique, c'est le début de l'injection;
- fin de l'injection. Le moule est refroidi et une intensification supplémentaire est nécessaire afin de compenser le retrait.
- éjection de la pièce thixomoulée.

D'après Frederick et Brandley [6], le thixomoulage peut s'opérer jusqu'à une fraction solide de 60%. Une fois que la quantité de métal semi-solide nécessaire pour remplir le moule est atteinte, la vis sans fin est retirée horizontalement et l'injection remplace le brassage. Notons que dans le cas du thixomoulage, le brassage et l'injection se font à l'aide d'un même outil : la vis sans fin. Celle-ci pousse l'alliage pâteux à travers la buse d'injection dans le moule, pour revenir ensuite à sa position initiale pour un autre cycle. La vitesse d'injection de la vis sans fin peut varier de 2.50 m/s, selon Pasternak et *al.*[5], à 3.80m/s, selon Frederick et Brandley [6]. Selon Walukas [32], la chambre d'accumulation en avant de la valve sert à minimiser au maximum la porosité, c'est pour cela que l'injection s'effectue en deux vitesses :

- une vitesse pour remplir la chambre d'accumulation
- une autre, plus grande, qui servira à remplir le moule.

L'injection directe limite le piégeage de gaz, donc évite la porosité de la pièce formée. Selon Pasternak et *al.*[5], il y a une limite de la vitesse d'injection de la gelée, durant le processus, au-delà de laquelle il y a ségrégation du liquide, rendant la microstructure hétérogène et, par conséquent, nuisant aux propriétés macroscopiques du produit fini.

Selon Pasternak et *al.*[5], le but à atteindre durant le remplissage du moule est de trouver la vitesse optimale à communiquer à la vis sans fin à l'injection pour éviter toute ségrégation de la phase liquide, rendant ainsi le matériau plus homogène.

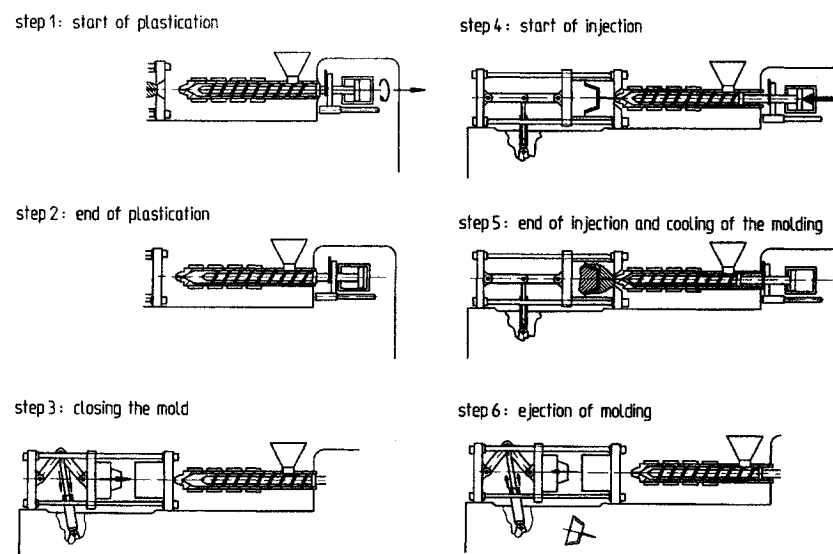


Figure 1.24 - Processus d'injection. Vue détaillée [12].

#### 1.4.3.1 Avantages du procédé

Le procédé de thixomoulage économise la matière première en l'occurrence l'alliage de magnésium, Pasternak et *al.*[5] proposent un rendement de 98%. Contrairement au moulage sous pression, l'alliage de magnésium n'est pas porté à un état complètement liquide et toute manipulation du métal liquide est évitée. Le traitement du métal à l'état pâteux réduira la porosité piégée qui est observée dans le cas de l'écoulement turbulent dans le moulage sous pression. Pour des fractions solides de 0.4, la viscosité de l'alliage rhéocoulé est inférieure à 1 Pa.s, ce qui est inférieur à celle de l'huile et donc favorisera la coulabilité. En d'autres termes, la mise en forme comprendra également les pièces de géométrie complexe. Comme nous le verrons dans la partie consacrée à la relation micro-macro, la porosité étant réduite, les propriétés mécaniques tels que la résistance à la rupture, la limite d'élasticité ainsi que la ductilité seront améliorées par rapport à celles des produits issus du moulage sous pression. Du fait qu'il y a moins de liquide qui refroidit, l'état de surface sera amélioré puisqu'il y a moins de retrait. Aucun gaz protecteur n'est utilisé, puisque le processus s'effectue à l'état semi-solide. L'usage du gaz SF<sub>6</sub> n'est pas nécessaire comme dans le cas de la fonderie des alliages de magnésium, [7]. Le procédé ne nécessite pas de four de fusion ou de maintien, ni d'accessoires relatifs à la fonderie conventionnelle. Le préchauffage du baril cylindrique ainsi que de la vis sans fin prend 90 minutes et occupe 27% de l'énergie requise à la faisabilité du procédé. Contrairement au moulage sous pression qui s'opère à 650°C pour les alliages de magnésium, le thixomoulage s'opère à 580°C, donc à 70°C en deçà de cette température pour une fraction solide d'environ 30%, économisant jusqu'à 30% de la chaleur latente de fusion et évitant l'énergie de surchauffe, comme dans le moulage sous pression. Le niveau de porosité est inférieur à celui observé en moulage sous pression - ceci en utilisant des moules identiques - puisque le moule est rempli sous pression avec une gelée plutôt qu'un liquide : de 3.2 - 3.4% pour le moulage sous haute pression, le pourcentage de porosité passe à

1.4 - 1.7% grâce au thixomoulage. D'après Carnahan et *al.*[8], cette diminution de la porosité va faciliter l'optimisation des propriétés par simple traitement thermique. La durée de vie du moule est augmentée du fait de la basse température de moulage de la gelée semi-solide.

### 1.5 Comportement des alliages semi-solides lors de la mise en forme

La mise en forme des métaux et alliages a été depuis longtemps connue sous deux aspects : les mises en forme aux états liquide et solide. Quand à la première, il suffisait de faire fondre le métal ou l'alliage à une température au-dessus du liquidus, de le maintenir ainsi jusqu'à homogénéisation puis de le couler dans un moule. La deuxième méthode consistait à faire chauffer le métal jusqu'à une température dite de recuit pour lui faire subir une mise forme à chaud. Généralement, cette température était de l'ordre de  $0.4T_f$ , où  $T_f$  est la température de fusion du métal ou de l'alliage en degré kelvin. Depuis que les travaux de Spencer et *al.*[1] ont prouvé que le brassage vigoureux d'un alliage, depuis l'état liquide jusqu'à une température de son domaine semi-solide, réduisait sa viscosité à plus d'un ordre de grandeur, la mise en forme à l'état semi-solide semble susciter l'intérêt de nombreux scientifiques et industries, vu que les coûts de production à basse température s'avèrent plus faibles et la durée de vie du dispositif expérimental impliquant l'élaboration des gelées semi-solides plus longue. Contrairement à la solidification conventionnelle, la solidification avec brassage vigoureux fournit une structure non-dendritique qui réduit la viscosité à l'état semi-solide et favorise donc la mise en forme, même pour des pièces à géométrie complexe. Les variétés d'alliages concernées par le rhéoformage s'étendent des alliages ferreux aux non-ferreux tels que les alliages d'aluminium et de magnésium. Ces derniers étant délicats et dangereux à l'état liquide, peuvent être mis en forme à l'état semi-solide avec moins de précaution.



Nous nous intéresserons dans cette partie à la corrélation existant entre les deux échelles d'observation pour essayer de mieux adapter les observations microscopiques aux propriétés macroscopiques.

### 1.5.1 Comportement des gelées Mg-Al lors du thixomoulage®

L'idée de ce processus étant d'éviter le passage total à l'état liquide du métal, ou de l'alliage, et de profiter du caractère thixotrope des gelées semi-solides. Dans cette nouveauté, l'écoulement laminaire lors du remplissage du moule, va empêcher l'air ou les gaz d'être piégés, comme c'était le cas en fonderie traditionnelle, pour ainsi minimiser la porosité, les contraintes résiduelles et par conséquent augmenter la densité et les propriétés mécaniques. L'influence de la microstructure sur les propriétés du lingot thixomoulé rend compte des paramètres établis lors du processus de mise en forme. En fait, partant de la microstructure, on évalue les paramètres d'élaboration et de mise en forme pour prédire les macropropriétés résultantes. Dans le thixomoulage®, les paramètres qu'il faudra ajouter à ceux déjà établis par la solidification non-dendritique sont la vitesse d'injection, la température du moule et le profil de température utilisé pour préparer la gelée semi-solide. Sur les tableaux 1.5, 1.4 et 1.6, nous illustrons les travaux de Carnahan et *al.*[8] sur l'alliage de magnésium AZ91D.

Tableau 1.4 - Désignation du profil de vitesse d'injection pour l'alliage AZ91D thixomoulé, [8].

Profil de vitesse	Vitesse d'injection(m.s <sup>-1</sup> )
A (faible)	1.14
B (moyenne)	1.45
C (haute)	2.11

Tableau 1.5 - Désignation des profils de température et des températures d'essai pour l'alliage AZ91D thixomoulé, [8].

Profil de température	Température de travail (°C)
1 (haute)	590
2	582
3	578
4 (basse)	570

Tableau 1.6 - Nomenclature des échantillons pour l'alliage AZ91D thixomoulé, [8].

Échantillon	Profil de température	Profil de vitesse
C1 <sub>T<sub>h</sub>,V<sub>l</sub></sub>	1	A
C2	1	B
C3 <sub>T<sub>h</sub>,V<sub>h</sub></sub>	1	C
C4	2	A
C5	2	B
C6	2	C
C7	3	A
C8	3	B
C9	3	C
C10 <sub>T<sub>l</sub>,V<sub>l</sub></sub>	4	A
C11	4	B
C12 <sub>T<sub>l</sub>,V<sub>h</sub></sub>	4	C

T<sub>l</sub>:faible température - T<sub>h</sub>:haute température - V<sub>l</sub>:faible vitesse - V<sub>h</sub>:haute vitesse

### 1.5.1.1 Ségrégation du liquide pendant le thixomoulage®

Sur la figure 1.25, plusieurs résultats sont fournis puisque le même processus mais à différentes températures de brassage révèle le concept de la mobilité des particules dans un fluide. De C1 à C2, le liquide qui voit sa vitesse augmenter, trouve un chemin de percolation entre les particules de la phase primaire et se trouve à une fraction plus importante que celle de la phase solide  $\alpha(\text{Mg})$ , puisque le profil de température élevée est choisi. De C2 à C3, le liquide a une vitesse tellement élevée que sa force dépasse l'inertie des particules primaires qui, à leur tour, seront entraînées vu leur surface de contact qui n'est pas parfaitement sphérique, avec le liquide avoisinant. C'est ce qui explique l'augmentation de la fraction volumique de la phase  $\alpha(\text{Mg})$ . Dans cette approche, nous assimilons le liquide à de fines particules parfaitement sphériques en mouvement.

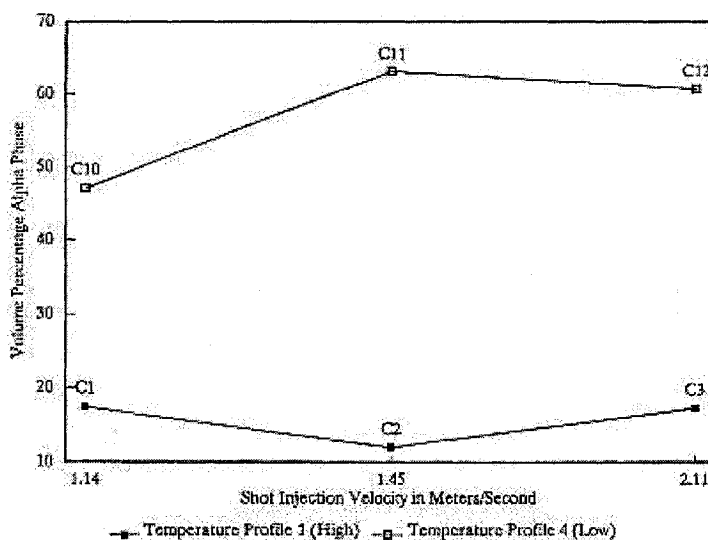


Figure 1.25 - Effet de la vitesse d'injection sur le volume de la fraction primaire  $\alpha(\text{Mg})$  pour les haut et bas profils de température, [8].

Dans le cas du profil d'injection à basse température tel qu'illustré sur la courbe C10-C12 de la figure 1.25, le scénario n'est pas répété car il y a moins de liquide responsable de la mobilité des particules  $\alpha(\text{Mg})$ . La vitesse d'injection fait tout d'abord augmenter la fraction solide primaire, puis un plateau semble être atteint qui montre bien qu'à une forte viscosité du mélange, la phase liquide, qui est relativement en faible fraction, aura une faible contribution à augmenter la fraction  $\alpha(\text{Mg})$ . En comparant les courbes de la figure 1.26, nous remarquons que plus la température est basse, plus la résistance à la rupture diminue : ceci fait allusion à la granulométrie grossière qui affaiblit la structure et ceci pour une même vitesse d'injection (C10-C1). Ceci est confirmé sur la figure 1.27 où pour une même vitesse d'injection, plus la température augmente et plus la résistance à la rupture augmente.

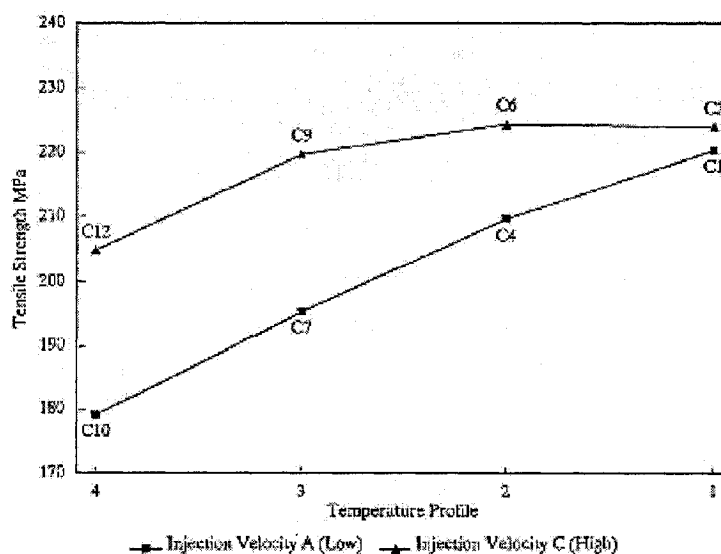


Figure 1.26 - Effet du profil de température sur la résistance à la rupture pour deux profils de vitesse, [8].

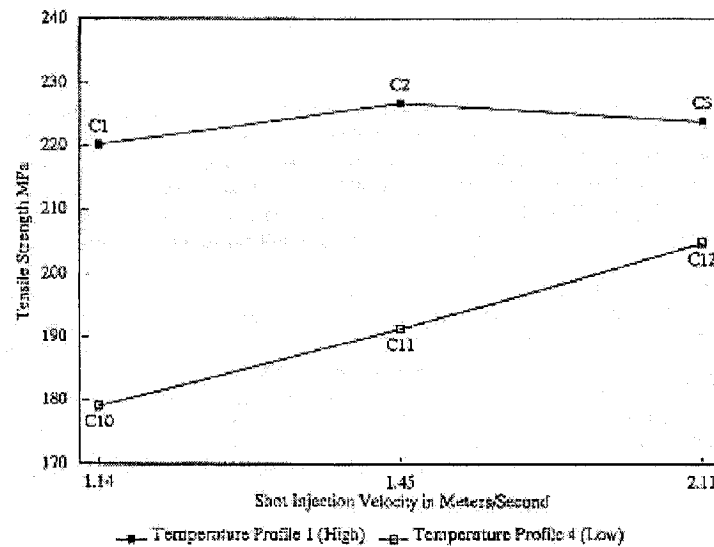


Figure 1.27 - Effet de la vitesse d'injection sur la résistance à la rupture pour deux profils de température, [8].

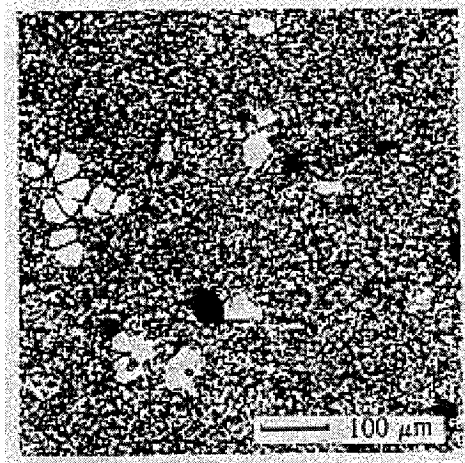
Le traitement à haute température réduit la fraction volumique de la phase  $\alpha(\text{Mg})$ . Selon Carnahan et *al.*[8], la porosité générée lors de l'élaboration de l'alliage à l'état semi-solide thixotrope, augmente dans la phase continue (liquide) en même temps que la fraction de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$ . La porosité ne semble pas faire partie de la phase primaire. Du fait de ce piégeage de la porosité, Carnahan observe une coalescence dans la phase liquide de petites porosités lors du traitement de l'alliage à basse température, soit, lorsque la fraction primaire  $\alpha(\text{Mg})$  augmente. Ce liquide, dans le cas du traitement à basse température, aura une composition eutectique. Selon Carnahan et *al.*[8], la phase continue est l'eutectique qui présente une bonne résistance à la rupture, tandis que la phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  est plus ductile et une augmentation de la résistance sous-entend une diminution de la fraction de phase primaire. Ce résultat est confirmé qualitativement dans les essais de Carnahan et *al.*[8] qui ont estimé la résistance de ses alliages AZ91D en appliquant la loi des mélanges. Dans ce cas, l'alliage est considéré comme un composite con-

tenant une matrice fragile et dure, la phase eutectique, et des particules ductiles, en l'occurrence la phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$ . Sur la figure 1.27, pour une même vitesse d'injection, plus il y a de phase liquide, plus la résistance sera grande (C10-C1). On remarque que de C1 à C2, il y a augmentation de la résistance alors qu'en C1 il y a plus de liquide. Ceci est dû au fait que pour de faibles vitesses d'injection, la quantité de phase primaire sera minimale, irrégulièrement répartie, et agira comme concentrateur de contrainte. Par contre en C2, il y a plus de phase primaire et, par conséquent, elle sera plus régulièrement répartie ; ce qui répartira la concentration de contrainte et impliquera l'augmentation de la résistance telle qu'observée sur cette figure. D'un autre côté, lorsque la vitesse d'injection est poussée à son plus haut niveau, le même phénomène observé à basse vitesse se répète (C1-C3), mais cette fois-ci à cause de la mobilité du liquide qui dépasse celle de particules de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$ , et nous nous retrouvons avec des microstructures contenant un excès de fraction solide dont la répartition n'est pas optimale (C2-C3). À basse température, la vitesse n'a pas une grande influence sur la répartition irrégulière de la phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  ; étant donné que le milieu est initialement visqueux, la répartition des particules de phase primaire sera plus importante et plus régulière en augmentant la vitesse d'injection.

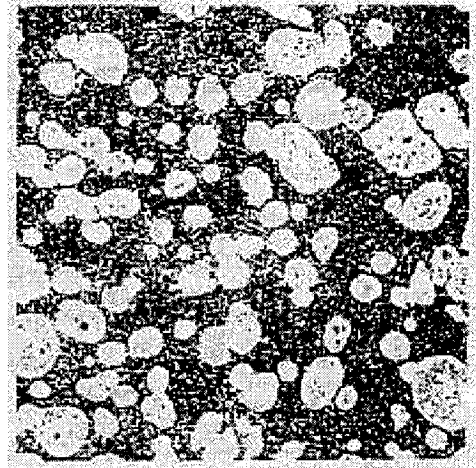
Selon Carnahan et *al.*[8], la porosité garde un pourcentage quasiment constant quelque soit le traitement adopté. Cependant, pour des traitements à basse température, la fraction de phase primaire sera élevée et la phase eutectique contiendra plus de porosité que dans les autres cas, ce qui réduira l'élongation de l'alliage. Une observation contradictoire va favoriser la présence des globules de la phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  qui aura tendance à émousser le fond de fissure et réduire localement le facteur de concentration de contrainte. Par conséquent, la fraction primaire peut contribuer à augmenter la ténacité de l'alliage. Pour une même vitesse d'injection, il s'avère plus judicieux d'avoir une faible fraction de la phase primaire pour obtenir la combinaison optimale entre la résistance et l'élongation à la rupture. Cependant, les auteurs at-

tirent l'attention sur le fait qu'une fraction importante de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$ , va certes augmenter la ténacité de l'alliage mais aux dépens de sa résistance.

Dans l'article de Carnahan et *al.*[8], il n'était pas question d'étudier la distribution de la taille des particules de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  et leurs ségrégations comme durant notre présente étude, cependant ces auteurs illustrent sur la figure 1.28 les différentes microstructures observées selon les conditions expérimentales citées ci-dessus.

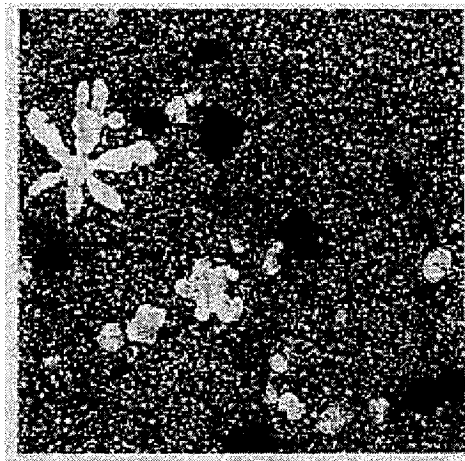


(a) - C1 (haute température-basse vitesse)

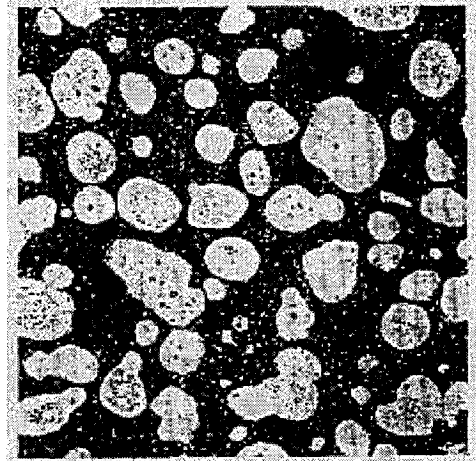


(b) - C10 (basse température-basse vitesse)

Figure 1.28 - Micrographies des échantillons thixomoulés selon deux profils de température et de vitesse x100, [8]



(a) - C3 (haute température - haute vitesse)



(b) - (basse température - haute vitesse)

Figure 1.29 - Micrographies des échantillons thixomoulés selon deux profils de température et de vitesse (suite) x100, [8]



### 1.5.1.2 Relations Micro-Macro adaptées au thixomoulage®

Nous nous intéresserons particulièrement au thixomoulage® de l'alliage AZ91D qui a fait l'objet, durant la dernière décennie, d'une étude particulière à des fins industrielles. Des échantillons d'alliage AZ91D sont injectés à différentes fractions solides de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$ , avant d'être trempés. On remarque dans le tableau 1.7 que la proportion de phase  $\alpha(\text{Mg})$  dans l'eutectique est inversement proportionnelle à celle dans la phase  $\alpha(\text{Mg})$  primaire. Ceci s'explique par le fait que plus on forme du magnésium dans la phase primaire, moins on en trouve dans l'eutectique.

Tableau 1.7 - Paramètres stéréologiques de la phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  et de l'eutectique dans l'alliage AZ91D, [33].

Échantillon	Particules primaires solides $\alpha(\text{Mg})$				Eutectique
	Fraction volumique(%)	Diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ )	Surface moyenne ( $\mu\text{m}^2$ )	Facteur de forme( $\mu\text{m}$ )	Diamètre de la phase $\alpha(\mu\text{m})$
1	4	34.6	939.8	0.47	10
2	22	43.9	1512.8	0.64	5
3	43	45.3	1610.9	0.65	5
4	58	66.6	3481.9	0.61	-

Selon Czerwinski et *al.*[33], une augmentation de la fraction volumique de la phase primaire affine la phase  $\alpha(\text{Mg})$  dans l'eutectique. Ceci se voit sur les images SEM car la phase  $\alpha(\text{Mg})$  conduit mieux les électrons que le composé intermétallique  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  : la phase  $\alpha(\text{Mg})$  apparaîtra en noir sur les images tandis que le composé intermétallique, conduisant peu les électrons, les piégera, voir figure 1.30. D'après Czerwinski et *al.*[33], pour des fractions de phase  $\alpha(\text{Mg})$  primaire croissantes, la microstructure de l'eutectique apparaît fine puisque celui-ci est composé de  $\alpha(\text{Mg})$  et de  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  et que la plupart du magnésium est sous forme primaire.

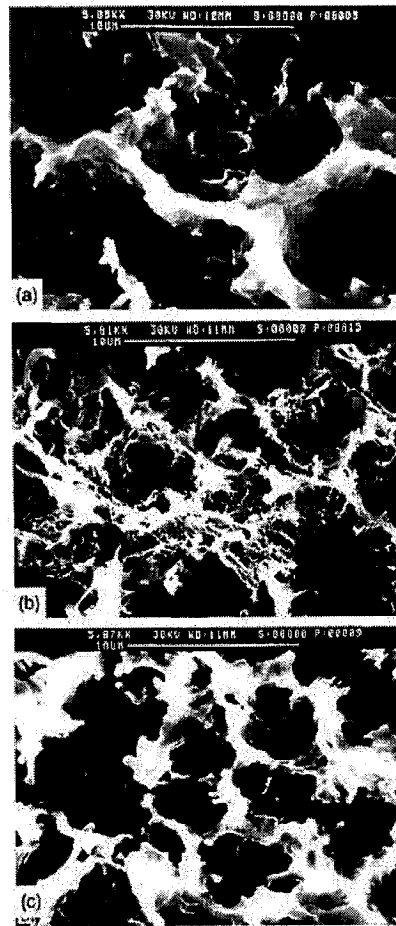


Figure 1.30 - Morphologie de l'eutectique en fonction de la fraction solide totale. Les zones noires représentent la phase  $\alpha(\text{Mg})$  tandis que les zones blanches représentent la phase liquide.

a :  $f_s=5\%$  - b :  $f_s=22\%$  - c :  $f_s=43\%$ , [33].

### 1.5.1.3 Essai de traction sur l'alliage AZ91D

Des essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes issues du thixomoulage et analysés par Czerwinski et *al.*[33]. Sur la figure 1.31, nous illustrons plusieurs résultats de différents auteurs qui ont testé l'alliage AZ91D, suivant différentes vitesses d'injection durant le thixomoulage<sup>®</sup>. En fait, les vitesses d'injection vont influencer plus ou moins l'évolution de la fraction primaire dans le produit fini et, suivant ce que la sélection des propriétés exige, il y aura un compromis à faire entre la fraction solide ainsi que de la fraction de l'eutectique. En général, nous observons sur cette figure une diminution de la résistance à la traction du matériau versus une augmentation de la fraction solide primaire. En comparant les données de leurs études sur l'alliage AZ91D thixomoulé avec celles prédites par la norme ASTM du même alliage moulé sous pression, Czerwinski et *al.*[33] affirment que jusqu'à une fraction solide primaire  $f_s=20\%$  l'alliage AZ91D thixomoulé présente une meilleure résistance à la traction, soit supérieure à 230 MPa. Sur la figure 1.32, la dépendance de la fraction solide sur l'élongation s'avère plus prononcée du fait que les pentes sont plus raides. Plus encore, si on compare les diverses vitesses d'injection qui y figurent, nous notons que pour une vitesse élevée, l'élongation chute brutalement. Ceci est dû au fait que la fraction solide primaire lors de l'élaboration de la structure non-dendritique est plus importante lorsque la vitesse d'injection est élevée. Comme nous l'avions vu plus haut, puisque la porosité est plus importante lorsque la taille de la phase primaire est élevée, la matrice (phase liquide) sera plus poreuse, donc moins ductile.

En comparant les figures 1.31 et 1.32, Czerwinski et *al.*[33] ont remarqué que pour une résistance croissante, l'élongation était également croissante. Ceci s'explique par le fait que la matrice est moins poreuse et contient peu de fraction solide primaire.

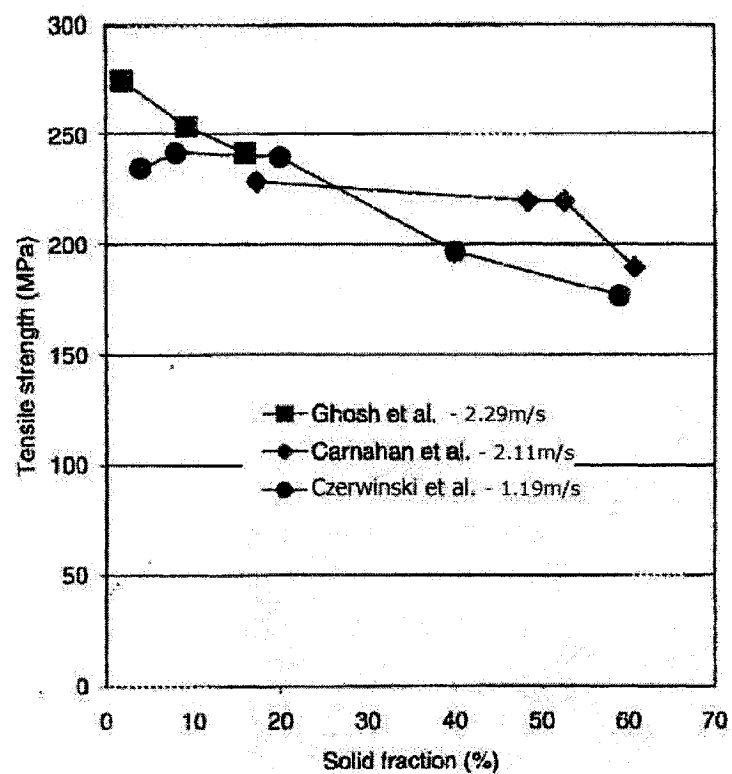


Figure 1.31 - Résistance à la traction de l'alliage AZ91D thixomoulé en fonction de la fraction volumique de la phase solide et suivant trois vitesses d'injection, [33].

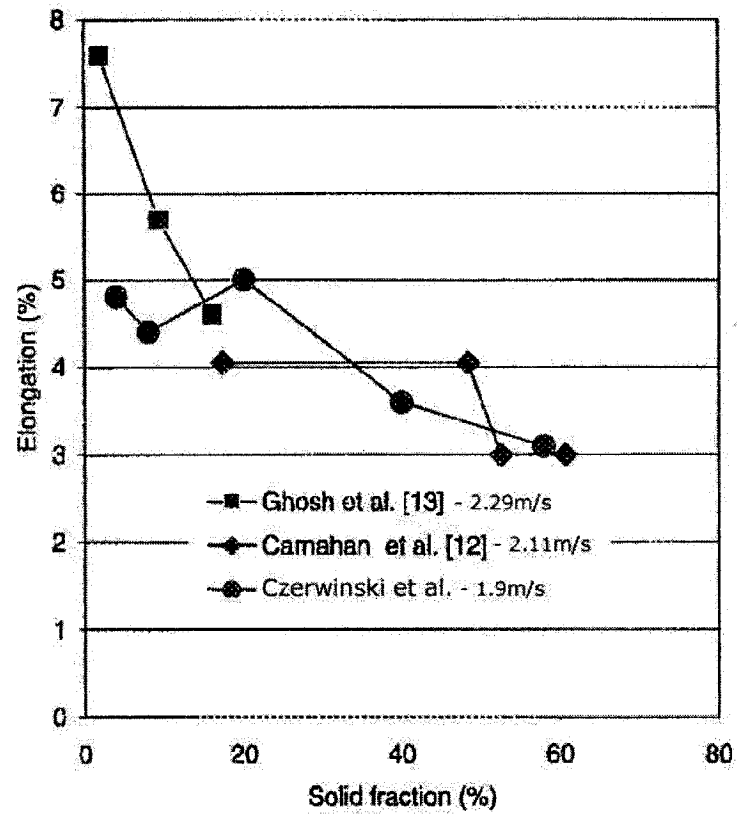


Figure 1.32 - Élongation des éprouvettes d'AZ91D thixomoulées en fonction de la fraction solide et suivant différentes vitesses d'injection, [33].

#### 1.5.1.4 Produits du thixomoulage

L'intérêt des produits à base de magnésium recouvre l'industrie de pointe autant que l'industrie lourde. Les pièces thixomoulées se retrouvent dans les appareils électroniques, ainsi que dans l'architecture de l'automobile.

Le téléphone cellulaire, voir figure 1.33, a pris aujourd'hui une fraction importante dans le décor de notre quotidien, surtout lorsqu'il donne l'aspect métallique de sa surface. De plus, au plus il est léger, au plus il sera confortable. C'est une caractéristique des alliages de magnésium d'être légers, vu que la densité du métal pur est de  $1.74 \text{ g/cm}^3$ .

Le montage des ordinateurs portatifs, voir figure 1.34, consomme largement le magnésium par thixomoulage pour produire des boîtiers d'une rigidité supérieure à celle en plastique et qui donne une esthétique brillante et moderne.



Figure 1.33 - Cadre d'un téléphone cellulaire fabriqué par thixomoulage®, [54].



Figure 1.34 - Boîtier d'un ordinateur portable fabriqué en magnésium par thixomoulage®, [54].

Des pièces de géométrie plus complexes peuvent être élaborées par thixomoulage d'alliage de magnésium ayant une qualité de fini de surface qui n'oblige pas à procéder à un usinage, tel qu'illustré sur les images de boîtier de caméra, voir figure 1.35. En comparant avec les thermoplastiques, la rigidité spécifique (rapport de la rigidité sur la masse) ainsi que la résistance à haute température dans le cas des alliages thixomoulés sont plus élevées que dans le cas des thermoplastiques ayant la même densité. Ajoutons à cela, le fait que la fluidité est plus élevée que dans le cas de la solidification dendritique, il sera plus facile d'élaborer des pièces de faible épaisseur (jusqu'à 0.5 mm).

Certaines pièces d'automobile, telles que le bloc complet du tableau de bord de certains véhicules de marque GM comme illustré ci-dessous sont également élaborées de nos jours par moulage sous-pression. Le but étant toujours de réduire la masse totale des engins, d'améliorer la résistance à la vibration, de réduire la porosité, notamment due au retrait lors de la solidification et d'augmenter la précision des pièces avec une meilleure stabilité dimensionnelle.

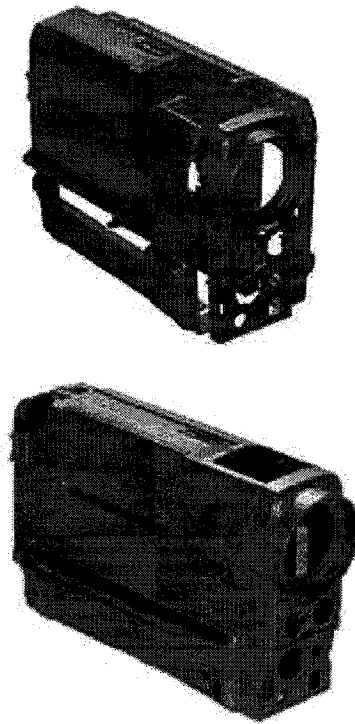


Figure 1.35 - Boîtier d'une vidéocaméra en alliage de magnésium élaboré par thixomoulage®, [54].

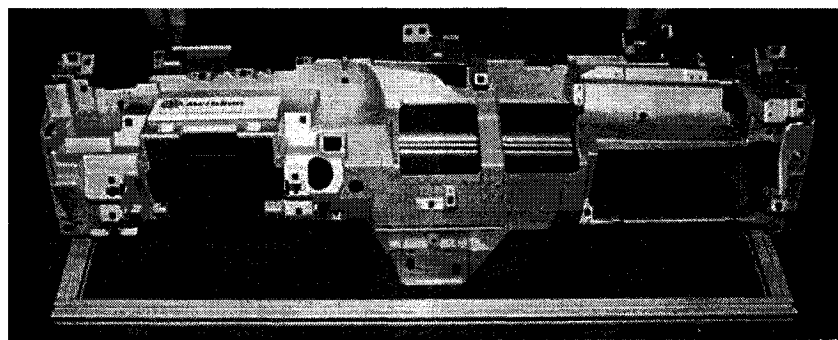


Figure 1.36 - Bloc de tableau de bord de véhicule de marque GM, [24].



En comparant ce dernier processus à tout processus conventionnel de mise en forme à l'état liquide, nous observons moins de ségrégation de la phase liquide dans le premier, ainsi qu'une microstructure plus fine, étant donné qu'il y a moins d'échange de chaleur. D'un point de vue pratique, la vitesse de production est à une cadence plus élevée du fait que la température d'élaboration est plus faible, conduisant ainsi à un retour à la température ambiante plus rapide et à une durée de vie des moules plus longue. Les paramètres qui vont influencer qualitativement sur l'évolution de la structure, et par conséquent de la faisabilité du thixoformage, sont résumés dans le tableau 1.8.

Tableau 1.8 - Effet des paramètres d'élaboration sur les propriétés stéréologiques, [48].

Vitesse de cisaillement	Temps de repos	Durée de cisaillement	Nombre de grain (/mm <sup>2</sup> )	Rayon moyen des grains (μm)	Sphéricité moyenne moyenne ( $4\pi A/P^2$ )
↗	-	-	↗	↘	↗
-	↗	-	↘	↗	↗
-	-	↗	↗	↘	↗

A:surface du grain - P:périmètre du grain

### 1.5.2 Comportement des gelées au forgeage

Le forgeage des alliages à l'état semi-solide vient confirmer ce qui a été observé dans la méthode de mise en forme par thixomoulage<sup>®</sup>. À partir d'un alliage à l'état semi-solide, la charge appliquée pour le forcer à remplir un moule est responsable de la microstructure résultante. Selon Yoshida et *al.*[20], en appliquant des faibles charges lors du forgeage, la ségrégation de la phase liquide est observée dans les alliages Al-4%Cu. Par contre, au plus cette force sera importante, au plus la structure paraîtra plus homogène, soit une bonne distribution de la fraction solide dans toute l'éprouvette forgée. Sur la figure 1.37, nous illustrons le schéma du moule adopté par Yoshida et *al.*[20] pour étudier le comportement microstructural de l'alliage Al-4%Cu au forgeage à l'état semi-solide. Deux types de microstructures ont été proposées à titre de comparaison pour une fraction solide de 0.6 :

- La microstructure dendritique. L'éprouvette chauffée à 450°C est forgée à une vitesse de 40mm/s pour deux épaisseurs du produit fini : 5 mm et 1.5 mm. Cependant cette gelée n'a pas pu remplir le moule dont l'épaisseur est de 5 mm.
- La microstructure globulaire (thixoforgeage). Avec les mêmes conditions citées ci-dessus, les moules d'épaisseurs 1.5 et 5 mm ont pu être remplis, ce qui confirme l'avantage des structures semi-solides à l'état globulaire à s'adapter à la mise en forme, par rapport aux structures dendritiques.

En faisant varier la force d'impact, la fluidité de la gelée semi-solide varie proportionnellement, en gardant toujours l'avantage de la structure globulaire sur la structure dendritique. Sur la figure 1.38, nous comparons les deux types de structures pour deux épaisseurs du moule.

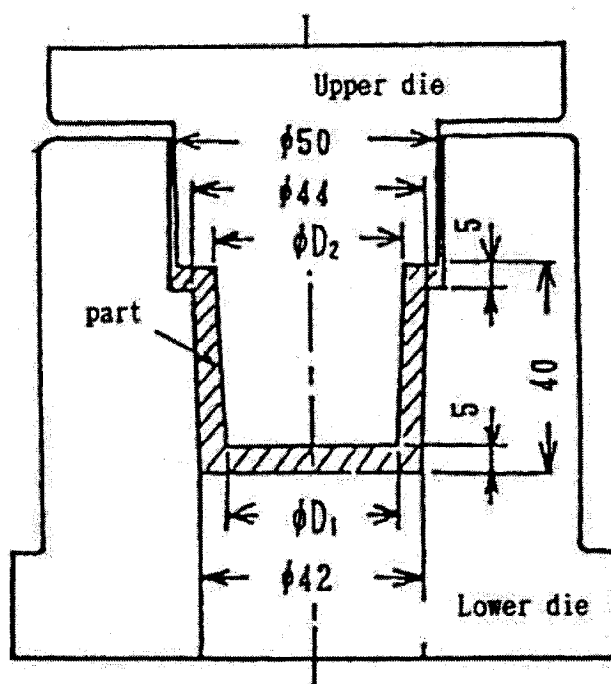


Figure 1.37 - Moule pour l'essai de forgeage. (Presse 200 tonnes), [20].

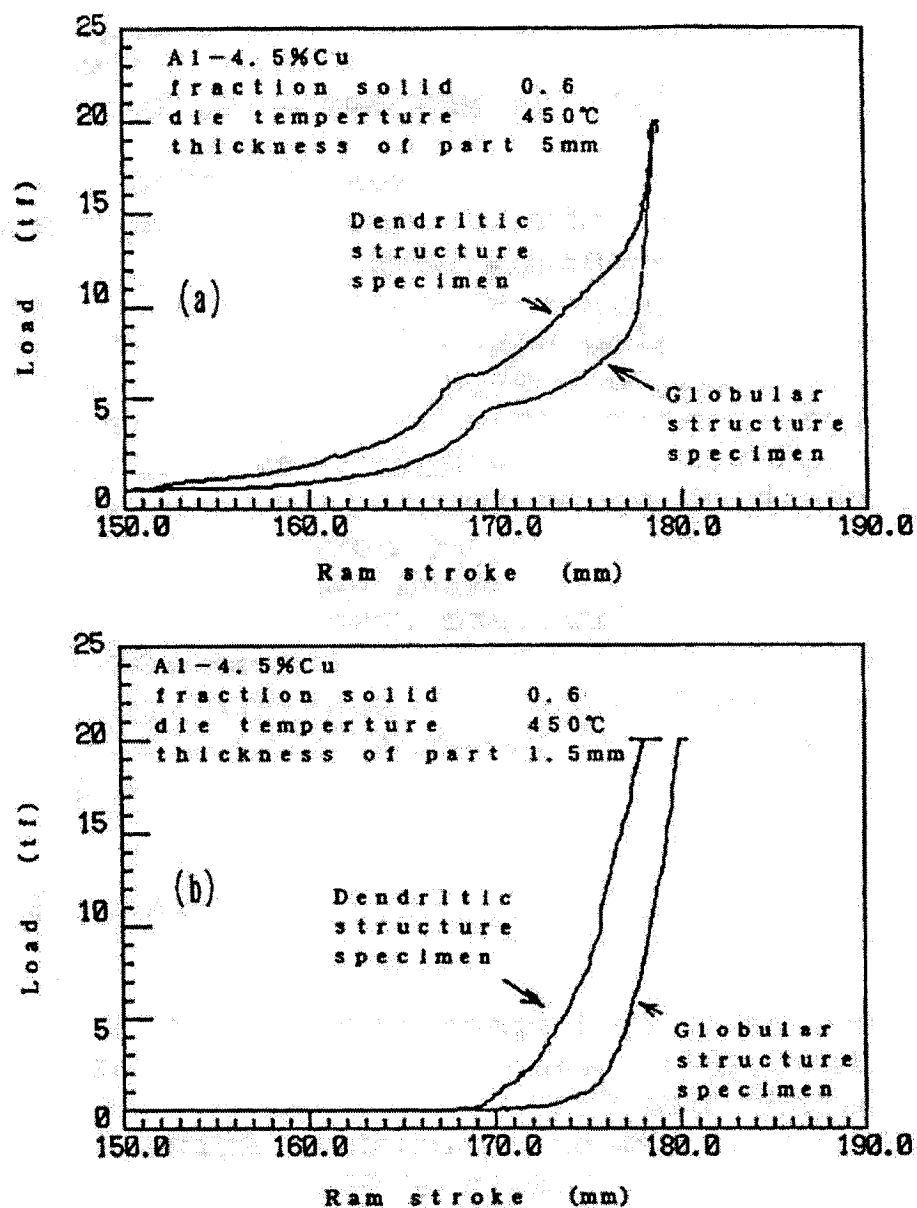


Figure 1.38 - Évolution entre la charge et le parcours du piston, [20].

D'un point de vue microstructural, la micrographie révèle une répartition de la fraction solide plus ou moins homogène, selon le domaine d'observation. Les microstructures prises au fond, à la paroi latérale et au col de l'éprouvette montrent que la phase liquide n'est pas également répartie sur toute l'ébauche :

- au fond, il n'y a quasiment pas de liquide,
- sur la paroi latérale, il y a du liquide entre les globules de phase primaire,
- au col, la fraction liquide est maximale.

Sur la figure 1.39, les différents domaines d'observation sont illustrés comparativement à la microstructure initiale globulaire. Une observation qui confirme ce constat est la teneur en cuivre au fond, à la paroi latérale et au col de l'ébauche. Yoshida et *al.*[20] constate une augmentation de la teneur en cuivre depuis le fond jusqu'au col car la teneur en cuivre dans le liquide est supérieure à celle de la phase primaire, selon le diagramme de phase Al-Cu. Sur la figure 1.40, les teneurs en cuivre sont représentées selon le domaine d'observation. Cette irrégularité semble moins prononcée une fois que la charge appliquée augmente. En procédant par un forgeage à l'aide d'une charge de 50 tonnes, Yoshida et *al.*[20] constatent que la microstructure paraît plus homogène et le confirment en constatant que la teneur en cuivre est quasiment constante tout le long de la paroi. Sur la figure 1.41 nous illustrons leurs observations. Le même test a également été effectué sur une microstructure dendritique qui révèle, malgré la charge intense (50 tonnes) une macro-ségrégation au fur et à mesure que l'on s'éloigne du fond de l'ébauche.

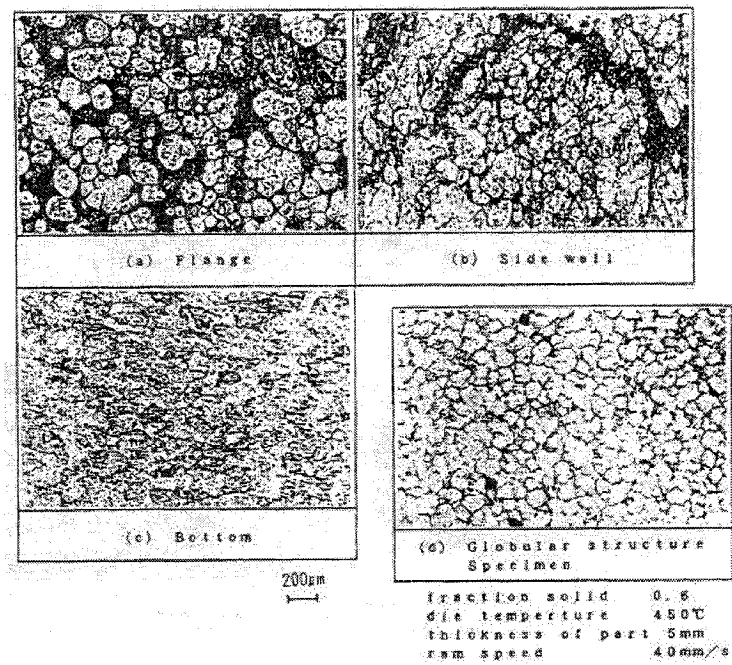


Figure 1.39 - Microstructures du lingot Al-4.5%Cu forgé. Fraction solide  $f_s$  : 0.6 - température du moule T : 450°C - épaisseur de la pièce : 5mm - vitesse du piston : 40mm/s, [20].

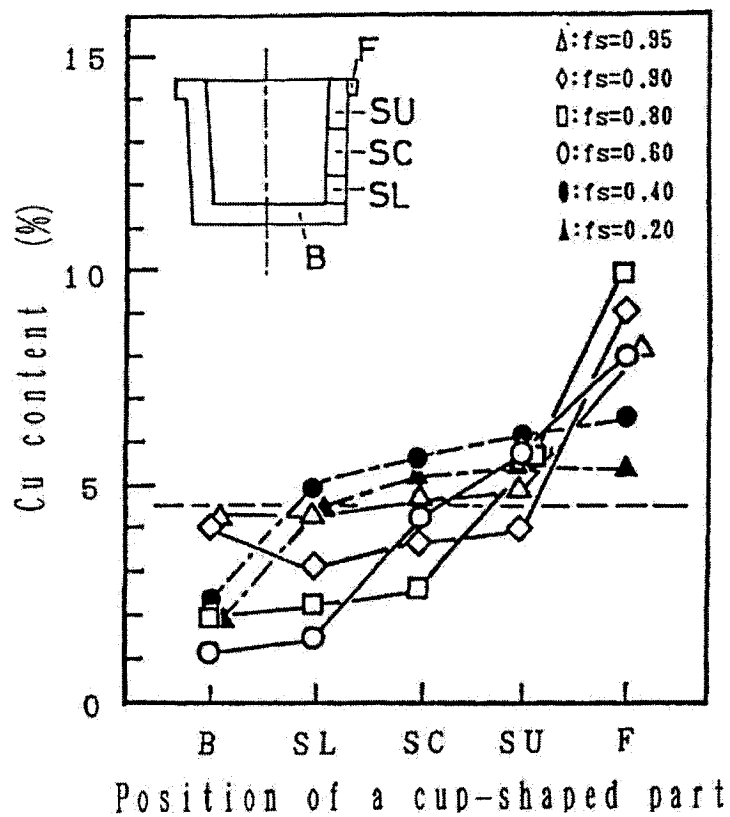
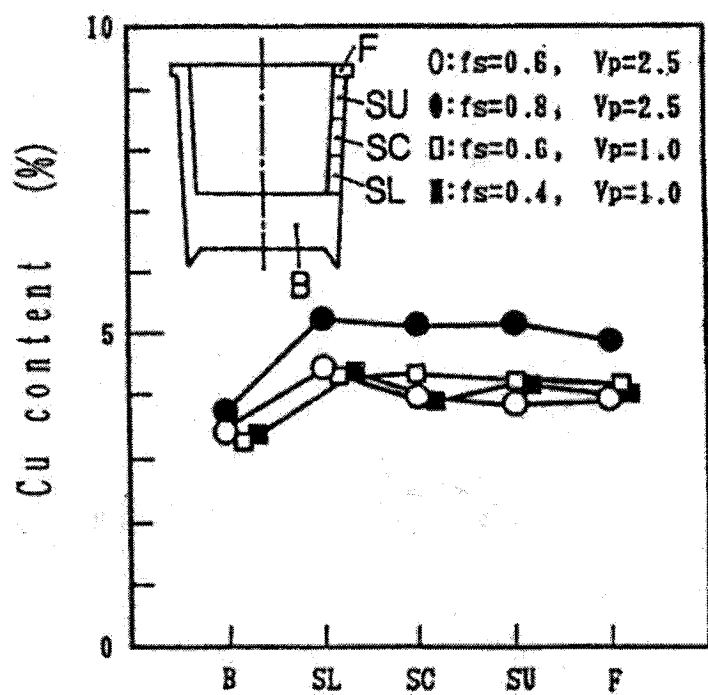


Figure 1.40 - Teneur en cuivre dans différentes zones d'un lingot Al-4.5%Cu forgé. Fraction solide  $f_s$  : 0.2-0.95 - vitesse du piston : 40mm/s, [20].



Position of a cup-shaped part

Figure 1.41 - Teneur en cuivre dans différentes zones d'un lingot Al-4.5%Cu forgé. Fraction solide : 0.4 ~ 0.8 - vitesse du piston : 1 et 2.5 m/s, [20].



Dans les travaux de Laxmanan et Flemings [34], le comportement rhéologique de l'alliage Sn-15%Pb a révélé une charge à appliquer plus faible dans le cas de structure non-dendritique et ce, pour un même taux de déformation. Dans le tableau 1.9, nous résumons leurs travaux.

Tableau 1.9 - Comparaison entre déformations et résistances des structures dendritique et rhéocoulée, [34].

Fraction solide $f_s$	Déformation $\epsilon$	Contrainte $\sigma$ (kPa)	
		Rhéocoulée	Dendritique
0.35	0.50	11.6	84.7
0.50	0.49	31	-
0.50	0.15	-	186

L'essai de forgeage à l'état semi-solide se résume à un test de compression d'une pastille cylindrique entre deux plateaux parallèles, dont l'écart sera enregistré pour évaluer par la suite l'évolution de la viscosité par rapport au temps et à la charge imposée. Étant donné que le matériau est pâteux, les courbes contrainte-déformation dans les cas dendritique et globulaire auront l'allure illustrée par Suéry et Flemings [37] comme sur la figure 1.42.

Sur la figure 1.43, nous dressons des courbes typiques de déformation de structures non-dendritiques pour l'alliage Sn-15%Pb dont l'allure est également reprise par les travaux d'Azzi [29], pour le cas de structures dendritiques et non-dendritiques.

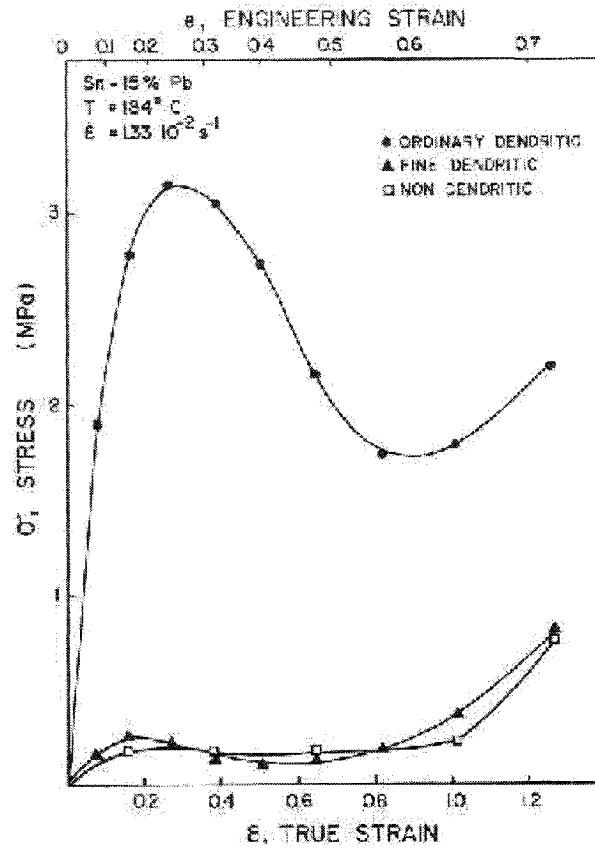


Figure 1.42 - Comparaison entre les courbes contrainte-déformation d'un alliage Sn-15%Pb,  $f_s=0.63$ , dans les cas de structures dendritiques et globulaires, déformées par compression à  $\dot{\epsilon}=1.33 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , [37].

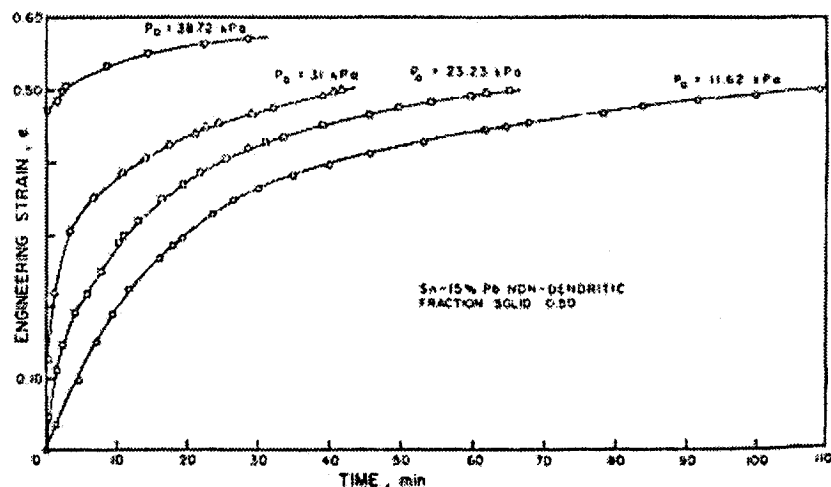


Figure 1.43 - Courbe déformation-temps d'un alliage Sn-15%Pb non-dendritique,  $f_s=0.50$ , [34].

Le dispositif expérimental adopté par Laxmanan et Flemings [34], et également repris par Azzi [29], est illustré sur la figure 1.44. Le rhéomètre à plateaux parallèles est constitué de deux plaques chauffantes parallèles dont l'une est fixe (bas) et l'autre mobile (haut), entre lesquelles une pastille cylindrique est insérée puis écrasée (*Squeezing Flow*) à une température constante. Le déplacement du plateau supérieur est lu par un capteur LVDT et les données sont enregistrées par un système d'acquisition. En appliquant une charge constante, la contrainte qui s'exerce sur la billette diminue puisqu'avec la compression la surface de contact augmente.

Les observations micrographiques des pastilles cylindriques forgées confirment l'avantage des structures non-dendritiques à mieux s'adapter au forgeage ; dans les travaux de Laxmanan et Flemings [34] et ceux d'Azzi [29], la phase primaire est présente dans tous les échantillons, avec une légère augmentation au centre des billettes. De plus, ils observent que, dans le cas des structures non-dendritiques, il y a absence de fissure comparativement au forgeage de billettes dendritiques. Sur

la figure 1.45, Azzi [29] illustre la répartition de la phase primaire dans le cas de l'alliage A356 rhéocoulé au cœur et à la périphérie de la billette. Cependant, pour une structure dendritique, le chemin suivi par la phase liquide pendant le test de forgeage est plus orienté et fera de sorte que la macro-ségrégation sera bien évidente, voir figure 1.48. Il demeure pertinent de noter que pour une fraction solide donnée, la microstructure au centre et à la périphérie de la pastille écrasée aura une dépendance étroite avec charge appliquée qui, en augmentant, va favoriser la migration des grains de phase primaire loin du centre de la billette. En d'autres termes, pour une fraction solide et une morphologie données, la distribution des particules au sein de la pastille forgée sera contrôlée par la charge imposée, tandis que pour une fraction solide et une charge imposée données, cette distribution sera contrôlée par la morphologie de la microstructure. Suéry et Flemings [37], dans leurs travaux sur la déformation des alliages Sn-Pb à l'état semi-solide, confirment les observations de Yoshida et *al.*[20] concernant la migration de la phase liquide loin du centre de la billette. Sur la figure 1.46, la répartition de la fraction liquide est fonction de la déformation imposée, que la structure soit dendritique ou globulaire, ceci dans le cas du forgeage à faible vitesse de déformation. Dans le cas du forgeage à haute vitesse de déformation, la distribution de la phase liquide est quasiment uniforme. Ceci met en valeur le rôle de la force exercée ou de la vitesse élevée du piston à répartir de façon homogène la microstructure.

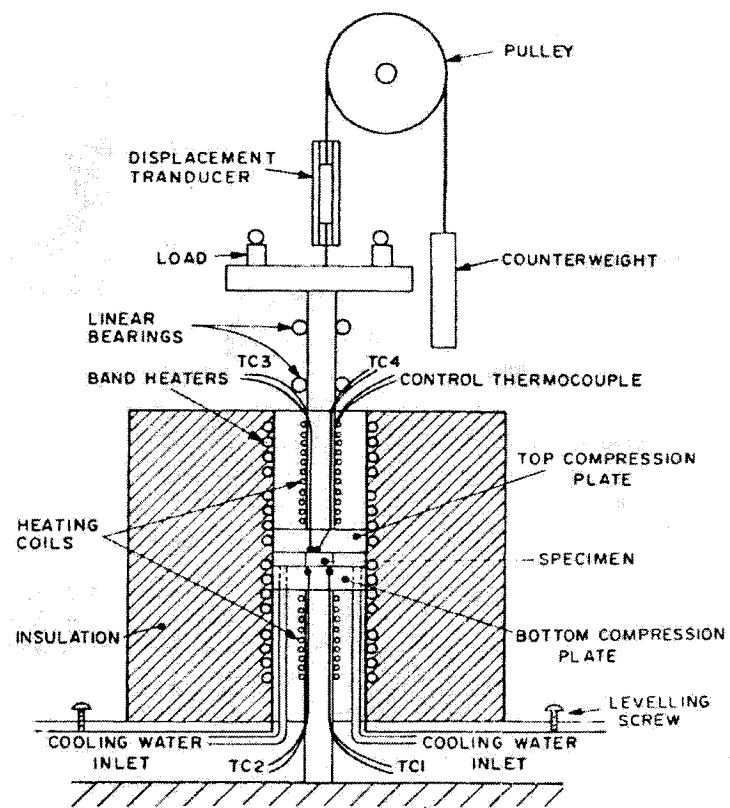


Figure 1.44 - Dispositif expérimental pour l'essai de forgeage (*Squeezing Flow*), [34].

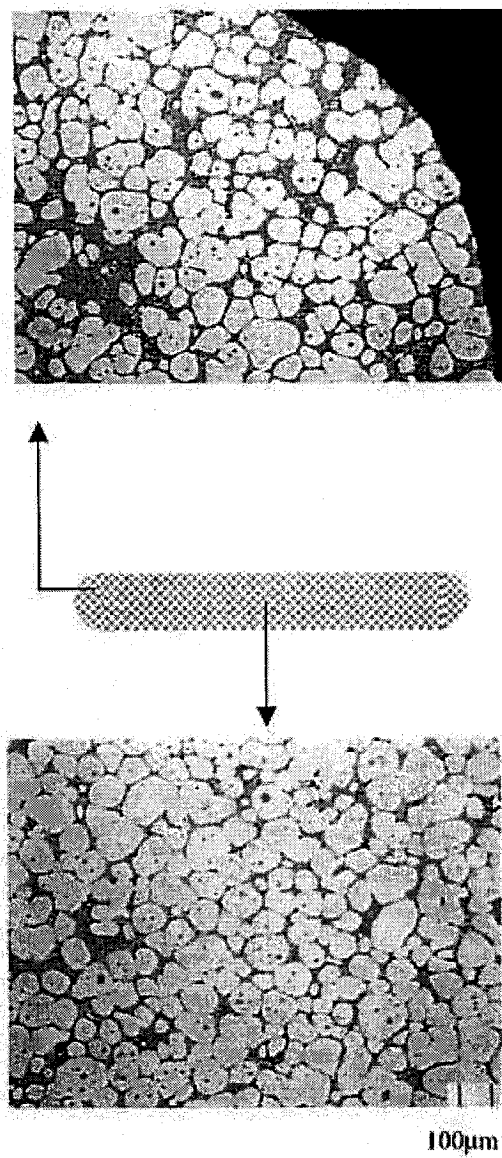
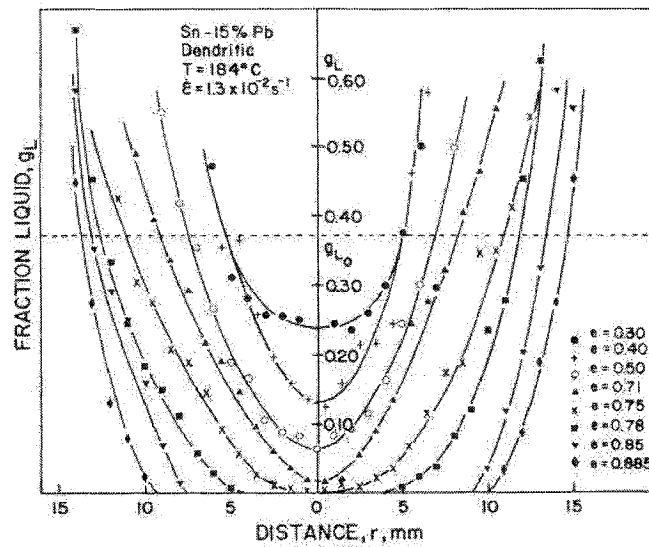
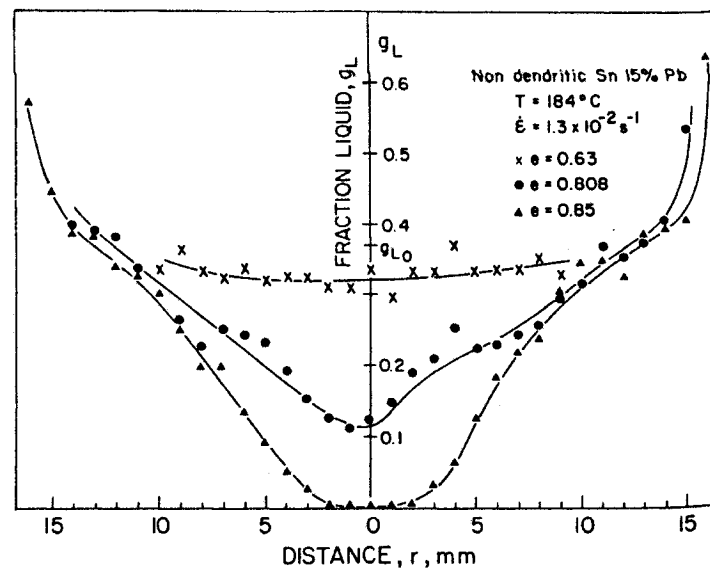


Figure 1.45 - Microstructures des éprouvettes rhéocoulées de l'alliage A356.  $\epsilon=0.5$ ,  $\dot{\epsilon}=10^{-3}s^{-1}$ ,  $T=585^{\circ}C$  et  $P_o=42$  kPa), [29].



(a) Cas dendritique



(b) Cas rhéocoulé

Figure 1.46 - Distribution radiale de la fraction liquide en fonction du taux de déformation des éprouvettes d'alliage Sn-15%Pb forgées. (a) Cas dendritique - (b) Cas non-dendritique, [37].

Jusqu'ici, la modélisation du comportement en forgeage s'est contentée de faibles vitesses de cisaillement, ou de faibles charges imposées. Dans les travaux de Azzi [29], qui n'ont pourtant pas fait l'objet d'une étude du comportement à grande vitesse de cisaillement, une microstructure comme celle montrée à la figure 1.49 a mis en évidence le rôle de la charge imposée, ainsi que de la fraction solide, quant à l'homogénéisation de la structure non-dendritique de l'alliage A356 ainsi que du composite GrA-Ni® ; la ségrégation n'est pas aussi pertinente entre le cœur et la périphérie comme illustré sur la figure 1.49. Azzi [29] interprète ceci en faisant allusion au rôle structural des particules de renfort à la sphéroïdisation de la structure. Ainsi, dans le cas de la structure dendritique, comme illustré sur la figure 1.49, le liquide semble occuper la périphérie de la billette, laissant le centre avec de grosses particules de phase primaire. Contrairement aux observations d'Azzi [29], lorsque des billettes dendritiques de fraction solide moyenne sont forgées, un phénomène de fissuration est observé. La déformation augmente brusquement puisque la phase liquide a tendance à remplir les fissures générées entre les dendrites et augmente ainsi la fluidité de la gelée, Laxmanan et Flemings [34]. Ce constat n'est cependant pas visible lors du forgeage de billette à haute fraction solide, comme illustré sur la figure 1.47.

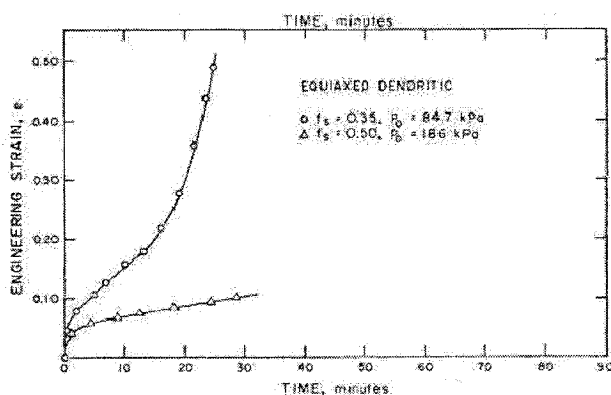


Figure 1.47 - Courbe déformation-temps dans le cas de l'alliage Sn-15%Pb à l'état dendritique, [34].



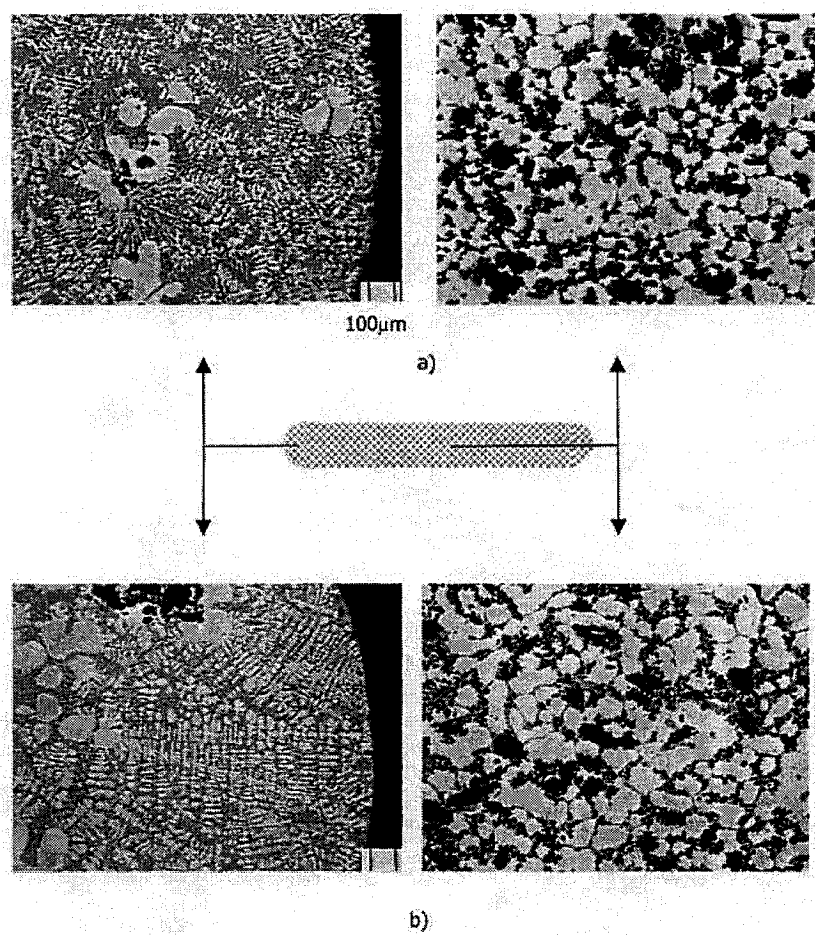


Figure 1.48 - Microstructure des éprouvettes de GrA-Ni®-6S3G dendritiques. (a)  $\epsilon=0.62$ ,  $T=575^\circ\text{C}$  et  $P_o=200\text{ kPa}$ . (b)  $\epsilon=0.62$ ,  $T=585^\circ\text{C}$  et  $P_o=20\text{ kPa}$ , [29].

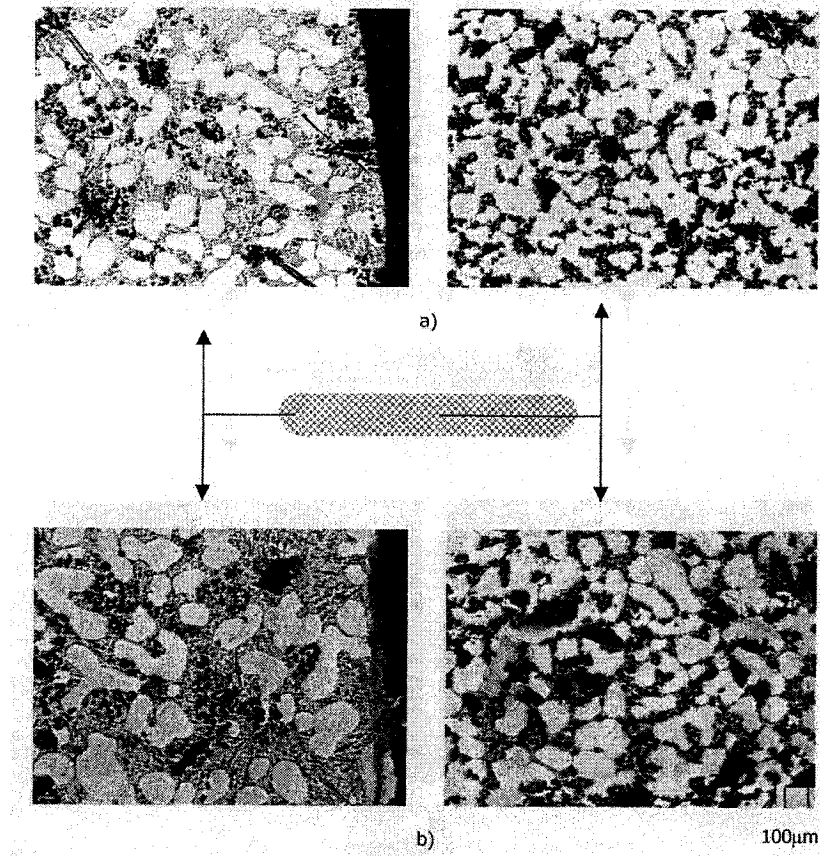


Figure 1.49 - Microstructures des éprouvettes de GrA-Ni<sup>®</sup>-6S3G rhéocoulées et déformées entre plateaux parallèles. (a)  $\epsilon=0.5$ ,  $\dot{\epsilon}=3.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $T=575^{\circ}\text{C}$  et  $P_o=20 \text{ kPa}$ . (b)  $\epsilon=0.5$ ,  $\dot{\epsilon}=2.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $T=575^{\circ}\text{C}$  et  $P_o=60 \text{ kPa}$ , [29].

## 1.6 Comportement rhéologique des alliages à l'état semi-solide

La relation microstructures-propriétés rhéologiques doit fondamentalement passer par la compréhension du comportement rhéologique des gélées. Celles-ci réagissent aux contraintes externes imposées selon leur microstructure ainsi que l'histoire thermo-mécanique imposé par l'expérience. Nous avons déjà cité ci-dessus les premiers travaux dans le domaine de l'élaboration des structures non-dendritiques. Nous verrons ci-dessous comment se comportent les alliages à l'état semi-solide lors de leur élaboration, ainsi que durant leur mise en forme.

### 1.6.1 Rhéométrie Couette lors du refroidissement continu

Dans les travaux de Spencer [1], la viscosité de l'alliage Sn-15%Pb était mesurée pendant le refroidissement depuis l'état complètement liquide jusqu'à une température du domaine semi-solide, voir figure 1.50. En fait, l'alliage Sn-15%Pb a été choisi, selon Spencer et *al.*[1], pour sa faible température de traitement ( $\sim 200^\circ\text{C}$ ) et de plus, pour le faible écart entre les densités aux états liquide et solide. Selon ces auteurs [1], ce faible écart minimisera la ségrégation de la phase liquide lors de la solidification. Généralement, à une fraction solide de 0.2, l'alliage commence à devenir visqueux si aucun brassage ne lui est appliqué. Par contre, lors d'un brassage vigoureux, l'alliage à une fraction solide de 0.4 peut encore manifester une viscosité typique de certains liquides visqueux tels que l'huile, [3]. Lors du refroidissement continu d'un alliage de composition donnée, le passage de l'état liquide à l'état pâteux commence dès que le point de la courbe du liquidus est franchi. À ce stade, la viscosité apparente qui était négligeable à l'état liquide (de l'ordre de  $10^{-4}\text{Pa.s}$ ) augmente de manière exponentielle tout au long du refroidissement. Une fois la courbe du solidus atteinte, nous pouvons affirmer que la viscosité apparente est infinie puisque l'alliage est com-

plètement solide. Sur la figure 1.50, le refroidissement continu de l'alliage Sn-15%Pb a été présenté en traçant la courbe expérimentale de la viscosité en fonction de la fraction solide, ceci pour une vitesse de refroidissement de  $0.006\text{K.s}^{-1}$  et une vitesse de cisaillement de  $200\text{ s}^{-1}$ . Ce comportement a été modélisé par Thomas [31] qui lie la viscosité relative à la fraction volumique du solide :

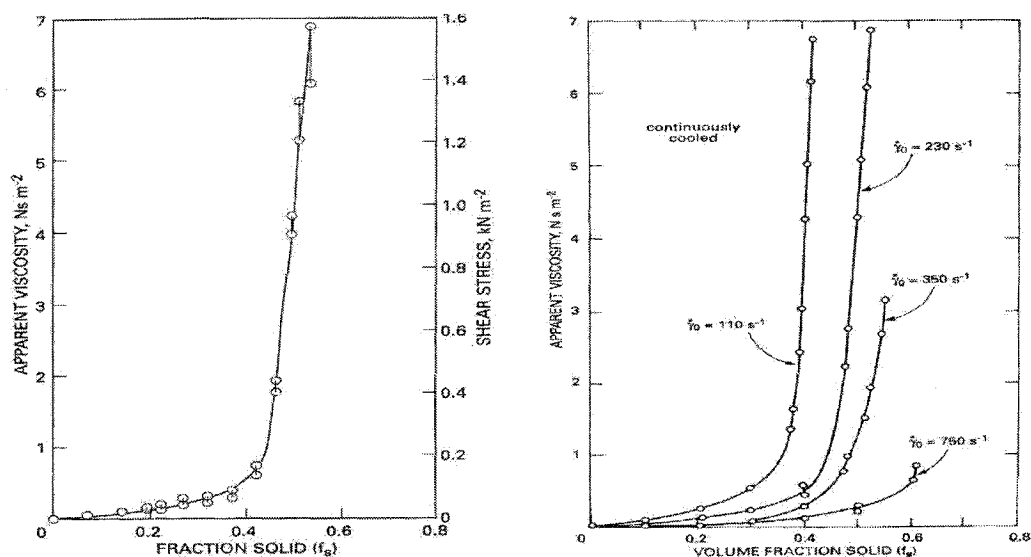
$$\eta_r = 1 + 2.5f_s + 10.05f_s^2 + A\exp(Bf_s) \quad (1.3)$$

où  $\eta_r$  est la viscosité relative,  $f_s$  la fraction solide,  $A$  et  $B$  étant des constantes expérimentales à déterminer.

Des études sur le même alliage ont été réalisées par Joly et Mehrabian [2] en faisant varier les paramètres suivants : la vitesse de refroidissement et la vitesse de brassage. L'approche effectuée par ces deux auteurs est plus critique puisqu'elle se rapproche beaucoup plus des conditions industrielles de production de pièces à l'état semi-solide ; le remplissage du moule par rhéocoulée ou rhéoformage s'effectue à des vitesses de cisaillement différentes, suivant la géométrie complexe du moule. Sur la figure 1.50 et pour une même vitesse de refroidissement, la viscosité de l'alliage Sn-15%Pb varie avec la vitesse de cisaillement et ce, pour une même fraction solide. Pour une fraction solide de 0.6 mais à une vitesse de cisaillement de  $750\text{ s}^{-1}$ , la viscosité est nettement inférieure à celle de l'alliage ayant la même fraction solide, et la même vitesse de refroidissement mais brassé à une vitesse de  $230\text{ s}^{-1}$ .

L'observation métallographique rapportée par Joly et Mehrabian [2] révèle l'étroite relation entre le comportement rhéologique et l'allure de la microstructure. Alors que, dans le cas de la solidification conventionnelle, les dendrites représentent la phase primaire, les structures brassées quant à elles se présentent comme des sphéroïdes ou plus exactement des globules, comme vu précédemment sur la figure 1.15. En fait, cette structure dépend beaucoup plus de la vitesse de cisaille-

ment et du temps de maintien dans le domaine semi-solide, [10]. La figure 1.15 montre une structure globulaire rhéocoulée qui illustre bien l'évolution irréversible de la microstructure, tel qu'expliqué par Flemings [3]. Certaines observations métallographiques réalisées sur des processus arrêtés lors du refroidissement à l'état semi-solide, montre clairement des particules de phase primaire en pleine évolution vers une structure sphéroïdale : des sphéroïdes et des rosettes peuvent se trouver simultanément dans le même échantillon. D'après Flemings [3], lorsque la viscosité de l'alliage semi-solide est mesurée pendant le refroidissement continu, elle semble étroitement liée à la vitesse de cisaillement. Joly et Mehrabian [2] ont procédé par une approche différente pour mettre en valeur le comportement de la microstructure rhéocoulée et qui sera cité au paragraphe ci-dessous.



(a) - Brassage à  $200 \text{ s}^{-1}$  en refroidissement continu à une vitesse de  $0.006 \text{ K.s}^{-1}$

(b) - Refroidissement continu à  $0.33 \text{ K.min}^{-1}$  et à différentes vitesses de cisaillement

Figure 1.50 Évolution de la viscosité apparente de l'alliage Sn-15%Pb durant le refroidissement continu, [1].

### 1.6.2 Rhéométrie Couette lors du maintien isotherme

Si maintenant la structure est maintenue à une température fixe du domaine semi-solide, soit à une fraction solide donnée  $f_s$ , le brassage continu entraînera une diminution de la viscosité jusqu'à atteindre une valeur dépendant des conditions opératoires, en l'occurrence la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  et la fraction solide  $f_s$ . À ce stade, un équilibre dynamique entre les vitesses de destruction et de reconstruction de la forme des particules de la phase primaire s'établit et la viscosité semble avoir atteint un plateau. Un tel comportement de la gelée, du fait que la contrainte de cisaillement atteint un palier en fonction de la vitesse de cisaillement, est qualifié de rhéo-fluidisant, voir figure 1.51. En d'autres termes, la viscosité varie dans le sens contraire de la vitesse de cisaillement. De plus, ce comportement semble réversible. La viscosité apparente  $\eta$  et la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  sont reliées par une loi dite de puissance :

$$\eta = m\dot{\gamma}^{n-1} \quad (1.4)$$

où  $m$  est le degré de consistance du fluide,  $n$  est une mesure du degré de comportement non-newtonien.

Le comportement rhéo-fluidisant ou pseudo-plastique est expliqué comme un comportement dynamique de la microstructure, qui, du fait de la solidification, tend à rapprocher les particules de la phase primaire, mais simultanément le brassage vigoureux induit un cisaillement qui rompra les liens déjà établis. Selon Kirkwood [10], la pseudo-plasticité est largement observée dans les alliages dont les agglomérats de fraction primaire se génèrent durant la solidification et qui, par collision et orientation préférentielle s'amassent les uns sur les autres, comme montré par Flemings [3] sur la figure 1.52, lors d'un faible brassage ou d'un temps de maintien dans le domaine semi-solide. Par contre, à des vitesses de brassage plus intenses, les liens établis

entre ces agglomérats sont rompus et font baisser la viscosité sur plusieurs ordres de grandeur, [40]. Ce comportement est influencé par des conditions expérimentales telles que la vitesse de refroidissement  $\dot{T}$  depuis l'état liquide, la température d'essai  $T$ , la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  imposée, du temps de repos  $t_r$  à la température d'essai  $T$  et du temps  $t$  consacré au cisaillement isotherme. Dans les travaux de Moon [40] sur l'alliage Al-6.5% Si à l'état semi-solide, la viscosité est étroitement liée à l'historique thermomécanique, telle que visualisé sur la figure 1.53.

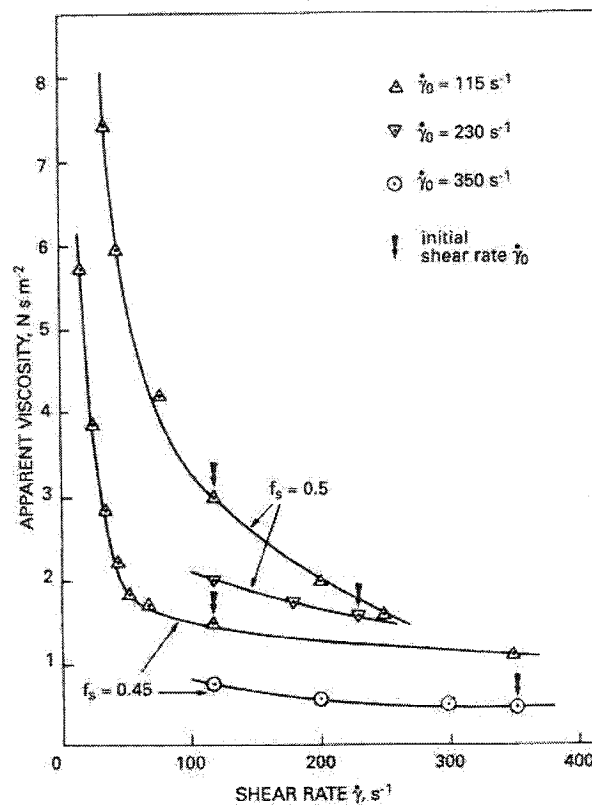


Figure 1.51 - Comportement rhéo-fluidisant de l'alliage Al-6.5%Si à l'état semi-solide, [10].

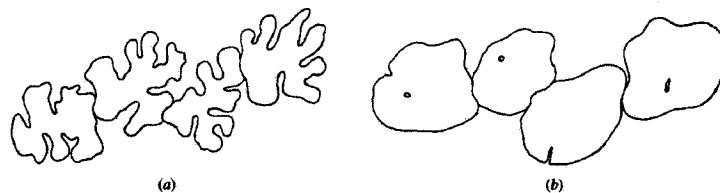


Figure 1.52 - Amas de particules sous forme de rosettes (a) ou de sphéroïdes (b) lors de la reconstruction de la structure quand la vitesse de cisaillement diminue, ou pendant un temps de maintien, [3].

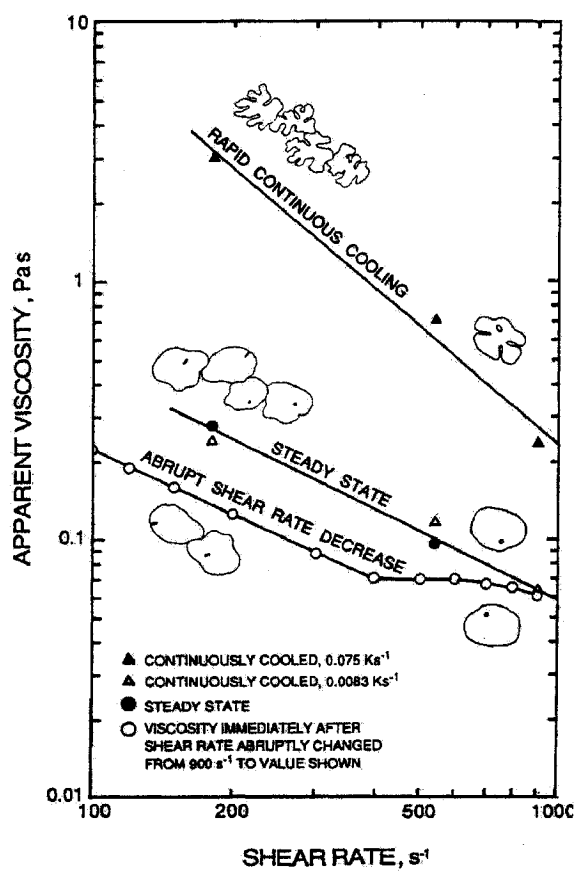


Figure 1.53 - Viscosité apparente versus vitesse de cisaillement de l'alliage Al-6.5%Si avec  $f_s=0.4$ , [3].



Sur la figure 1.53, la courbe du milieu montre la viscosité à des régimes stationnaires, où la température est maintenue constante dans le domaine semi-solide. En maintenant le brassage pendant une durée assez longue, la chute de la viscosité ne rend pas compte seulement de la rupture des liens entre agglomérats, mais également de la sphéroïdisation simultanée des particules de la phase primaire. Ce comportement évoque l'idée de la cinétique qui, traitée plus loin dans cette étude, explique mieux le chemin de solidification non-dendritique entrepris lors du processus. Dans un tel cas, la viscosité de l'alliage lors du régime stationnaire n'est pas donnée instantanément, mais plutôt après qu'un temps de brassage se soit écoulé. Ce comportement à l'écoulement qui dépend du temps est connu sous le nom de thixotropie. Ce phénomène fut originalement démontré par Joly et Mehrabian [2] grâce à un processus cyclique répété qui comprend un brassage continu mais variant de zéro jusqu'à un maximum, suivi d'un retour au zéro. Le résultat obtenu est une famille de boucles d'hystérésis, telle qu'illustrée sur la figure 1.54, dont l'aire est une mesure de la thixotropie [2]. Sur ces courbes, le degré de thixotropie est mis en évidence au fur et à mesure que la fraction solide augmente. En somme plus celle-ci augmente, plus il y aura des liens à briser et plus la thixotropie sera évidente.

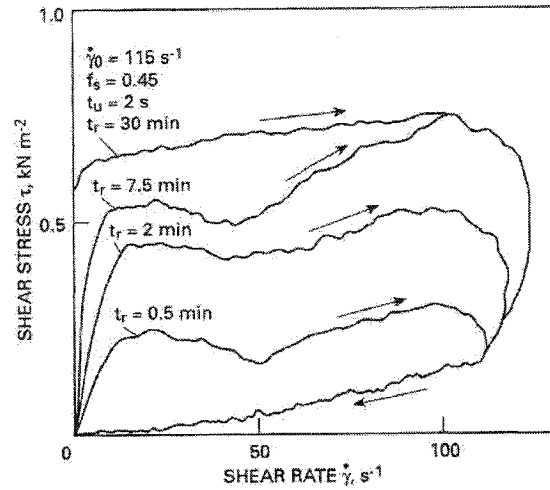
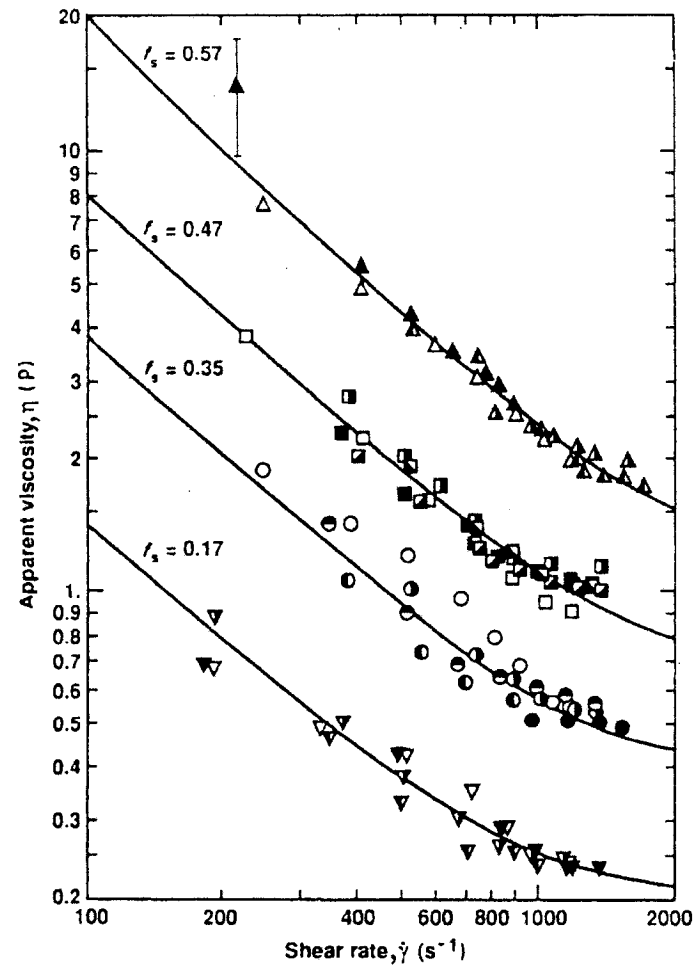


Figure 1.54 - Effet du temps de repos sur l'allure de la boucle d'hystérésis. Cas de l'alliage Sn-15%Pb.  $t_r$  désigne temps de repos -  $t_u$  désigne le temps de montée jusqu'à la vitesse de brassage maximale -  $\dot{\gamma}_0$  désigne la vitesse de brassage initiale -  $f_s$  désigne la fraction solide, [2].

À ce stade, nous savons que la viscosité diminue quand la vitesse de brassage augmente. Cependant, il y a une limite qui sera atteinte, même si la vitesse de brassage dépasse  $2000 \text{ s}^{-1}$ . Turng et Wang [11], proposent l'équation empirique suivante qui met en valeur la viscosité atteinte en régime stationnaire et la vitesse de brassage, ceci pour une fraction de phase solide déterminée et pour des vitesses de cisaillement dépassant  $200 \text{ s}^{-1}$  :

$$\eta(\dot{\gamma}, f_s) = \eta_{\infty}(f_s) \left[ 1 + \left( \frac{\dot{\gamma}^*(f_s)}{\dot{\gamma}} \right)^a \right]^{n/a} \quad (1.5)$$

où  $a$  et  $n$  sont des constantes à déterminer expérimentalement pour lisser la courbe, telle qu'illustrée sur la figure 1.55.



Initial shear rates ( $s^{-1}$ ): ( $\blacktriangle$ ,  $\blacksquare$ ,  $\bullet$ ) 509, ( $\blacktriangle$ ,  $\blacksquare$ ) 799, ( $\triangle$ ) 803, ( $\triangle$ ,  $\square$ ,  $\circ$ ,  $\nabla$ ) 1175, ( $\blacksquare$ ,  $\bullet$ ,  $\nabla$ ) 880, ( $\blacksquare$ ,  $\bullet$ ,  $\nabla$ ) 821, ( $\bullet$ ,  $\nabla$ ) 979.

Figure 1.55 - Évolution de la viscosité apparente  $\eta$  du régime stationnaire en fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  pour différentes fractions solides  $f_s$  de l'alliage Sn-15%Pb, [11].

À titre de comparaison, nous rapportons sur le tableau 1.10 les valeurs de viscosité dressées par Flemings [3] de certains matériaux qui manifestent un comportement rhéo-fluidisant. L’auteur conclut qu’une fraction solide de 0.4 donne une estimation correcte quant à la fraction solide nécessaire pour des processus de mise en forme à l’état semi-solide, une valeur que Kirkwood [10] élève à 0.7-0.8 seulement pour des vitesses de cisaillement dépassant  $1000 \text{ s}^{-1}$ . Dans le cas du thixomoulage® des alliages de magnésium, tels que AZ91D, une fraction solide de 0.4 est utilisée, [5].

Tableau 1.10 - Viscosités de quelques matériaux fluides présentant un comportement fluidisant, [3].

Matériau	$n$	Viscosité, $\eta$ , à $200\text{s}^{-1}$ (Pa.s)
Graisse lubrifiante	0.1	9
Crème pour la peau	0.1	2
Alliage Rhéocoulé ( $f_s=0.4$ )	0.1	0.3
Yogourt	0.1	0.3
$\eta = m\dot{\gamma}^{n-1}$		

#### 1.6.2.1 Modélisation du comportement durant le régime isotherme à vitesse de cisaillement constante

La méthodologie proposée par Joly et Mehrabian [2], pour mettre en évidence la thixotropie des gélées semi-solides tient compte de certains paramètres tels que la variation de la vitesse de brassage, donc de cisaillement, jusqu’à une valeur maximale, ainsi que la valeur choisie pour ce maximum. De ce fait, les résultats obtenus ne peuvent faire l’objet de référence pour comparer le comportement thixotrope d’un même alliage à différentes fractions solides, ou bien de différents alliages ayant la même fraction solide. L’approche effectuée par Moon [40] met l’accent sur l’aspect phénoménologique de la thixotropie. L’auteur propose deux équations, l’une d’état

et l'autre dynamique :

$$\tau = (\eta_{\infty} + c\lambda)\dot{\gamma} \quad (1.6)$$

$$\frac{d\lambda}{dt} = a - (a + b\dot{\gamma})\lambda \quad (1.7)$$

avec :

- $\lambda$  le paramètre structural qui définit qualitativement l'état de la structure :
  - \*  $\lambda=1$  dans le cas de la structure complètement agglomérée;
  - \*  $\lambda=0$  dans le cas de la structure complètement dissociée;
- $a$  et  $b$  des constantes cinétiques;
- $c$  est une constante.

L'équation 1.6 s'applique dans le cas où la vitesse de désagglomération est proportionnelle à la vitesse de cisaillement ainsi que de l'état de la structure. D'un autre côté, la vitesse de reconstitution est supposée proportionnelle à la quantité de particules à agglomérer.

Au stade du régime permanent,  $\frac{d\lambda}{dt}=0$  et  $\frac{d\eta}{dt}=0$  puisque ce qui est aggloméré est détruit, il implique que :

$$\tau = [\eta_{\infty} + \frac{c}{1 + b \frac{\dot{\gamma}}{a}}]\dot{\gamma} \quad (1.8)$$

d'où

$$\eta = [\eta_{\infty} + \frac{c}{1 + b \frac{\dot{\gamma}}{a}}] \quad (1.9)$$


---

Notons que le modèle de Moon [40] est conçu pour correspondre aux comportements aux basse et haute vitesses de brassage. Sur la figure 1.56, l'évolution de la contrainte de cisaillement  $\tau$  en fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  est bien encadrée par les comportements aux cas limites ( $\lambda=0$  et  $\lambda=1$ ), et le domaine entre les droites  $\lambda=1$  et  $\lambda=0$  délimite la zone où la fluidité de l'alliage pâteux est fortement dépendante des conditions de brassage : le comportement est dit pseudo-plastique ou rhéo-fluidisant.

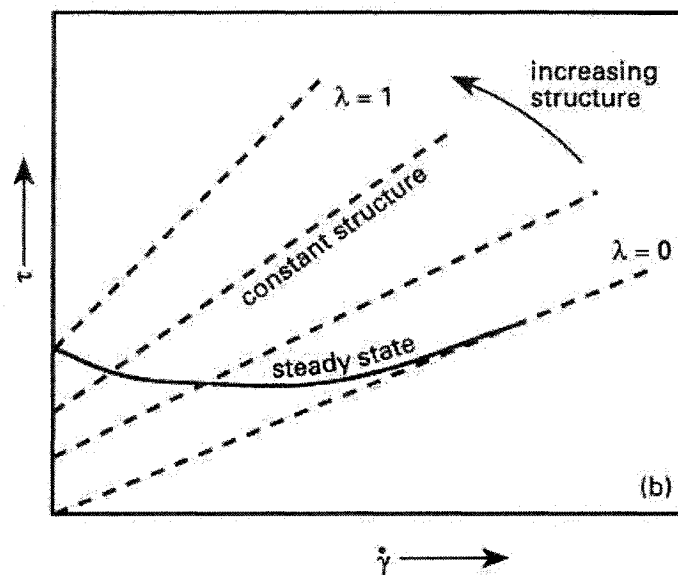


Figure 1.56 - Comportement rhéologique d'une gelée semi-solide, selon le modèle de Moon, [10].

Dans les travaux de Azzi [29], le comportement rhéologique des gelées du composite Gra-Ni<sup>®</sup> (un composite à d'alliage d'aluminium et silicium, renforcé avec des particules de SiC et de graphite, dont la composition chimique est donnée au tableau 1.11), a été mis en évidence en valorisant le modèle adapté de Mada et Ajersch [41] qui illustre la variation en fonction du temps de la viscosité en condition isotherme, soit à une température du domaine semi-solide. Partant de l'équation proposée par

Lapassin [14] :

$$-\frac{d\lambda}{dt} = K_D(\dot{\gamma})(\lambda - \lambda_e)^p - K_A(\dot{\gamma})(1 - \lambda)^q \quad (1.10)$$

ils aboutissent à :

$$\eta = \lambda\eta_o = \eta_e + (\eta_o - \eta_e) \exp(-K_D t) \quad (1.11)$$

Selon Azzi et *al.*[29], la constante de dissociation  $K_D$  augmente quand la vitesse de brassage augmente. Une relation linéaire relie ces deux paramètres :

$$K_D = a\dot{\gamma} + b \quad (1.12)$$

où  $a$  et  $b$  sont des constantes.

De l'équation 1.11 nous déduisons  $K_D$  pour estimer  $a$  et  $b$  dans l'équation 1.12. Pour des fractions solides de 16 et 22%, les valeurs de  $a$  semblent être voisines, telles que démontré par Azzi et *al.*[30] sur la figure 1.57. Cependant, pour de faibles fractions solides, la constante de dissociation  $K_D$  augmente car il y a plus de destruction que de reconstruction.

Tableau 1.11 - Composition chimique (% massique) du composite Gra-Ni<sup>®</sup> 10S4G. [29].

Al	Si <sub>soluble</sub>	Si <sub>insoluble</sub>	Ni	Mg	C	T <sub>L</sub> (°C)
72.4	7.2	7.66	2.83	0.48	6.36	592

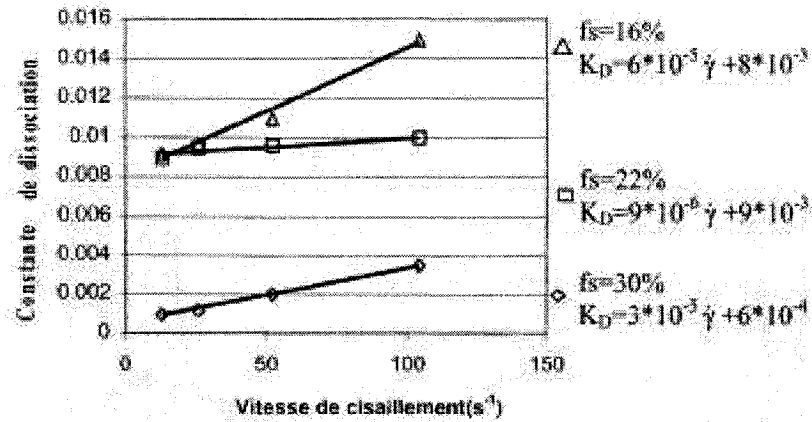


Figure 1.57 - Évolution de la constante de dissociation en fonction de la vitesse de cisaillement. Cas du composite Gra-Ni®-10S4G, [29].

La visualisation de l'effet du cisaillement sur le comportement rhéologique peut être effectuée en traçant des courbes de viscosité à l'état permanent pour différentes valeurs de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ . De telles courbes révèlent des viscosités plus faibles lorsque des particules de renfort y sont introduites. Selon Kirkwood [10], les alliages à l'état semi-solide manifestent un comportement pseudo-plastique qui peut être modélisé par la loi puissance :

$$\tau = m\dot{\gamma}^n \quad (1.13)$$

où  $n < 1$  et  $m$  caractérise la consistance du fluide.

$$\text{Ce qui implique que } \tau = \eta\dot{\gamma} \rightarrow \eta = m\dot{\gamma}^{n-1} \quad (1.14)$$

Ceci aboutit à des courbes comme celles de la figure 1.51, mais qui ne sont pas reprises par les résultats d'Azzi [29], qui trouvent des valeurs du paramètre  $n$  nég-



tives, ce qui est contraire à un comportement pseudo-plastique. En d'autres termes, la contrainte de cisaillement diminue quand la vitesse de cisaillement augmente.

### 1.6.2.2 Modélisation du comportement durant le régime isotherme à vitesse de cisaillement variable et discontinue

L'organisation de la structure dépend fortement de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  ainsi que de la durée du cisaillement  $t$ . La dissociation ainsi que l'agglomération des particules de phase primaire agissent en conséquence sur la viscosité apparente  $\eta$  du bain semi-solide et de manière réversible. Sur la figure 1.58, nous illustrons la relation étroite entre le cisaillement imposé et la réponse du matériau à l'état semi-solide en fonction du temps. Quant au paramètre de structure  $\lambda$ , celui-ci reprendra sa valeur initiale  $\lambda_0$  une fois le cisaillement initial  $\dot{\gamma}_0$  stabilisé dans le temps. Dans les travaux d'Azzi [29], les expériences isothermes à régime transitoire du type *Step Change* permettaient d'obtenir les viscosités instantanées pour un même état de structure. En fait, l'approche paraît plus proche des conditions industrielles de mise en forme à l'état semi-solide puisque dans la plupart des cas une rhéo-billette est injectée dans un moule ayant une géométrie plus ou moins complexe. L'écoulement de la gelée dans le moule se fera à différentes vitesses de cisaillement. Sur la figure 1.59, nous visualisons le processus de régime transitoire pour l'alliage A356 pour une fraction solide  $f_s=0.3$  et nous visualisons l'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement, ceci pour une même fraction solide initiale et avec le même paramètre structural. Des courbes iso-structurales peuvent ainsi être générées et, comme sur la figure 1.59b, nous retrouvons l'indice  $n-1$  de l'équation 1.14 supérieur à -1, ce qui correspond au comportement pseudo-plastique. L'idée de ce processus étant de séparer l'effet de la structure de celui de la vitesse de cisaillement en éliminant le facteur temps. Puisque le changement de vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  est presque instantané, la structure n'a pas le temps de s'adapter aux nouvelles conditions. Ces expériences

nous permettent de tracer les courbes iso-structurales illustrant la viscosité aux différentes vitesses de cisaillement. À ce stade, nous pouvons confirmer le comportement pseudo-plastique en mode transitoire, vu que l'exposant  $n-1$  est négatif. Celui-ci n'est plus visible quand la fraction solide diminue, donc à plus haute température, car le degré de désagglomération à l'état initial est plus important.

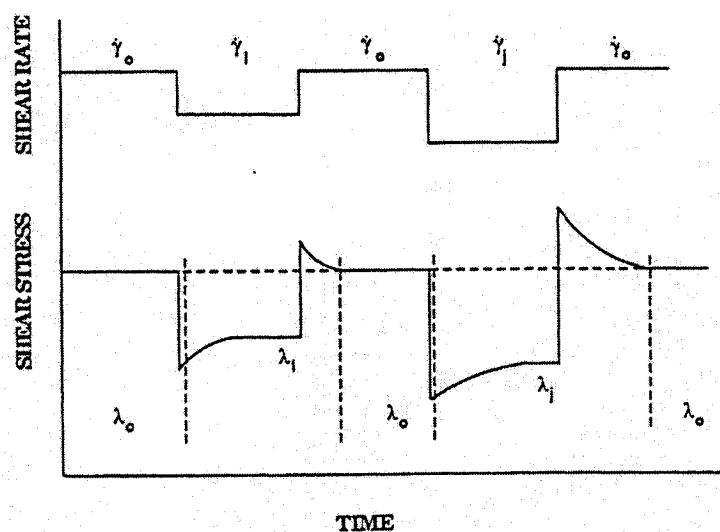
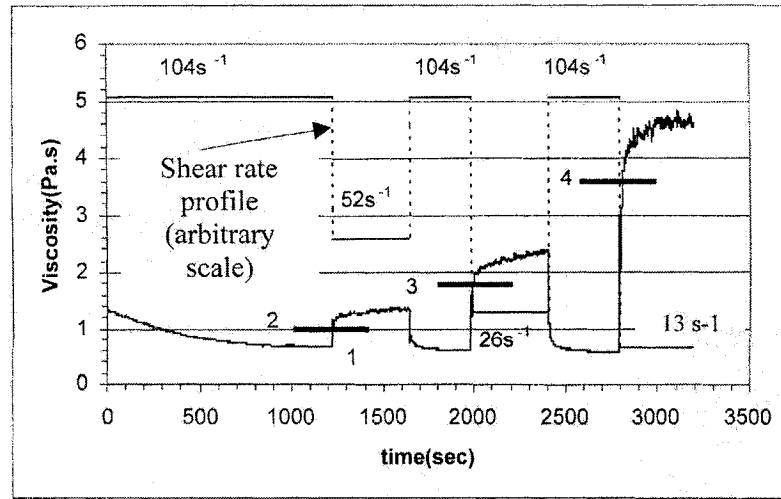
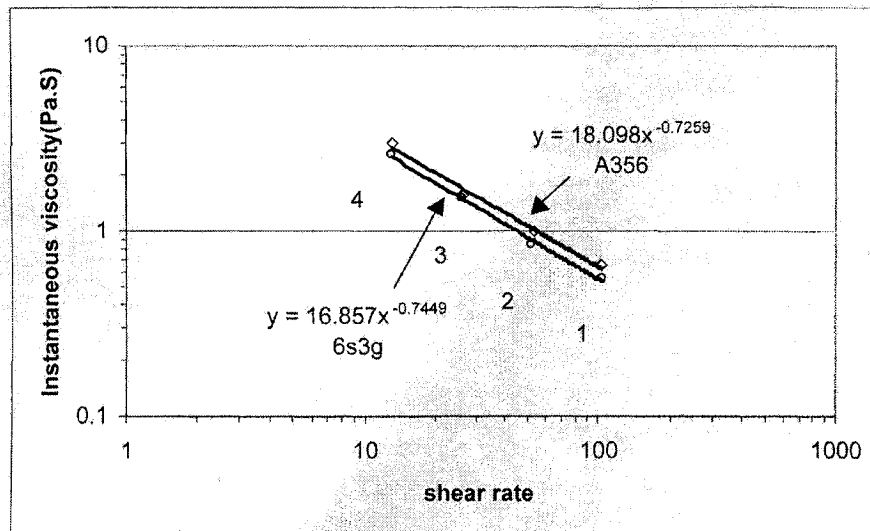


Figure 1.58 - Variation de contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement imposée  $\dot{\gamma}$ , [41].



(a)



(b)

Figure 1.59 - (a) Courbe du processus stationnaire à régime transitoire "Step Change" pour l'alliage A356 à  $f_s=0.3$ . (b) Viscosités instantannées en fonction de la vitesse de cisaillement  $\diamond$ : A356,  $\circ$ : composite 6S3G, [29].

### 1.6.2.3 Modélisation du comportement durant le régime isotherme à vitesse de cisaillement variable et continue

En terme de modélisation du comportement à température constante, plus la vitesse de cisaillement varie en fonction du temps, plus nous nous rapprochons des conditions opératoires industrielles. En fait, la vitesse de remplissage de différents secteurs du moule se fait à des vitesses de cisaillement différentes vue la géométrie complexe du moule. Pour cela il faut adopter, et ce à une température fixe du domaine semi-solide, donc à une fraction solide  $f_s$  donnée, un changement progressif de la vitesse de cisaillement. En fait, cette méthode s'avère plus intéressante à l'étude de la rhéologie des matériaux pâteux et nous focalisons notre attention sur les travaux de Azzi [29], qui s'intéressa au comportement rhéologique du Gra-Ni®. À un état initial choisi comme référence, la structure semi-solide est brassée depuis le repos jusqu'à une vitesse maximale qui revient par la suite au repos, comme illustré sur la figure 1.60.

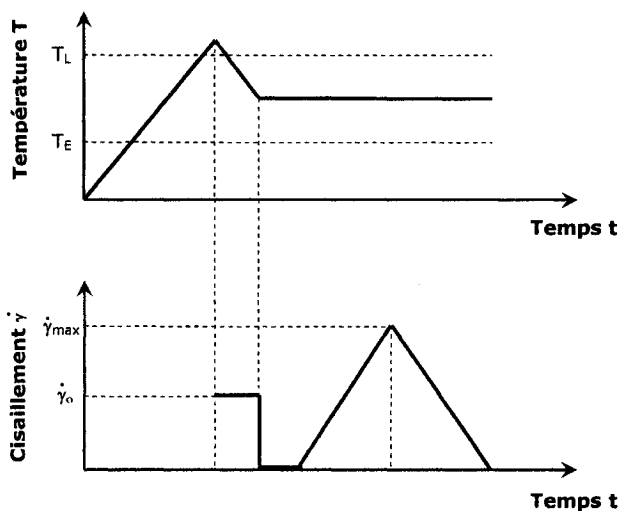


Figure 1.60 - Profils de température (haut) et de vitesse de cisaillement (bas) durant une boucle d'hystérésis, [29].

En fait, dans cet essai la thixotropie du composite dans ces conditions est étroitement liée à la vitesse de brassage initiale. Durant un brassage initial faible, la structure est détruite à petite échelle. Ceci conduira à élargir la boucle d'hystérésis, telle que visualisée sur la figure 1.61. Par contre, en augmentant la vitesse de brassage à des valeurs maximales, nous nous rapprochons du comportement newtonien et la boucle d'hystérésis s'avère moins prononcée. Nous remarquons que sur cette figure, la contrainte de cisaillement  $\tau$  est réduite pour des vitesses initiales de cisaillement maximales. Selon Azzi [29], ceci est dû au fait que le degré de désagglomération causé par le cisaillement initial a atteint un niveau tel que peu de contrainte est nécessaire à désagglomérer la structure. Plus encore, la thixotropie pourrait être définie grâce à cette famille de boucle d'hystérésis en estimant l'aire délimitée par la boucle. En d'autres termes, plus l'aire est grande, plus le caractère thixotrope est important. Cependant, ceci n'est pas observé quand la vitesse de cisaillement initiale est élevée, comme illustré sur la figure 1.62. La structure aura d'abord été désagglomérée, ce qui réduira de manière significative le taux de dissociation et par conséquent sa surface de la boucle d'hystérésis. Pour une vitesse de cisaillement maximale,  $\dot{\gamma}_{max}=104 \text{ s}^{-1}$  dans les travaux d'Azzi [29], on a tendance à se rapprocher du comportement pseudo-plastique décrit par l'équation 1.13.

À partir du moment où l'interprétation des cycles d'hystérésis réside dans le niveau d'agglomération de la structure, Azzi [29] confirme ce résultat en imposant un temps de repos avant le régime transitoire et isotherme. Sur la figure 1.62, les boucles d'hystérésis diffèrent de celles observées auparavant, du fait que la contrainte de cisaillement diminue dans le sens de la destruction des agrégats formés pendant la phase de repos. Le caractère thixotrope est encore mieux visualisé. En modélisant le comportement, Azzi [29] est parti de l'équation 1.10 qui, dans le cas se réduit à :

$$\frac{d\lambda}{dt} = K_D(\dot{\gamma})\lambda_e - K_A(\dot{\gamma})\lambda \quad (1.15)$$

Vu que la vitesse durant le cycle d'hystérésis varie selon l'équation suivante :

$$\dot{\gamma}(t) = \begin{cases} \frac{\dot{\gamma}_{max}}{t_u} t & 0 < t < t_u \\ 2(\dot{\gamma}_{max}) - \frac{\dot{\gamma}_{max}}{t_u} t & t_u < t < 2t_u \end{cases} \quad (1.16)$$

L'équation 1.16 est intégrée pour donner une expression générale :

$$\lambda(t) = \left[ \int (K_D \lambda_e \exp(\int K_A(\dot{\gamma}(t)) dt)) dt + \lambda_o \right] \exp(- \int K_A(\dot{\gamma}(t)) dt) \quad (1.17)$$

où  $\lambda_e$  est le paramètre de structure correspondant à l'état initial, juste avant d'amorcer un cycle d'hystérésis. Dans les travaux de Azzi [29], la modélisation des courbes d'hystérésis a mis en évidence l'évolution du paramètre de structure selon la montée en cisaillement ou la descente. Dans le cas du composite GrA-Ni<sup>®</sup>, le comportement pseudo-plastique à un état désaggloméré peut-être modélisé par :

$$\tau = \dot{\gamma}^n (A + B\lambda) \quad (1.18)$$

où  $n$ ,  $A$  et  $B$  sont des constantes qui dépendent de la fraction solide, ainsi que de la nature des particules de renfort.

La figure 1.63 montre le résultat de la modélisation effectuée par Azzi [29], avec comme variable la vitesse initiale de cisaillement  $\dot{\gamma}_o$ .

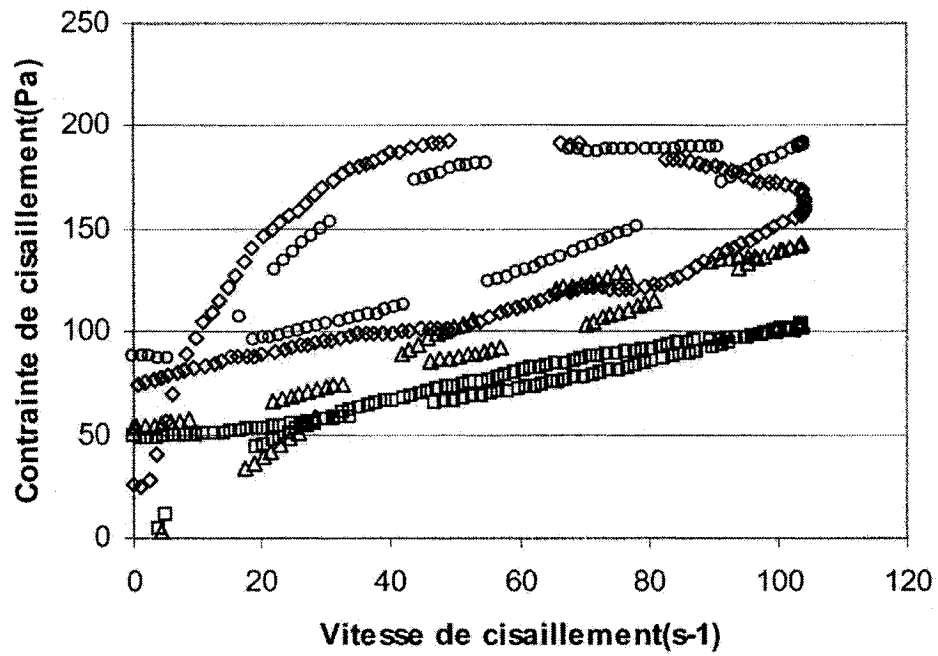


Figure 1.61 - Effet de la vitesse de cisaillement initiale sur l'allure des boucles d'hystérésis. Avec  $t_u=18 \text{ s}^{-1}$  et  $t_r=t_m=0$ .  $\diamond$  : Composite Gra-Ni® 6S3G  $\dot{\gamma}_0=13 \text{ s}^{-1}$ ,  $\triangle$  : Composite Gra-Ni® 6S3G  $\dot{\gamma}_0=52 \text{ s}^{-1}$   $\square$  : Composite Gra-Ni® 6S3G  $\dot{\gamma}_0=104 \text{ s}^{-1}$ ,  $\circ$  : alliage A356  $\dot{\gamma}_0=13 \text{ s}^{-1}$ , [29].

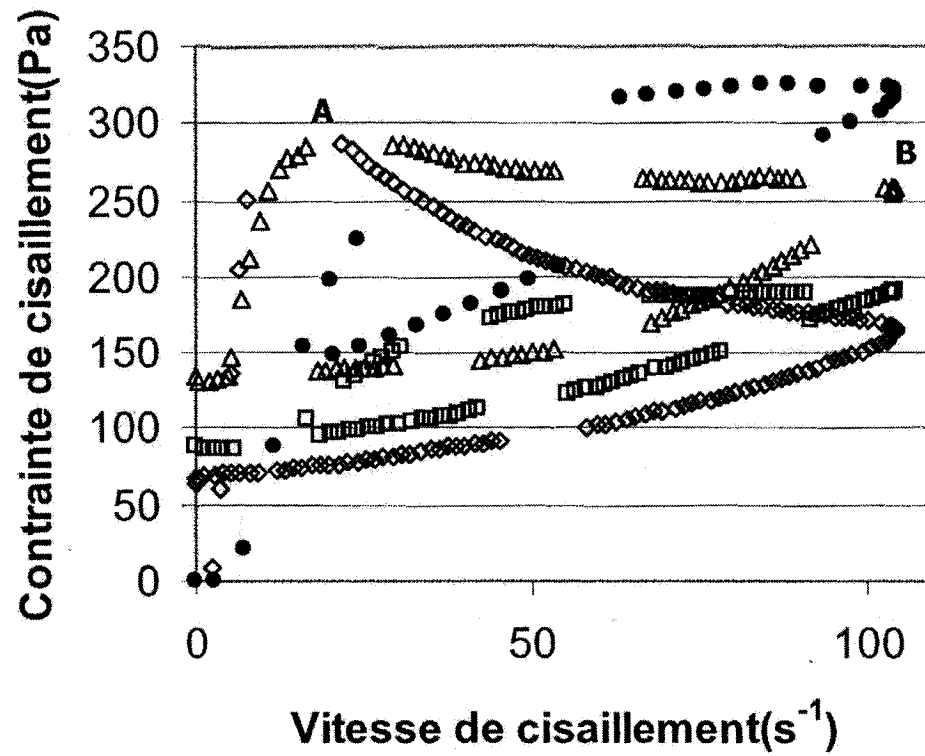


Figure 1.62 - Effet du temps de repos  $t_r$  sur l'allure de la boucle d'hystérésis.  
 $\triangle$  :  $t_r=10\text{min}$ (Gra-Ni<sup>®</sup> 6S3G),  $\square$  :  $t_r=0\text{min}$ (Gra-Ni<sup>®</sup> 6S3G),  $\diamond$  :  $t_r=10\text{min}$ (A356)  
 $(\dot{\gamma}_o=13\text{ s}^{-1}, t_u=18\text{s}, t_m=0\text{s})$ ,  $\bullet$  :  $t_r=10\text{min}$ (Gra-Ni<sup>®</sup> 6S3G)( $\dot{\gamma}_o=13\text{ s}^{-1}, t_u=6\text{s}, t_m=0\text{s}$ ), [29].



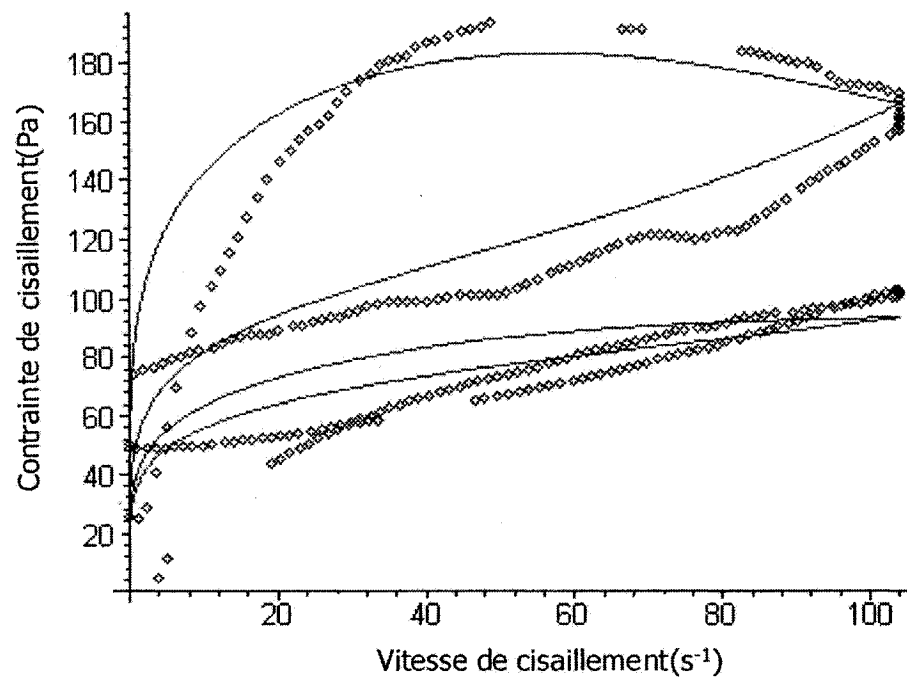


Figure 1.63 - Comparaison entre les résultats expérimentaux et la modélisation des boucles d'hystérésis dans le cas du Gra-Ni<sup>®</sup> 6S3G,  $f_s=30\%$ . Courbe du haut:  $\lambda=0.6$  et courbe du bas  $\lambda=0.1$ , [29].

### 1.6.3 Comportement rhéologique au forgeage

#### 1.6.3.1 Le modèle newtonien

L'étude rhéologique des alliages au rhéomètre à plateaux parallèles consiste à écraser une pastille cylindrique d'un alliage à l'état semi-solide entre deux plaques parallèles, qui servent également de four pour chauffer et contrôler la température des échantillons, voir section 2.1.3.3. Pour une faible vitesse de cisaillement, une gelée thixotrope semble se comporter comme un fluide newtonien [34]. Lorsque le fluide est écrasé entre les plateaux parallèles mais que sa largeur ne remplit pas l'espace entre ceux-ci, voir figure 1.64, la force appliquée  $F$  est liée à l'écart instantané entre les plateaux parallèles  $h$  par :

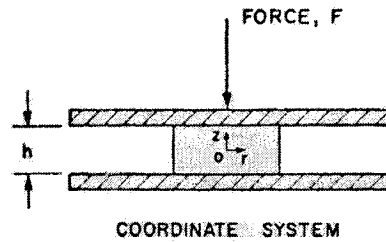


Figure 1.64 - Test de compression au rhéomètre à plateaux parallèles, [34].

$$F = -\frac{3\eta V^2}{2\pi h^3} \frac{dh}{dt} \quad (1.19)$$

ce qui en intégrant donne pour les conditions initiales :  $h = h_0$  quand  $t=0$ , et qui dans le cas d'une billette de dimensions inférieures à celles du plateau donne :

$$\frac{1}{h^4} - \frac{1}{h_0^4} = \frac{8\pi Ft}{3\eta V^2} \quad (1.20)$$

En posant  $\sigma_o$  égale à la contrainte initiale avec :

$$\sigma_o = \frac{F}{S} = \frac{Fh_o}{V} \quad (1.21)$$

on trouve

$$\frac{3Vh_o}{8\pi\sigma_o} \left( \frac{1}{h^4} - \frac{1}{h_o^4} \right) = \frac{t}{\eta} \quad (1.22)$$

Sur la figure 1.65, Laxmanan et Flemings [34] tracent la courbe de l'équation 1.22 pour l'alliage Sn-15%Pb, en mettant sur l'axe des ordonnées le terme de gauche de cette équation et le temps sur l'axe des abscisses. La viscosité instantanée  $\eta$  est déduite en inversant la pente de la courbe, et ce pour de faible vitesse de cisaillement (rappelons que le modèle newtonien s'applique quand la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  est petite).

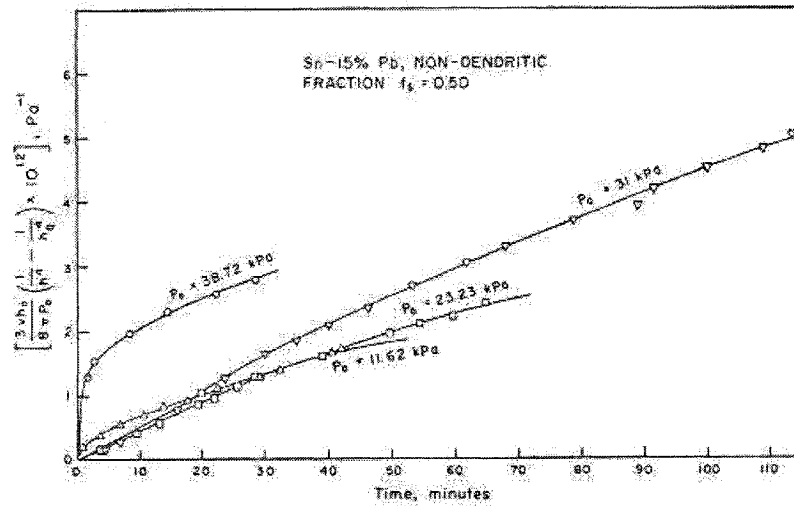


Figure 1.65 - Tracé de l'équation 1.22 dans le cas de l'alliage Sn-15%Pb non-dendritique partiellement refondu pour  $f_s=0.50$ . Test réalisé pour différentes contraintes imposées, [34].

La vitesse de cisaillement instantanée pour un fluide newtonien est donnée par :

$$\dot{\gamma} = -\frac{6rz}{h^3} \frac{dh}{dt} \quad (1.23)$$

En intégrant cette équation sur tout le volume de la billette, nous obtenons la vitesse moyenne de cisaillement :

$$\dot{\gamma}_{moy} = \frac{2\pi}{V} \int_0^R \int_0^{h/2} \dot{\gamma} r dr dz \quad (1.24)$$

En combinant les équations 1.23 et 1.24 puis en intégrant, nous aboutissons à l'expression employée par Laxmanan et Flemings [34] pour décrire le comportement en mode newtonien de la gelée Sn-15%Pb, en posant :

$$\left| \begin{array}{l} V \\ \dot{\gamma}_{moy} \end{array} \right. = \begin{array}{l} \pi R^2 h \\ -\sqrt{\frac{V}{\pi} \frac{dh/dt}{2h^{2.5}}} \end{array} \quad (1.25)$$

Sur la figure 1.66, nous remarquons que le modèle décrit ci-dessus est bien respecté pour de faibles vitesses de cisaillement et pour les hautes fractions solides  $f_s > 45\%$ . Cependant au fur et à mesure que la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  augmente, la viscosité diminue, ce qui n'est pas typique d'un comportement newtonien. De plus, pour une variation de la vitesse de cisaillement de trois ordres de grandeurs, nous avons une variation de la viscosité d'environ deux ordres de grandeur. Cette chute de la viscosité est expliquée par l'évolution de la microstructure qui, durant la déformation, verra ses amas de particules de phase solide se faire mouiller par la phase

liquide (le liquide qui participera à la déformation) et se séparer. Cette observation concerne également l'alliage Sn-15%Pb dendritique, comme illustré sur la figure 1.67 lorsque la microstructure présente des dendrites équiaxes et que la fissuration due à la déformation n'a pas encore commencé. En comparant les pentes dans les deux figures précédentes, nous remarquons une cinétique de dégradation légèrement plus élevée dans le cas de la structure dendritique et équiaxe. À ce stade, nous n'avons pas encore atteint la morphologie rhéocoulée telle que citée sur la figure 1.66. Par contre, ce qui est commun aux deux figures, c'est l'allure quasi-linéaire des courbes  $\text{LOG}(\eta)=f(\text{LOG}(\dot{\gamma}_{\text{moy}}))$ , puisque d'après l'équation 1.19,  $\eta$  est fonction de  $(\frac{dh}{h^5 dt})^{-1}$  alors que d'après l'équation 1.25,  $\dot{\gamma}_{\text{moy}}$  est fonction de  $(\frac{dh}{h^5 dt})^{1/2}$ . Remarquons enfin que la pente de la courbe  $\text{LOG}(\eta)=f(\text{LOG}(\dot{\gamma}))$  est plus grande en valeur absolue pour des fractions solides inférieures à 50%. Du point de vue de la microstructure, l'alliage contient une fraction solide en forme d'amas de particules et de particules isolées qui baignent dans la phase liquide : au plus la vitesse de cisaillement est élevée, au plus les particules de phase solide seront dispersées et contribueront à réduire la viscosité apparente. Cependant, pour des fractions solides supérieures à 50%, il n'y pas assez de liquide pour réaliser ceci et pour de faibles vitesses de cisaillement, telles qu'illustrées sur la figure 1.66, les amas de particules ne semblent pas assez dispersées pour laisser le liquide pénétrer leur réseau.

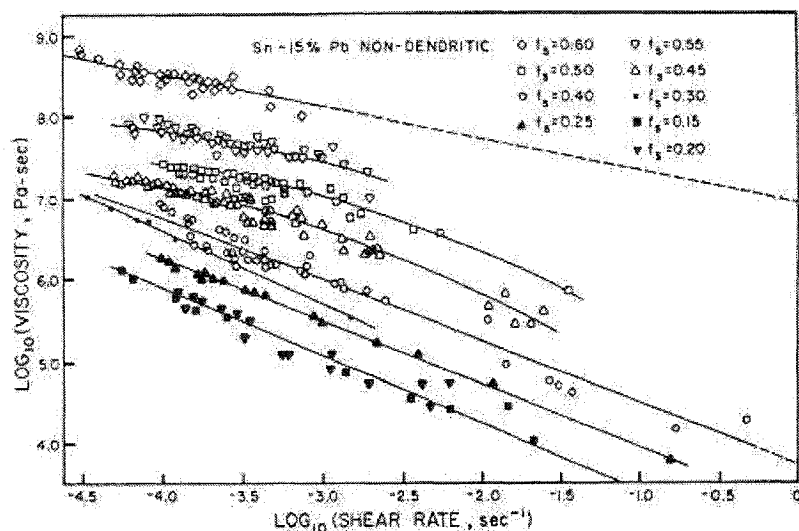


Figure 1.66 - Évolution de la viscosité instantanée en fonction de la vitesse de cisaillement pour l'alliage Sn-15%Pb dendritique et équiaxe. Cas du modèle newtonien. Essais réalisés à différentes contraintes initiales pour chaque fraction solide, [34].

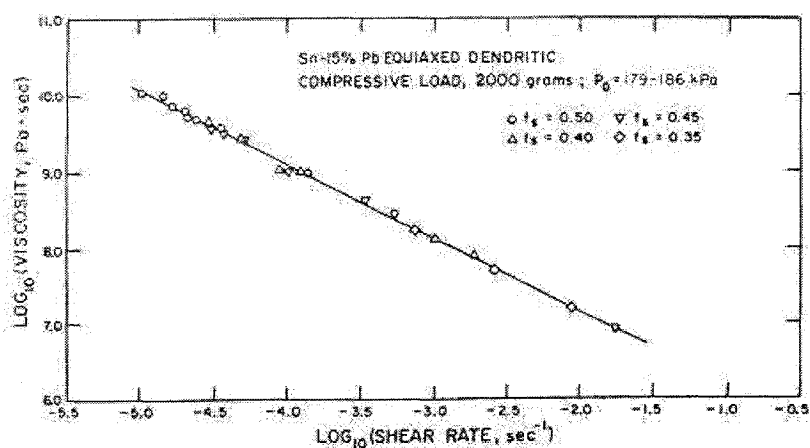


Figure 1.67 - Évolution de la viscosité instantanée en fonction de la vitesse de cisaillement pour l'alliage Sn-15%Pb non-dendritique. Cas du modèle newtonien. Essais réalisés à différentes contraintes initiales pour chaque fraction solide, [34].

### 1.6.3.2 Le modèle à loi de puissance

La modélisation du comportement pseudo-plastique est mise en évidence grâce à la loi de puissance qui relie la viscosité à la vitesse de cisaillement, voir équation 1.13. La résolution de l'équation de mouvement d'un fluide pseudo-plastique dans le cas du forgeage entre deux plaques infinies a été proposée par Lieder et *al.*[16]. Ces auteurs ont considéré que le fluide durant sa compression remplit la région séparant les plaques et est continuellement rejeté du centre de celles-ci. De ce fait, la surface de contact est en tout temps constante. Pour un fluide pseudo-plastique, la loi de comportement s'écrit :

$$\tau_{rz} = -m \left| \frac{\partial v_r}{\partial z} \right|^{n-1} \frac{\partial v_r}{\partial z} \quad (1.26)$$

où  $V_r$  est la vitesse radiale.

Dans le cas du forgeage de l'alliage Sn-15% Pb à l'état semi-solide, Laxmanan et Flemings [34] ont considéré une pastille cylindrique qui s'écrase entre deux plateaux parallèles, voir figure 1.64, et ont supposé que la hauteur  $h$  est négligeable devant le rayon  $R$  de la pastille, ce qui correspond au cas limite où le temps est très long, et que la vitesse normale  $v_z$  est négligeable devant la vitesse radiale  $v_r$ , les équations du mouvement s'écrivent :

- Équation de continuité :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r}(rv_r) + \frac{\partial v_z}{\partial z} = 0 \quad (1.27)$$

- Équation de mouvement :

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial P}{\partial r} &= -m \frac{\partial}{\partial z} \left( -\frac{\partial v_r}{\partial z} \right)^n \\ \frac{\partial P}{\partial z} &= 0 \end{aligned} \right\} \quad (1.28)$$

Ce qui aboutit suivant le développement établi par Lieder et *al.*[16], à donner l'équation suivante :

$$\frac{h_o}{h} = \left\{ 1 + \frac{3n+5}{2n} h_o^{\frac{n+1}{n}} k t \right\}^{\frac{2n}{3n+5}}$$

avec

$$k = \left\{ \left( \frac{2n}{2n+1} \right)^n \frac{4F}{\pi d_o^{n+3} m} (n+3) \right\}^{\frac{1}{n}}$$

Ces deux équations permettent d'obtenir graphiquement les constantes  $n$  et  $m$ , grâce à la pente et à l'ordonnée à l'origine de la courbe reliant la déformation  $\epsilon$  au temps  $t$  :

$$\log(1 - \epsilon) = -\frac{2n}{3n+5} \ln t + \left( -\frac{2n}{3n+5} \right) \ln \left( \frac{3n+5}{2n} h_o^{\frac{n+1}{n}} k \right)$$

Le but de cette modélisation consiste à relier la viscosité de la gelée à la fraction solide ainsi qu'à la vitesse de cisaillement. De ce fait, la relation microstructure-macropropriété a pu être établie grâce aux travaux de Laxmanan et Flemings [34] qui ont proposé des expressions des paramètres  $n$  et  $m$  de l'équation 1.13 en fonction de la fraction solide :



$$m = 10.5 \exp(20.6 f_s) \quad (1.29)$$

$$n = -0.39 + 1.78 f_s \quad (1.30)$$

Sur les figures 1.68 et 1.69, nous visualisons l'évolution des paramètres  $n$  et  $m$  en fonction de la fraction solide  $f_s$ , ceci pour la composite GrA-Ni<sup>®</sup> étudié par Azzi [29]. Sur la figure 1.69, l'évolution du paramètre  $n$  en fonction de la fraction solide montre, pour une fraction  $f_s$  inférieure à 0.3, une croissance différente de celle observée pour des fractions solides supérieures. Ceci nous fait rappeler l'évolution de la viscosité en fonction de la fraction solide lors du refroidissement continu : une légère croissance due à la construction du réseau de dendrites est suivie par une augmentation exponentielle qui est due à la consolidation de ce réseau, voir section 1.6.1. Finalement, en combinant les équations 1.14, 1.29 et 1.30, nous trouvons l'expression qui relie la viscosité à la vitesse de cisaillement et à la fraction solide :

$$\log(\eta) = 10.2 + 8.94 f_s + 1.78 f_s \log \dot{\gamma} - 1.39 \log \dot{\gamma}$$

ou bien

$$\eta = a \exp(b f_s) \dot{\gamma}^{c f_s + d}$$

Dans les travaux d'Azzi [29], les équations 1.29 et 1.30 s'emploient lorsque  $0.26 < f_s < 0.42$ , avec :

$$m = 29.5 \exp(30 f_s) \quad \text{et} \quad n = -0.56 + 3.6 f_s$$

D'un point de vue rhéologique, si nous avons extrapolé les données de Laxmanan et Flemings [34] aux grandes vitesses de cisaillement, les viscosités correspondantes seraient plus élevées que celles obtenues par Joly et Mehrabian [2] ; ce qui confirme que le modèle de la loi puissance ne s'applique que pour des vitesses de cisaillement comprises entre  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

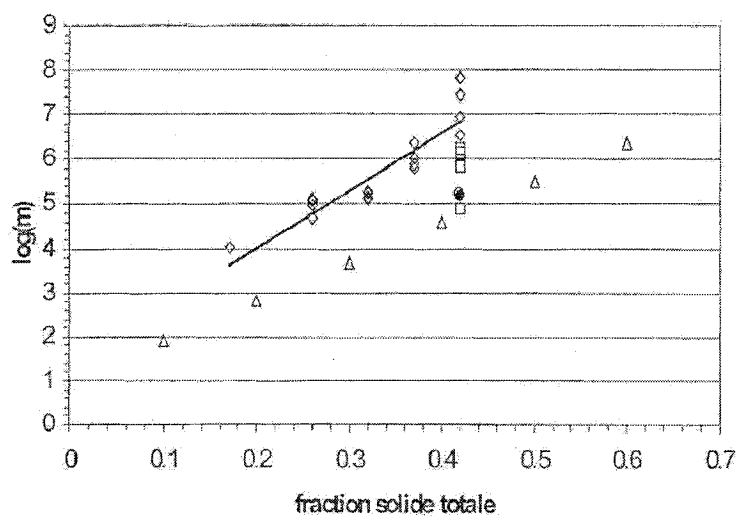


Figure 1.68 - Évolution du paramètre  $m$  en fonction de la fraction solide.  $\Delta$  Laxmanan et Flemings [34],  $\bullet$  A356 rhéocoulée -  $\diamond$  6S3G dendritique -  $\square$  6S3G rhéocoulé, [29].

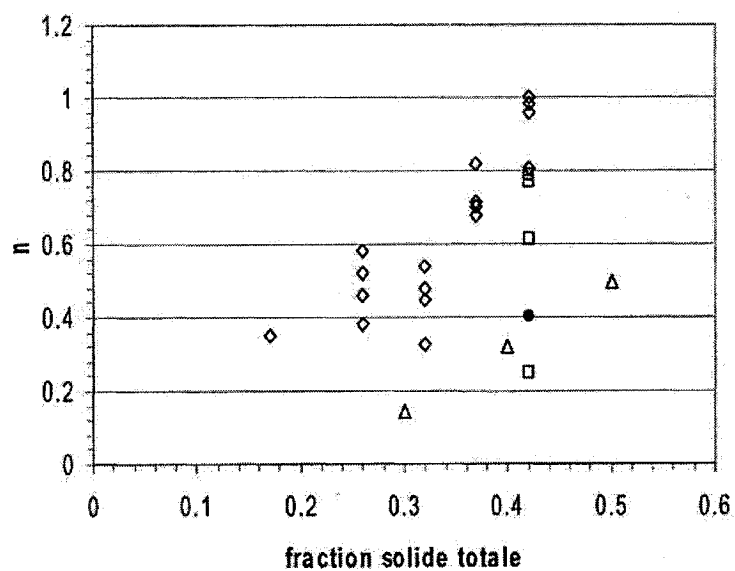


Figure 1.69 - Évolution du paramètre  $n$  en fonction de la fraction solide, [3],  $\bullet$  A356 rhéocoulée -  $\diamond$  6S3G dendritique -  $\square$  6S3G rhéocoulé -  $\Delta$  Laxmanan et Flemings [34], [29].

## CHAPITRE 2

### PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

#### 2.1 MATÉRIELS ET MÉTHODES

##### 2.1.1 Introduction

De la classe des alliages de magnésium Mg-Al-Zn, l'alliage AZ91D est le plus connu. La composition chimique de l'alliage AZ91D fourni par la compagnie Trimag et que nous avons utilisé durant cette étude est donnée dans le tableau 2.1.

En se basant sur le développement effectué dans l'annexe II, et grâce aux données thermodynamiques fournies dans la banque de données du logiciel F\*A\*C\*T, nous avons pu construire les diagrammes de phases du système Mg-Al-Zn dans le coin riche en magnésium (article à publier prochainement), voir figure 2.1. Dans l'annexe II, nous dressons la liste des phases présentes du diagramme quasi-ternaire à 1%Zn calculées par F\*A\*C\*T et selon des températures choisies. Dans le cas de la modélisation du ternaire Mg-Al-Zn dans le coin riche en magnésium, nous avons comparé les résultats obtenus avec les données thermodynamiques SGTE et celles de Calphad telles que montrées dans l'article de Liu [26], voir figure 1.5. Cependant, nous n'avons pas pu superposer les figures 1.5 et 2.1 du fait que les auteurs ont puisé leurs données de sources différentes. D'un autre côté, nous avons introduit l'alliage AJ62x fourni par Noranda dont la composition est donnée au tableau 2.1 et qui renferme le strontium (Sr) comme modificateur de structure. L'intérêt porté à cet alliage est récent et est dû à sa bonne résistance au fluage.

Tableau 2.1 - Composition chimique (% massique) des alliages AZ91D de Trimag et AJ62x de Noranda.

Éléments	Alliages	
	AZ91D	AJ62x
Aluminium	9.06	6.0
Zinc	0.81	0.01
Sr	-	2.6
Mn	0.25	0.43
Si	< 0.04	0.02
Fe	0.01	0.003
Mg	89.83	90.93

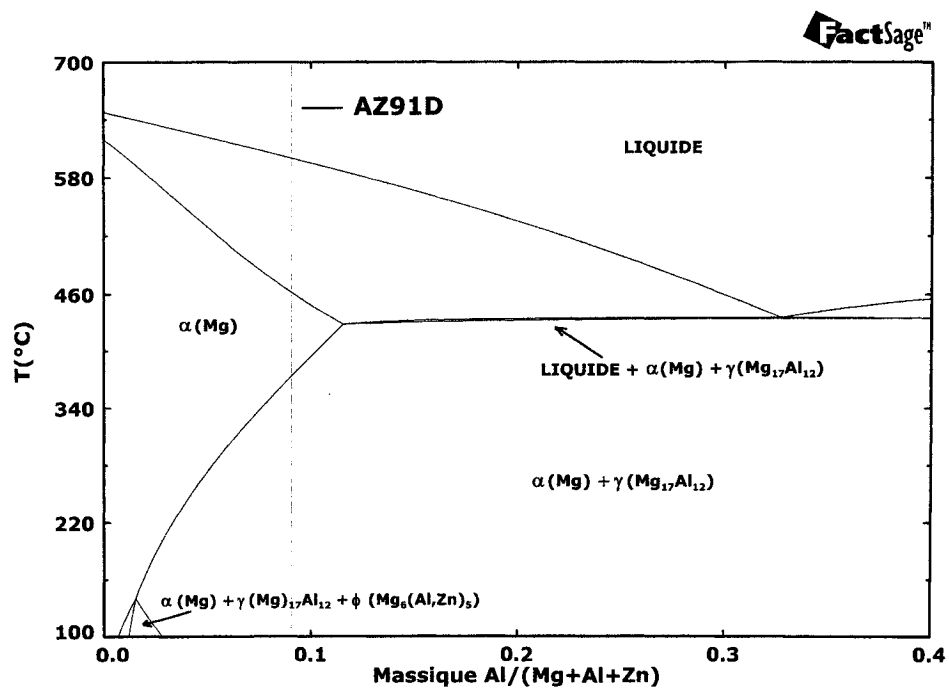


Figure 2.1 - Isoplèthe du système Mg-Al-Zn à 1% Zn (massique) modélisé avec F\*A\*C\*T. La ligne en pointillé représente l'alliage AZ91D.

## 2.1.2 Rhéométrie Couette adaptée aux alliages de magnésium

### 2.1.2.1 Le rhéomètre de Couette

Le but de la technique du rhéomètre de Couette consiste à générer une structure non-dendritique ou globulaire de la phase solide primaire, grâce au cisaillement induit par un agitateur métallique plongé au sein même de l'alliage à l'état semi-solide. Une vue détaillée du montage laisse voir sur la figure 2.2 le contrôleur de vitesse (1) qui balaye un intervalle de vitesses de rotation de l'agitateur compris entre 0.01 et 512 tr/min. Celle-ci peut être maintenue constante ou varier de façon continue grâce à un programmeur (PG142) couplé au contrôleur de vitesse. Le moteur (2) qui fait tourner l'agitateur est également doté d'un capteur de couple, calibré pour que son angle de torsion soit maximal et égal à  $0.5^\circ$  pour un couple maximal. L'angle de torsion est converti en un signal électrique pour être enregistré par le système d'acquisition de données (3). Le creuset en graphite (4) contenant l'alliage est chauffé par un four à résistances réparties en trois zones (5) ; ceci pour mieux homogénéiser la température entre le fond du creuset et la surface du bain liquide ou semi-solide. Ce contrôle de température est réalisé grâce à deux thermocouples (6) insérés dans des trous usinés dans l'épaisseur du creuset, respectivement au fond et au niveau de la surface de l'alliage une fois liquide. Durant l'essai, nous nous sommes astreints à respecter une différence de température de  $1^\circ\text{C}$  entre le fond et la surface du bain. L'agitateur (7) servant à capter le couple, et par conséquent à calculer l'évolution de la viscosité, est en acier inoxydable 316 que nous oxydons avant le premier essai pour éviter toute contamination du bain liquide ou réaction chimique avec le fer de l'outil. L'oxydation de l'agitateur est réalisée à  $850^\circ\text{C}$  pendant 24 heures. Finalement, afin d'éviter tout contact de l'alliage d'étude avec l'oxygène de l'air, le creuset ainsi établi est inséré dans un tube cylindrique en acier inoxydable fermé à ses deux extrémités. Durant tout l'essai, un mélange gazeux (8) : 2%volumique  $\text{SF}_6 + \text{Ar}$  est continuellement débité,

ce qui protégera l'alliage liquide ou semi-solide, ainsi que le creuset en graphite de toute oxydation.

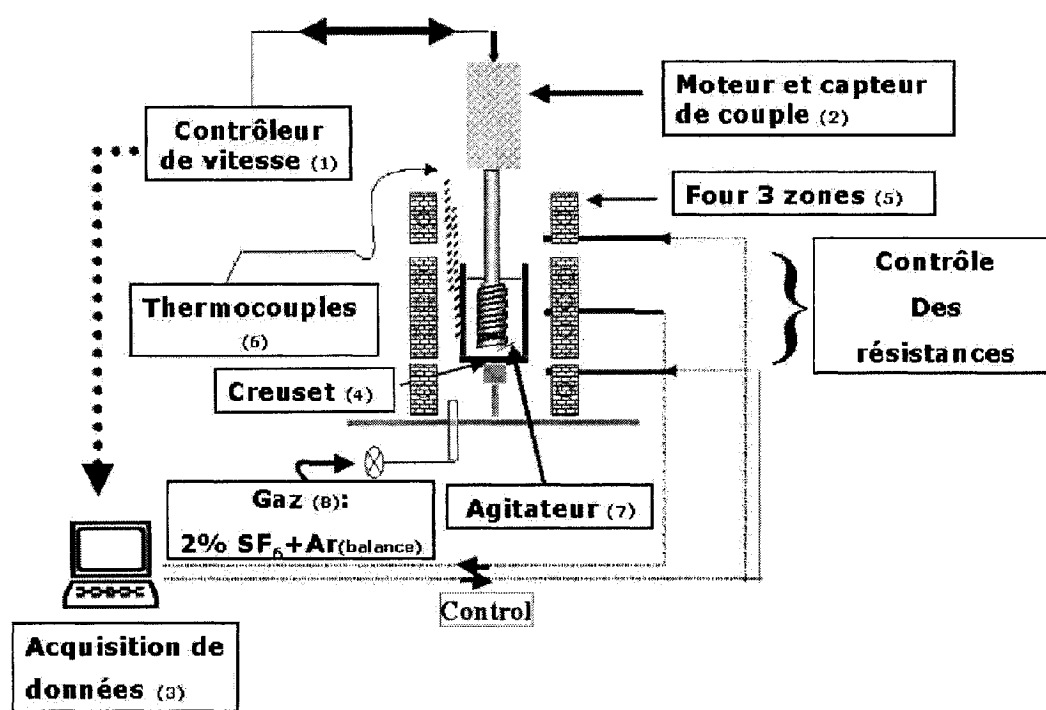


Figure 2.2 - Schéma détaillé du montage adapté à la rhéométrie Couette, [29].

### 2.1.2.2 Choix des agitateurs

Dans cette étude, deux types d'agitateurs ont été choisis. Dans les cas de l'étude rhéologique des alliages de magnésium ainsi que de l'élaboration de la structure rhéocoulée, les agitateurs plongent dans le creuset à une distance de 5 mm du fond. À la figure 2.3, nous illustrons la position de l'agitateur cylindrique dans le creuset d'étude.

- Un agitateur cylindrique servant à capter le couple  $C$  du bain liquide ou semi-solide, pour par la suite calculer la viscosité apparente  $\eta$ , voir figure 2.4a. De la vitesse de rotation  $\Omega$  (ou le nombre de tour/minute  $N$ ), du couple enregistré  $C$  ainsi que des rayons de l'agitateur et du creuset  $r_a$  et  $r_c$  respectivement, les expressions de la contrainte de cisaillement  $\tau$  ainsi que de la vitesse moyenne de cisaillement  $\dot{\gamma}_{moy}$  seront :

$$\begin{aligned}\tau &= \frac{C}{2\pi h r_a^2} \\ \dot{\gamma}_{moy} &= \frac{2 \Omega r_a r_c}{r_c^2 - r_a^2} = \frac{4\pi r_a r_c}{60(r_c^2 - r_a^2)} N\end{aligned}\tag{2.1}$$

- Un agitateur hélicoïdal qui sert à élaborer des structures rhéocoulées ou globulaires, voir figure 2.4b.

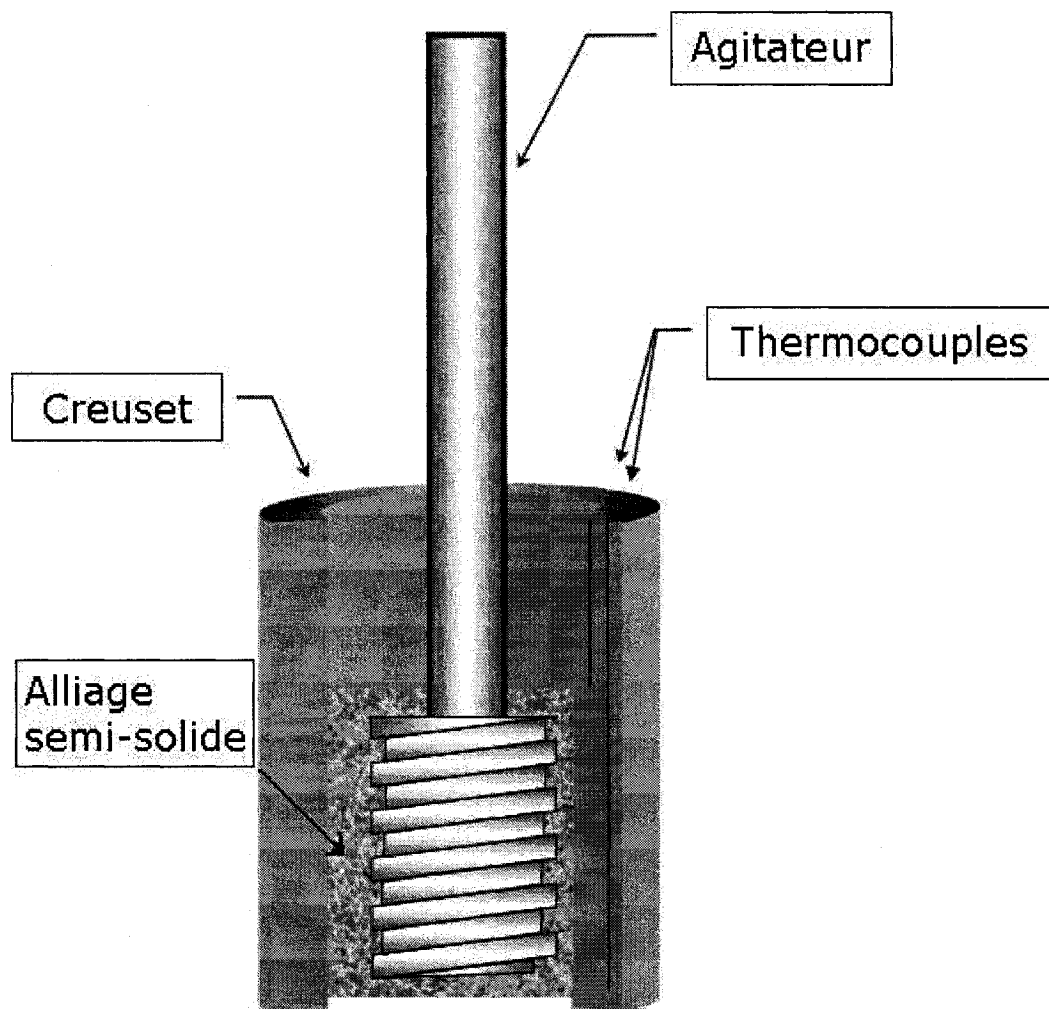
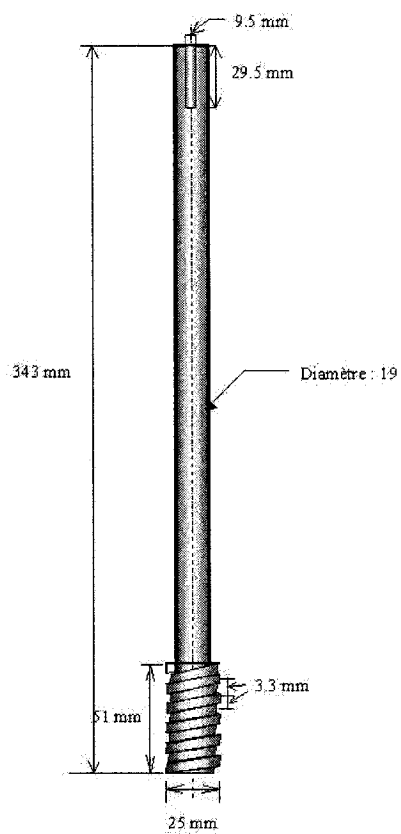
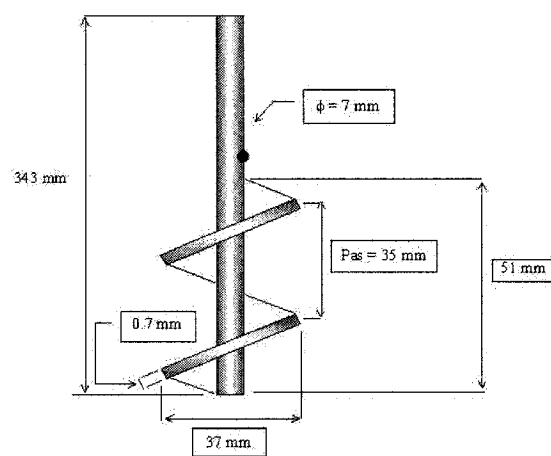


Figure 2.3 - Position de l'agitateur cylindrique dans le creuset d'étude.



(a) Agitateur cylindrique -  $r_a=25\text{mm}$ 

(b) Agitateur hélicoïdal

Figure 2.4 - Schémas des agitateurs utilisés.

### 2.1.3 Conditions particulières

Aussi simple que soit le dispositif expérimental ainsi défini ci-dessus, il n'en demeure pas moins qu'il y a certains problèmes techniques auxquels nous faisons face, même en menant à terme un essai propre et réussi :

- le choix des matériaux utilisés pour le montage est critique puisqu'il faut tenir compte l'agressivité du milieu. Nous avons oxydé les outils (agitateurs cylindrique et hélicoïdal) pour éviter toute réaction à haute température avec le bain liquide ou semi-solide. Une attention est également portée sur le matériau qui constitue le creuset : le graphite conduit la chaleur ( $k=90.9 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) mieux que l'acier inoxydable 316L ( $k=18.5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) et l'acier au carbone ( $k=35 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) et ne réagit pas avec l'alliage d'étude;
- le contrôle de la température est certainement la partie la plus délicate à réaliser lors du protocole expérimental. Il est nécessaire de mentionner le retard de lecture de la température puisqu'il faut outrepasser l'interface constituée par le creuset en graphite. Durant notre expérimentation, nous nous sommes tenus à respecter un écart de température  $\Delta T$  entre la surface et le fond du creuset égal à  $1^\circ\text{C}$ . À titre indicatif, en calculant avec le logiciel F\*A\*C\*T les fractions solides  $f_s$  aux températures  $T=580^\circ\text{C}$  et  $T=581^\circ\text{C}$ , nous observons une variation de la fraction solide  $\Delta f_s$  égale à 1%, un écart observé également entre les températures  $T=580^\circ\text{C}$  et  $T=579^\circ\text{C}$ . Ce calcul est reporté aux figures II.4, II.5 et II.7 de l'annexe II;
- les effets d'extrémités ne donnent pas une lecture exacte du couple capté par l'agitateur. L'alliage à l'état semi-solide présent sous l'agitateur cylindrique est brassé à une vitesse inférieure à celle imposée sur la partie latérale entre l'outil et le creuset;

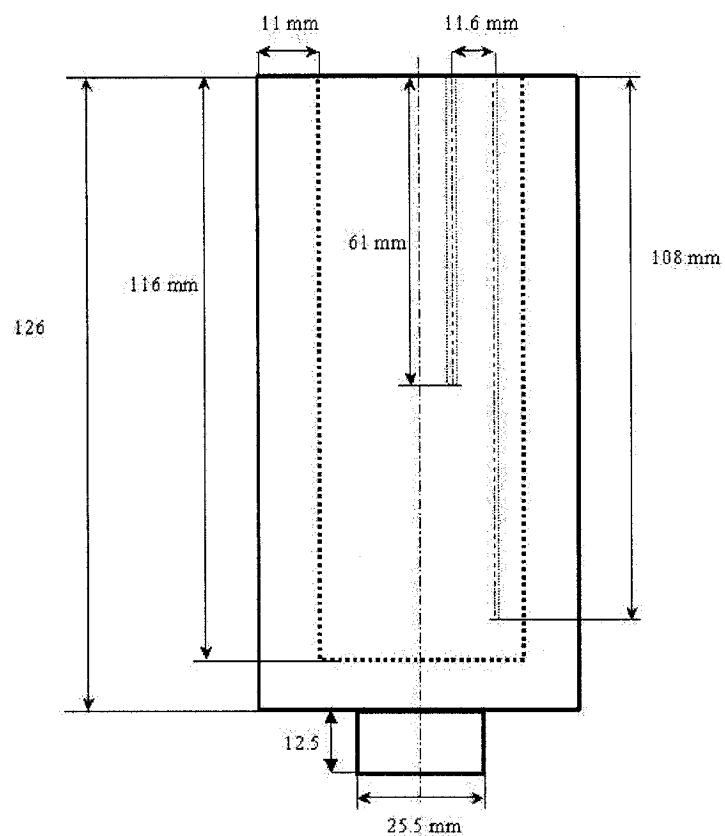
- les effets d'inertie sont très importants lors du changement brusque de la vitesse de rotation de l'agitateur (*donc de la vitesse de cisaillement*). Ceux-ci se manifestent par un retard dans la lecture du couple, et des erreurs apparaissent lors de l'extrapolation des courbes pour obtenir la réponse instantanée.

### 2.1.3.1 Calibration du rhéomètre

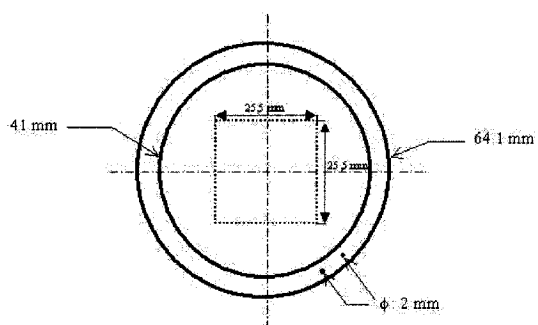
La calibration du rhéomètre est réalisée à partir de fluides newtoniens, de viscosités et densités connues, selon l'étendue de viscosités que nous voulons mesurer. Les huiles choisies sont citées dans le tableau 2.2. Ceci pour une gamme de vitesses de cisaillement allant jusqu'à  $\dot{\gamma}=104 \text{ s}^{-1}$  qui a été réalisée dans un creuset en graphite de dimensions telles qu'indiquées sur la figure 2.5. Dans nos essais, nous avons élevé la vitesse de cisaillement à  $\dot{\gamma}=536 \text{ s}^{-1}$ , en réduisant le diamètre intérieur à  $D_i=28 \text{ mm}$ .

Tableau 2.2 - Propriétés des huiles standards de calibration.

	S60		S600	S800	
T(°C)	25	40	25	25	40
Symboles	•	-	■	◆	▲
$\eta \text{ mPa.s}$	103.9	46.59	1348	21650	6023
$\rho \text{ g/ml}$	0.8780	0.8627	0.8876	0.8852	0.8769



(a) Vue de face (coupe transversale)



(b) Vue de dessus

Figure 2.5 - Schémas détaillés du creuset d'étude.

Avant de présenter les résultats de la calibration, nous citons ci-dessous les équations qui nous ont permis d'atteindre la viscosité apparente  $\eta$  à partir de nombres adimensionnels, le nombre de Reynolds  $Re$  et le nombre de puissance  $Po$  :

$$Po = \frac{P_T}{\rho \Omega^3 r_a^5} = \frac{C}{\rho \Omega^2 r_a^5} \quad (2.2)$$

et

$$Re = \frac{\rho \Omega r_a r_c}{\eta} \quad (2.3)$$

La relation liant ces deux nombres étant :

$$Po = \Psi(Re)^a \quad (2.4)$$

où  $\Psi$  et  $a$  sont des constantes dépendant de la géométrie de l'agitateur, nous pourrions selon la relation 2.3 déterminer la viscosité apparente  $\eta$  selon la vitesse de rotation imposée  $\Omega$  et le couple enregistré  $C$ . Les résultats de la calibration du rhéomètre de Couette pour une gamme de vitesses de cisaillement  $\dot{\gamma}$  comprises entre 0 et 104 s<sup>-1</sup> ont déjà été établis par Azzi [29], tel qu'illustré sur la figure 2.6. D'un autre côté, nous avons élevé la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  en usinant un nouveau creuset avec un diamètre intérieur  $D_i=28$  mm, ce qui nous amènera à une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}=536$  s<sup>-1</sup>, selon la relation 2.1. Cependant, pour des vitesses de cisaillement de l'ordre de 1000 s<sup>-1</sup>, un fort débatement a été observé sur l'agitateur ; ce qui nous a forcé à limiter notre étude pour des vitesses de cisaillement  $\dot{\gamma} \leq 536$  s<sup>-1</sup>. Les résultats de cette nouvelle calibration sont illustrés sur la figure 2.6 ainsi que dans le tableau 2.3.

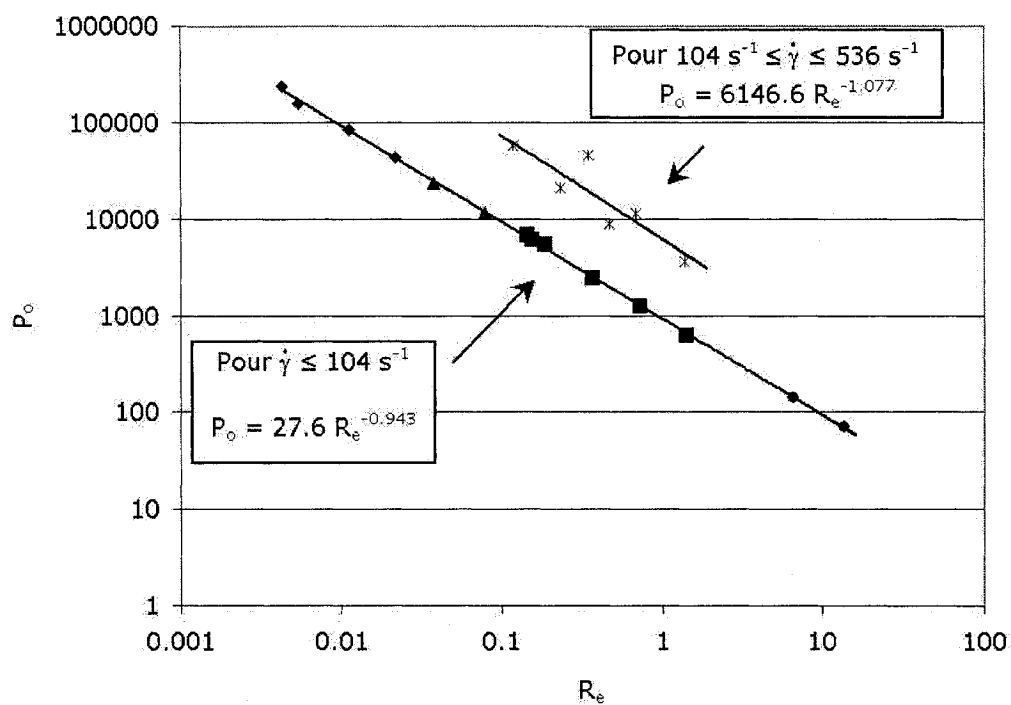


Figure 2.6 - Courbe de calibration pour l'agitateur hélicoïdal.

Tableau 2.3 - Valeurs des paramètres de l'équation 2.4, selon le diamètre intérieur du creuset.

$r_c(\text{mm})$	$\Psi$	$a$
41 [29]	27.6	-0.943
28	6146.6	-1.077

### 2.1.3.2 Régimes imposés à l'alliage AZ91D

Durant les procédés de mise en forme des alliages à l'état semi-solide, ceux-ci subissent des traitements thermomécaniques qui influent à plusieurs échelles leurs états microstructuraux et, par conséquent, leurs viscosités. Afin de se rapprocher des procédés de mise en forme à l'état semi-solide, nous avons imposé des régimes à l'alliage AZ91D qui mettent en jeu la température ainsi que la vitesse de cisaillement. La connaissance de l'évolution de ces deux paramètres s'avère essentielle quant à la caractérisation rhéologique des alliages à l'état semi-solide, et nous l'avons classé en quatre régimes.

#### 2.1.3.2.1 Le régime de refroidissement continu

Durant la solidification conventionnelle, la phase solide primaire subit un processus de germination et de croissance en forme de dendrites au sein du bain liquide. L'apparition du premier solide est suivie par la formation et la consolidation du réseau de dendrites durant le refroidissement de l'alliage. Il en résulte une évolution de la viscosité telle que mentionnée dans la section 1.6.1, qui dépend de la vitesse de refroidissement  $\dot{T}$  ainsi que de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  durant le refroidissement, et que nous confirmons avec les résultats obtenus dans cette étude. En mode refroidissement continu, l'alliage AZ91D est porté à une température  $T=680^{\circ}\text{C}$ , supérieure à celle de son liquidus ( $T_L=595^{\circ}\text{C}$ ), pour être ainsi maintenue pendant 10 minutes, pour la rendre homogène dans tout le liquide. Par la suite, l'alliage est refroidi à une vitesse constante,  $\dot{T}$ , tout en maintenant un brassage continu et constant du bain à l'aide de l'agitateur cylindrique. L'essai sera complété dès que le rhéomètre aura atteint sa limite, soit dès que l'angle de torsion de l'agitateur sera égal à  $0.5^{\circ}$ , tel que mentionné dans la section 2.1.2. Les vitesses de refroidissement,  $\dot{T}_1=-1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et  $\dot{T}_2=-2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , et de cisaillement  $\dot{\gamma}$  ont été choisies à titre de comparaison dans

cette étude, telles qu'illustrées sur les figures 2.7 et 2.8, afin de montrer l'effet de ce paramètre sur l'évolution de la viscosité de l'alliage. Nous avons également choisi deux vitesses de rotation de l'agitateur, soit  $N_1=64$  tr/min et  $N_2=512$  tr/min, ce qui correspond à deux vitesses de cisaillement  $\dot{\gamma}_1=13$  s<sup>-1</sup> et  $\dot{\gamma}_2=104$  s<sup>-1</sup> respectivement, durant le refroidissement continu. Sur la figure 2.8, nous schématisons un profil de vitesse de cisaillement dans le cas d'un refroidissement continu à une valeur imposée  $\dot{\gamma}=104$  s<sup>-1</sup>. Un intervalle de temps  $\Delta t_1$  sera nécessaire afin d'atteindre la température  $T=680^\circ\text{C}$  à laquelle l'alliage est complètement liquide (voir figure 2.7), puis l'agitateur sera inséré dans le bain pour tourner à la vitesse de rotation  $N$  pour imposer une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  pendant un intervalle de temps  $\Delta t_2$ , et par la suite pendant le refroidissement à vitesse contrôlée.



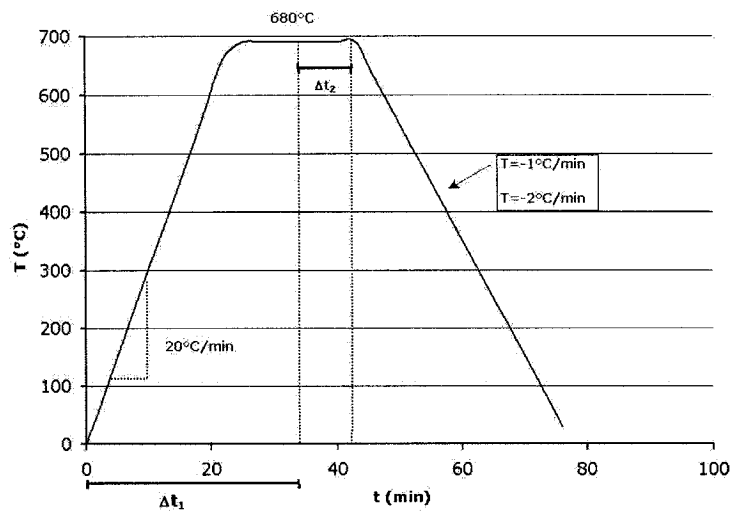


Figure 2.7 - Représentation schématique du refroidissement continu.

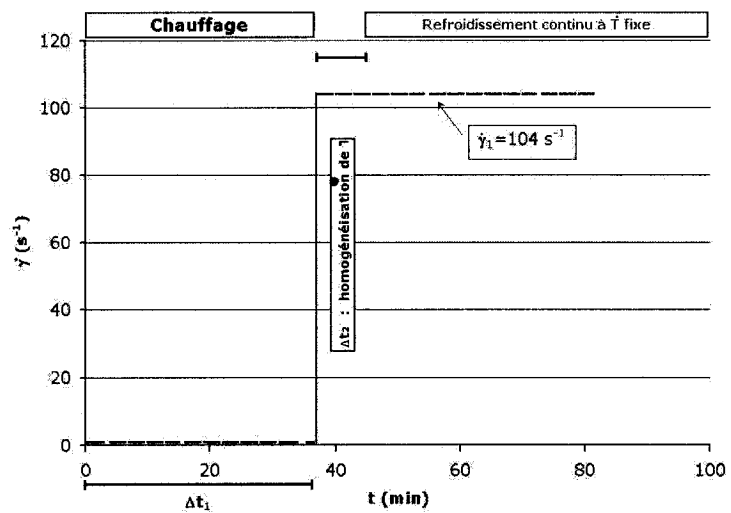


Figure 2.8 - Évolution du cisaillement durant le refroidissement continu.

### 2.1.3.2.2 Le régime isotherme et à vitesse de cisaillement constante

L'état de la microstructure des alliages à l'état semi-solide est fortement lié aux conditions thermomécaniques. La rhéocoulée, telle que mentionnée dans le chapitre 1, est une étape fondamentale qui précède la mise en forme des alliages pâteux, et c'est pour cette raison que nous nous sommes intéressés dans notre étude à connaître le comportement rhéologique de l'alliage AZ91D à l'état semi-solide dans le temps, et pour une température et un cisaillement fixes. Les viscosités qui en résultent seront fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  ainsi que du temps  $t$  consacré à l'essai. L'évolution du comportement des alliages à l'état semi-solide en condition isotherme et à cisaillement constant est mise en valeur dans cette étude en faisant subir à l'alliage un refroidissement continu, tel que cité plus haut, jusqu'à une température  $T$  du domaine semi-solide. À ce stade nous imposons un maintien isotherme pendant  $\Delta t_2=10\text{min}$  pour homogénéiser la température de l'alliage semi-solide. Il s'en suit un refroidissement continu à une vitesse  $\dot{T}$  égale à  $-2^\circ\text{C}/\text{min}$  jusqu'à atteindre la température d'essai que nous avons choisie pour notre étude, et qui est égale à  $580^\circ\text{C}$ , ce qui donne une fraction solide  $f_s=37\%$  selon le calcul effectué avec le logiciel F\*A\*C\*T dont les résultats figurent à la figure II.5 de l'annexe II. Un maintien de  $\Delta t_3=10\text{ min}$  afin d'homogénéiser cette température dans tout le bain semi-solide sera suivi d'un brassage à une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  constante. Plusieurs valeurs du paramètre  $\dot{\gamma}$  ont été choisies :  $13\text{ s}^{-1}$ ,  $26\text{ s}^{-1}$ ,  $52\text{ s}^{-1}$  et  $104\text{ s}^{-1}$ , voir les figures 2.9 et 2.10. L'essai est complété lorsque la viscosité apparente  $\eta$  n'évoluera plus en fonction du temps ; celle-ci aura atteint un plateau. Le but de ce type d'expérience est d'estimer à quel niveau le degré de cisaillement peut influencer la valeur du plateau, ainsi que l'étendue de l'utilisation du modèle de Mada et Ajersch [41]. Dans le cas du régime isotherme et à cisaillement constant pour un cisaillement  $\dot{\gamma}=52\text{ s}^{-1}$ , nous avons pris des échantillons du bain semi-solide au début et à la fin du plateau ainsi obtenu et avons soumis ceux-ci à une analyse microstructurale, voir section 2.1.3.4.

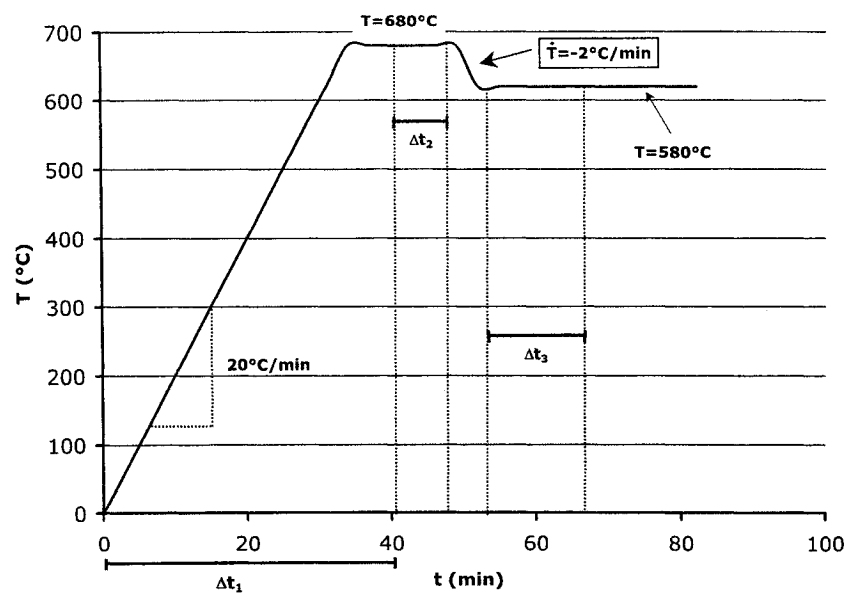


Figure 2.9 - Représentation schématique du régime isotherme et à cisaillement constant.

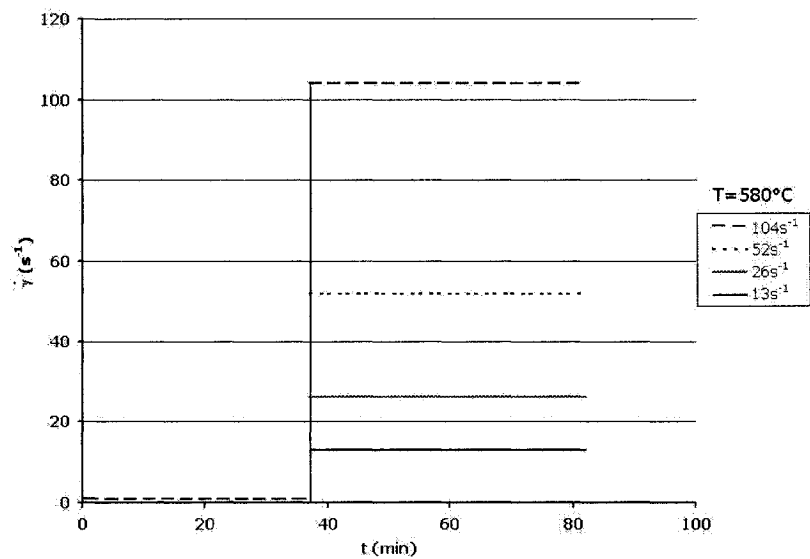


Figure 2.10 - Évolution du cisaillement durant le régime isotherme et à cisaillement constant.

### 2.1.3.2.3 Le régime isotherme et à vitesse de cisaillement transitoire et discontinue

Comme mentionné dans la section 1.6.2.2, il s'agit d'un traitement isotherme durant lequel l'alliage est cisailé d'une vitesse  $\dot{\gamma}_o$  prise pour référence à une autre, pour par la suite revenir au cisaillement initial. Les viscosités instantanées  $\eta$  sont ainsi obtenues pour un même état structural. Ce procédé semble se rapprocher des conditions opératoires industrielles de mise en forme, puisque les billettes rhéocoulées subissent des cisaillements variés dus à la complexité des moules. L'idée de cette expérience étant de marquer la réponse de la structure au changement brusque du cisaillement, sans tenir compte du temps puisque la structure n'a pas le temps de s'adapter au nouveau régime. Communément nommé *Shear Step Change*, ce régime est voisin de celui cité à la section précédente, à la seule différence que le changement de vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  s'effectue de manière brusque. Généralement, dans ce régime, nous choisissons une vitesse de cisaillement de référence qui est dans notre étude égal à  $\dot{\gamma}=134 \text{ s}^{-1}$ , puis nous la faisons varier vers des valeurs supérieures ou inférieures. L'aspect général d'une telle évolution est schématisé sur la figure 2.11. Nous avons également utilisé des creusets de diamètre intérieur inférieur, et ce pour atteindre une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}=536 \text{ s}^{-1}$ . Un prélèvement d'alliage a été effectué pour un tel degré de cisaillement et comparé à celui dont la vitesse de cisaillement était de  $134 \text{ s}^{-1}$ .

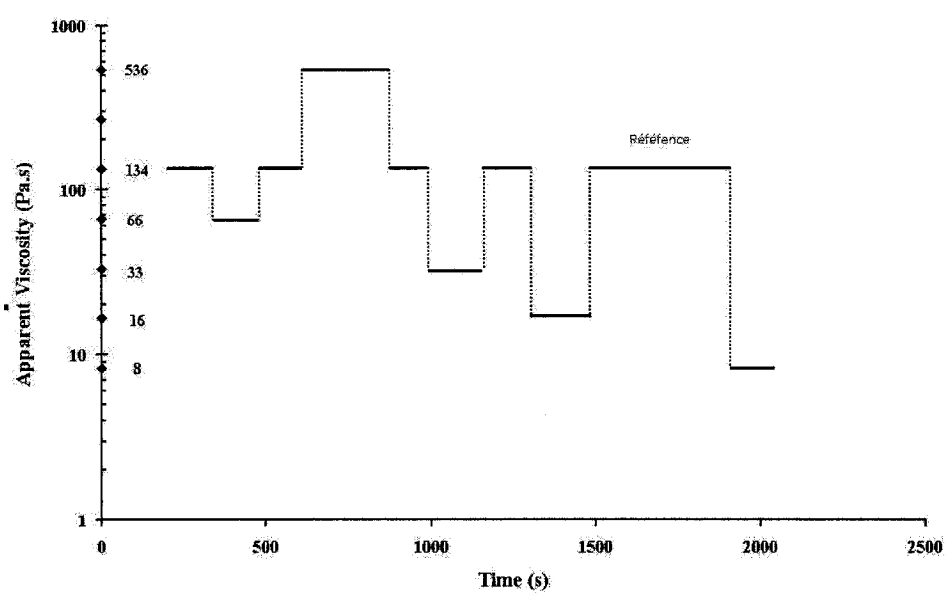


Figure 2.11 - Séquence de vitesse de cisaillement durant le régime isotherme à vitesse de cisaillement transitoire et discontinue.

#### 2.1.3.2.4 Le régime isotherme et à vitesse de cisaillement transitoire et continue

Comme cité dans la section 1.6.2.3, la transition dans la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  se fera de façon continue. L'idée de cet essai s'apparente à la mise en forme dans des moules simples, évitant ainsi les brusques variations de cisaillement. Dans le cas de ce régime, l'alliage est conditionné comme dans la section 2.1.3.2.2, à la seule différence que le cisaillement, une fois la température d'essai est atteinte, évolue de façon transitoire et continu d'une valeur initiale  $\dot{\gamma}_o=0 \text{ s}^{-1}$  à une valeur maximale  $\dot{\gamma}_{max}=104 \text{ s}^{-1}$ , pour revenir par la suite à  $\dot{\gamma}=0 \text{ s}^{-1}$ , voir figure 2.12. Une boucle d'hystérésis est ainsi obtenue montrant l'évolution de la viscosité apparente pour un cycle qui peut être modélisé par la méthode proposée par Azzi [29] dans la section 1.6.2.3. Le même essai a été réalisé en maintenant l'alliage une fois la température d'essai atteinte, pendant 10 minutes. Ceci avait pour but de montrer l'effet du temps de repos sur l'étendue de la boucle d'hystérésis.

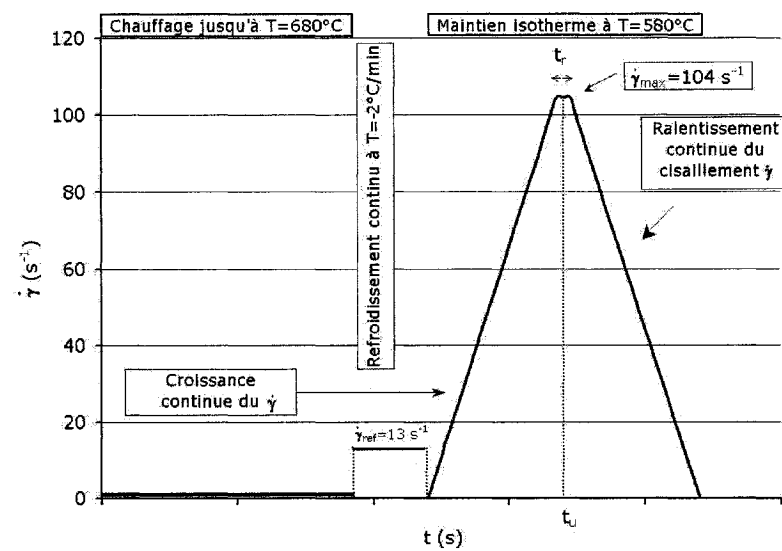


Figure 2.12 - Évolution de la vitesse de cisaillement durant le régime isotherme à vitesse de cisaillement transitoire et continue.

### 2.1.3.3 Rhéométrie au four à plateaux parallèles

Ce dispositif se compose de deux plateaux parallèles ayant le rôle de plaques chauffantes, faites en acier contenant du molybdène pour leur assurer une meilleure stabilité thermique. Chaque plaque contient trois résistances chauffantes pour amener l'alliage, en forme de pastille cylindrique, à l'état semi-solide. Le tout étant thermiquement isolé, nous traitons les surfaces des plaques chauffantes ainsi que l'échantillon à écraser par projection de graphite pour assurer une surface lubrifiée. Finalement un thermocouple est inséré à l'intérieur de l'échantillon, soit à 1mm de la surface, pour mesurer de la température exacte au sein de la pastille. Ce four à plateaux parallèles tel qu'illustré sur la figure 2.13 est doté d'un plateau supérieur mobile verticalement et sur lequel peuvent s'appliquer des charges imposées. Ce plateau est relié à un capteur LVDT qui relie le déplacement du plateau supérieur à un système d'acquisition de données. Le four réchauffe la pastille cylindrique à une vitesse  $\dot{T} = 6^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Le four ainsi que la pastille sont thermiquement isolés et un mélange gazeux ( $\text{Ar} + 2\%\text{vol SF}_6$ ) protège l'alliage de toute oxydation. Une fois la température de travail atteinte, un maintien pendant une minute sera suivi de l'écrasement de la pastille à l'aide de masses choisies. À la fin du forgeage, une fois que la vitesse de déformation  $\dot{\gamma}$  est négligeable, on refroidit rapidement le four grâce au circuit d'eau usiné à l'intérieur de chaque plaque. Ce processus de mise en forme à l'état semi-solide a été conduit sur des échantillons d'alliage de magnésium aux état dendritique et rhéocoulé. Les deux états ont été élaborés au laboratoire en utilisant le four cylindrique vertical cité dans la section 2.1.2.



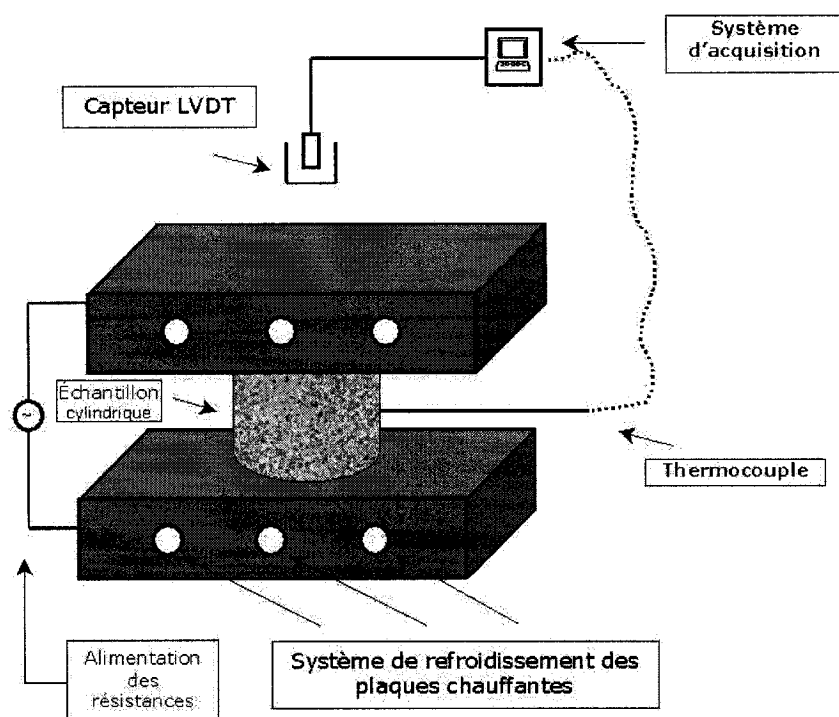
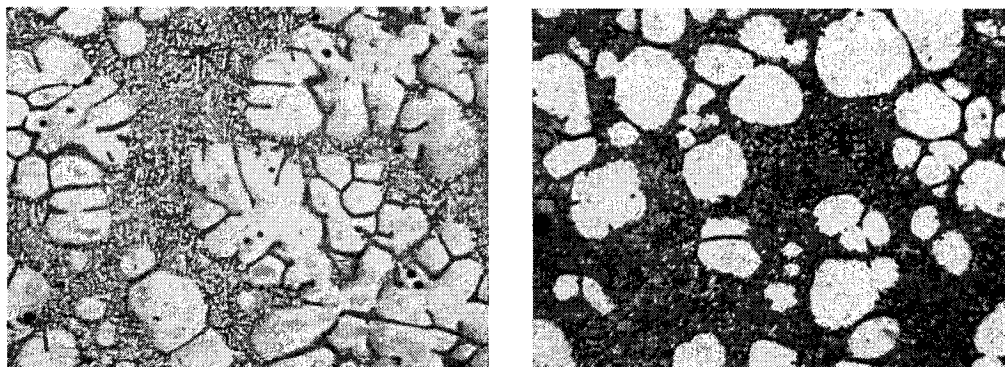


Figure 2.13 - Schéma détaillé du four à plateaux parallèles.

Initialement, les morphologies des billettes dendritiques et rhéocoulées produites au laboratoire présentent les aspects suivants :



(a) Phase primaire à l'état dendritique

(b) Phase primaire à l'état rhéocoulé

Figure 2.14 - Exemples de microstructure de l'alliage AZ91D avec  $f_s=37\%$ .

La modélisation du comportement rhéologique des alliages à l'état semi-solide s'est réalisée en utilisant deux approches. La première, dite du modèle newtonien, décrit l'évolution du comportement en forgeage pour des faibles vitesses de cisaillement, tandis que la seconde, dite du modèle à loi de puissance, est utilisée pour décrire le comportement pseudo-plastique des alliages, [34].

#### 2.1.3.4 Analyse d'images

Largement perçue comme un problème qui survient lors de la mise en forme, la ségrégation de la phase liquide a été mise en évidence lors du protocole expérimental cité dans la section 2.1.3.3, en procédant par une analyse d'image à l'aide du logiciel Clemex® version 3.0.036. Pour bien illustrer ce constat, nous avons pris des photographies du centre de la pastille forgée jusqu'à sa périphérie en passant par la région médiane, telles qu'illustrées sur la figure 2.16.

Les photographies ont toutes le même grossissement de 50x. De plus, pour avoir un bon échantillonnage, nous avons choisi de faire une moyenne des paramètres choisis, soit la fraction solide locale  $f_{sl}$  et le diamètre des particules  $D_m$  de la phase primaire en observant les microstructures jusqu'à compter 50 particules. Ces deux paramètres sont choisis à l'aide de l'analyseur d'image Clemex® qui donne également le nombre de particules observées. Le diamètre de la particule a été choisi comme étant le diamètre du cercle qui contient la particule à étudier, quelle soit dendritique ou rhéocoulée, alors que la fraction solide locale  $f_{sl}$  est calculée par le rapport de la surface des particules sur celle de l'image entière, tel que schématisé à la figure 2.15. Finalement, nous avons également visionné le facteur de forme des particules selon les conditions opératoires. Ce facteur de forme a été déterminé de manière qualitative par la sphéricité des particules définie par la relation suivante :

$$S = \frac{4 \pi A}{L^2}$$

où  $A$  est l'aire de la particule d'étude et  $L$  son périmètre.

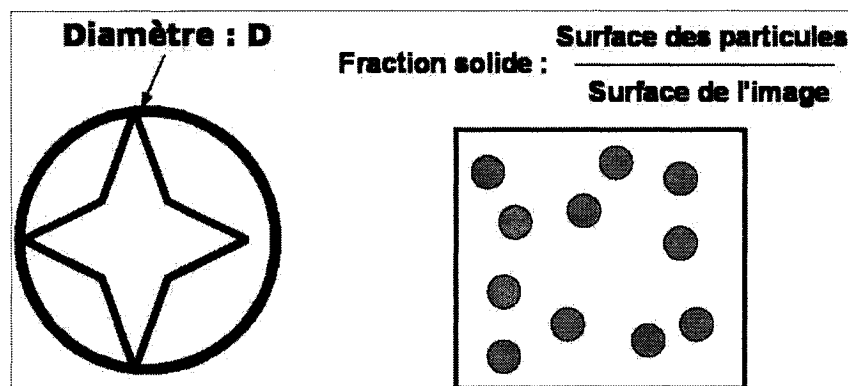


Figure 2.15 - Détermination du diamètre  $D_m$  d'une particule ainsi que de la fraction solide locale  $f_{sl}$ .

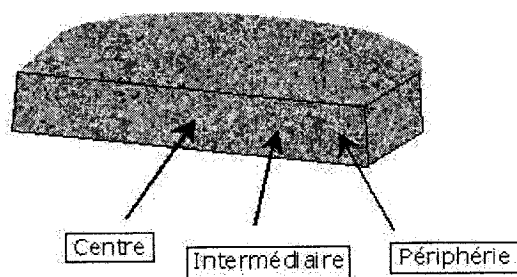


Figure 2.16 - Découpage de l'échantillon forgé au four à plateaux parallèles.

## CHAPITRE 3

### RÉSULTATS ET DISCUSSION

#### 3.1 Modélisation des diagrammes de phase d'alliages de magnésium dans le coin riche en magnésium

En se basant sur le développement effectué dans l'annexe II, et grâce aux données thermodynamiques fournies par la banque de données SGTE (*Scientific Group Thermodata Europe*), nous avons pu construire les diagrammes de phases des pseudo-binaires qui constituent le coin riche en magnésium du système Mg-Al-Zn. Sur la figure 1.2, nous donnons l'allure du diagramme de phase du système binaire Mg-Al. Dans le cas du système Mg-Al-Zn, la figure 2.1 nous montre les phases présentes du diagramme quasi-ternaire à 1%Zn, soit dans le coin riche en magnésium.

Dans le cas de la modélisation du ternaire Mg-Al-Zn dans le coin riche en magnésium, nous avons comparé les résultats obtenus avec les données thermodynamiques SGTE et celles de Calphad telles que montrées dans l'article de Liu [26], voir figure 1.5. En utilisant le logiciel F\*A\*C\*T, nous avons été en mesure de découper quelques isothermes pour différentes compositions de l'alliage AZ91D et de calculer la distribution des phases en présence. Ce calcul a été reporté à l'annexe II. La figure 1.5 citée par Liu [26] n'a pu être obtenue avec la base de données du logiciel F\*A\*C\*T. Nous avons quand-même calculé avec ce logiciel l'isoplèthe Mg-Al-1%Zn, voir figure 2.1, ainsi que Mg-Al-2.1%Zn, voir figure 3.1, à titre de comparaison. Ce dernier semble beaucoup plus proche des résultats publiés par Liu [26].

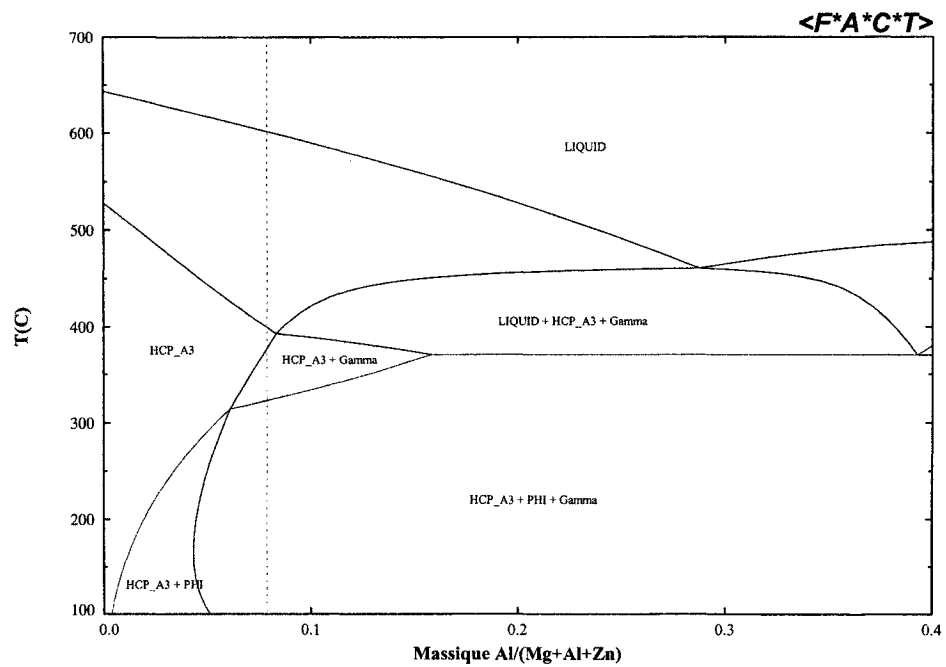


Figure 3.1 - Isoplèthe du système Mg-Al-Zn à 2.1%Zn(massique) modélisé par F\*A\*C\*T. La ligne en pointillé représente l'alliage AZ91D.

### 3.2 Comportement rhéologique de l'alliage AZ91D au refroidissement continu

Dans cette classe d'essai, voir section 2.1.3.2.1, l'alliage subit une solidification conventionnelle dans le cas où la vitesse de cisaillement imposée est faible, i.e.  $\dot{\gamma} \leq 13 \text{ s}^{-1}$ . Généralement, nous avons remarqué que la viscosité apparente  $\eta$  enregistrée dans ce régime atteint sa limite supérieure pour une vitesse de cisaillement faible à une température  $T$  égale à  $573^\circ\text{C}$ , soit pour une fraction solide  $f_s=45\%$  environ, voir figure 3.2 et figure 3.3. Ceci nous ramène aux travaux de Saint-John et Dahle [45] qui proposèrent deux étapes fondamentales qui décrivent le comportement en refroidissement continu de l'alliage :

- Un seuil critique (*dendritic coherency*) à partir duquel les dendrites formées commencent à s'imbriquer pour acquérir une certaine résistance;
- Un empilement maximal des dendrites (*maximum packing fraction*) qui marque la fin de la formation du réseau de dendrites et le début de leur croissance.

Pour ces auteurs, une fraction solide  $f_s=20\%$  sera nécessaire et suffisante pour atteindre le premier point de leur suggestion, un point que nous confirmons dans nos essais, comme illustré dans la figure 3.3. Jusqu'à ce stade, l'évolution de la viscosité apparente  $\eta$  en fonction de la fraction solide  $f_s$  suit une loi linéaire telle que décrite par les deux premiers termes de l'équation de Thomas [31]. Au fur et à mesure que le refroidissement se poursuit, la fraction solide augmente de telle sorte que le renforcement du réseau solide fait croître la viscosité de façon exponentielle.

Le refroidissement continu est également un moyen fiable pour connaître les températures de transitions structurales. Il suffira de reporter les données des températures en fonction du temps pour obtenir des plateaux aux températures de transitions

telles que le liquidus  $T_L=595^\circ\text{C}$  pour une vitesse de refroidissement  $\dot{T}=-1^\circ\text{C}/\text{min}$ . Plus encore, pour une vitesse de refroidissement infiniment faible, le liquidus à l'état d'équilibre tel que décrit dans les diagrammes de phases pourrait être atteint ; ce qui nous ramène aux travaux de Luo [27] qui préconise une température du liquidus de l'alliage AZ91D, pour une vitesse de refroidissement négligeable, égale à  $603^\circ\text{C}$ . Nous n'avons pu reporter sur nos graphes tous les changements structuraux durant le refroidissement continu ; ceci est principalement dû au fait que la limite du rhéomètre (force de torsion maximale) est atteinte pour une fraction solide  $f_s$  voisine de 45%. À l'aide de l'équation de Scheil (eq. 1.2), il est possible de tracer la courbe de l'évolution de la viscosité apparente  $\eta$  en fonction de la fraction solide  $f_s$ . En comparant la rhéologie de l'alliage AZ91D en refroidissement continu avec celle du composite GrA-Ni<sup>®</sup>, cité à la section 1.6.2.1, nous remarquons que la cinétique d'agglomération, qui fait augmenter la viscosité, est ralentie due à la présence des particules de renfort du composite. Ce retard, dû au renfort, dans la consistance du réseau dendritique a été mentionné par Flemings [3]. Sur la figure 3.3, nous posons à titre d'illustration les résultats des travaux de Azzi [29] sur le GrA-Ni<sup>®</sup> pour les mêmes conditions. Notons aussi que la taille et la morphologie des particules de renfort du GrA-Ni<sup>®</sup>, soit des particules de SiC ainsi que le graphite, ne changent pas l'allure de la courbe  $\eta=f(T)$  lorsque la vitesse de cisaillement est faible. Ce constat peut être dû à la morphologie de rosette des particules de la phase  $\alpha(\text{Mg})$  de l'alliage AZ91D qui est aussi complexe que celle des particules de renfort du GrA-Ni<sup>®</sup>. La figure 3.3 montre bien que les viscosités des deux matériaux évoluent de façon similaire, en signalant une croissance légèrement plus lente du GrA-Ni<sup>®</sup>, due au renfort.



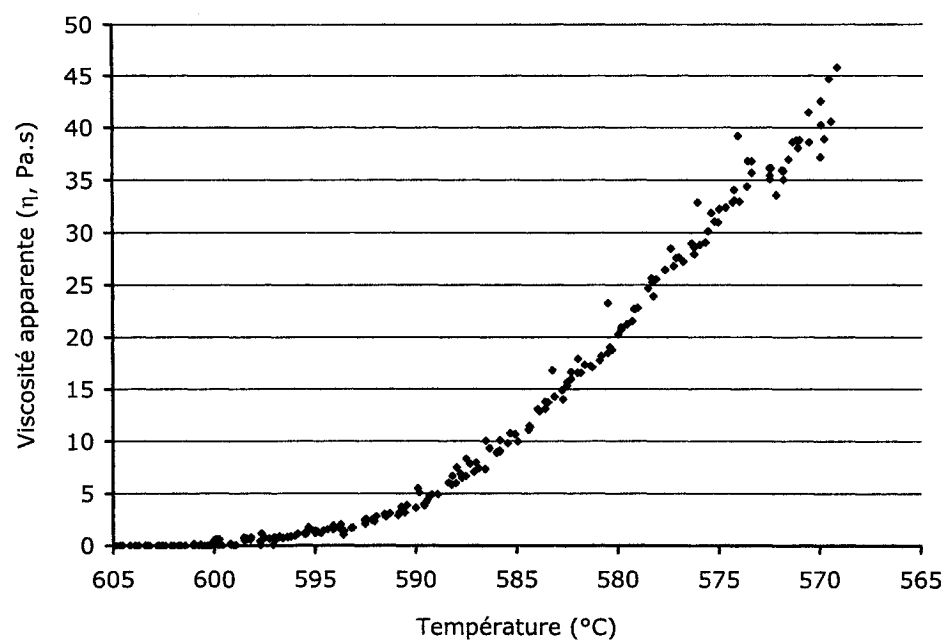


Figure 3.2 - Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D durant le refroidissement continu à  $\dot{T} = -1^\circ\text{C}/\text{min}$  avec une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma} = 13 \text{ s}^{-1}$ .

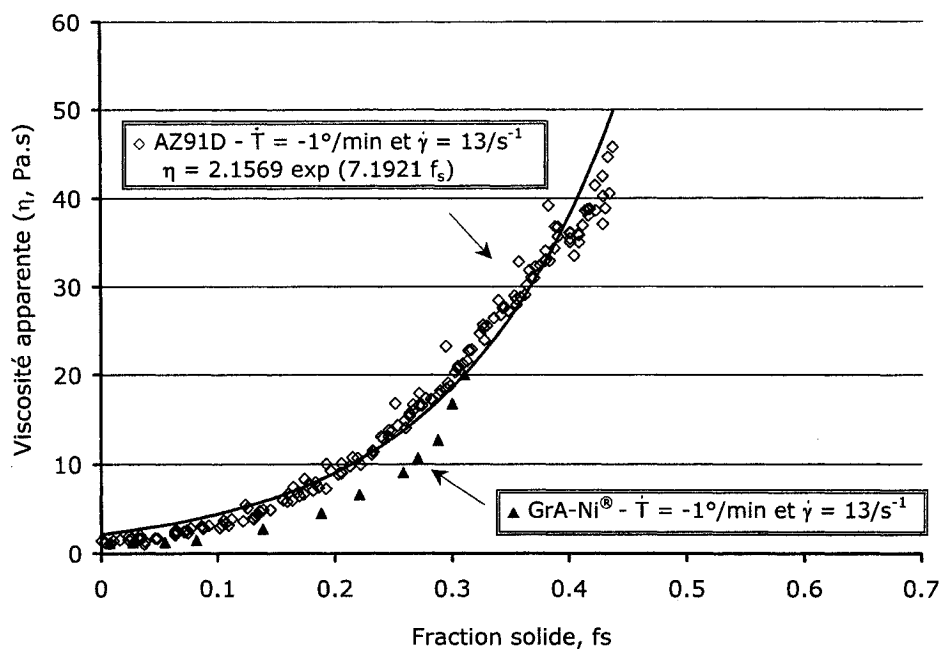


Figure 3.3 - Comparaison entre l'évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D et du composite GrA-Ni<sup>®</sup> 10S4G en fonction de la fraction solide pour une vitesse de refroidissement  $\dot{T} = -1^\circ\text{C}/\text{min}$  et une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}_1 = 13 \text{ s}^{-1}$ . Pour le GrA-Ni<sup>®</sup> 10S4G, il s'agit de la fraction solide primaire calculée à l'aide de l'équation de Scheil.

En augmentant la vitesse de cisaillement d'un ordre de grandeur, la structure, étant plus brassée, aura une viscosité plus basse puisque la morphologie dendritique de la phase solide primaire tend à disparaître au profit de la morphologie de rosette, voire globulaire, qui se développe au cours du temps. Il y aura un certain retard, voir figure 3.4, pour observer à cette vitesse de cisaillement une augmentation de la viscosité  $\eta$ . Ceci sera observé tout au long du refroidissement continu. Sur cette figure, une température  $T=555^\circ\text{C}$ , soit  $f_s \approx 61\%$  selon l'équation de Scheil (équation 1.2), révèle une viscosité apparente de l'alliage inférieure à 10 Pa.s, alors que pour un refroidissement continu à une vitesse plus lente, soit  $\dot{T}=-1^\circ\text{C}/\text{min}$  tel qu'illustré sur la figure 3.5, la même viscosité n'est observée qu'à plus haute température, soit  $T \approx 585^\circ\text{C}$ .

Le liquidus atteint à  $T=595^\circ\text{C}$  n'est en fait obtenu que lorsque la vitesse de refroidissement vaut  $\dot{T}=-1^\circ\text{C}/\text{min}$ . Cependant, en augmentant celle-ci à  $\dot{T}=-2^\circ\text{C}/\text{min}$ , le liquidus se verra rabaisser à  $T=592^\circ\text{C}$ , voir figure 3.5 et la croissance exponentielle de la viscosité apparente  $\eta$  se fera plus rapidement que précédemment, pour la même vitesse de cisaillement. De plus, nous n'avons remarqué l'effet de la vitesse de refroidissement qu'à partir d'une fraction solide  $f_s=37\%$ . Sur la figure 3.5, les courbes se séparent à partir de cette fraction solide, pour donner une viscosité apparente plus forte lorsque le refroidissement est plus rapide ( $\dot{T}=-2^\circ\text{C}/\text{min}$ ). Ce résultat s'avère intéressant du fait qu'il nous aidera à préparer nos échantillons pour les essais à venir. Étant donné que pour les deux vitesses de refroidissement  $\dot{T}_1=-1^\circ\text{C}/\text{min}$  et  $\dot{T}_2=-2^\circ\text{C}/\text{min}$ , nous obtenons des viscosités apparentes similaires à  $T=580^\circ\text{C}$ , nous pouvons en conclure que l'état structural de l'alliage AZ91D à cette température et pour ces deux vitesses de refroidissement est presque le même. En d'autres termes, l'effet de la surfusion à une vitesse de refroidissement  $\dot{T}=-2^\circ\text{C}/\text{min}$  est tel que le liquidus est certes abaissé de quelques degrés, soit  $592^\circ\text{C}$  comparativement à  $595^\circ\text{C}$  pour  $\dot{T}=-1^\circ\text{C}/\text{min}$ , mais la croissance des particules de phase primaire s'avère plus

accélérée dans le premier cas. La croissance de la courbe à  $\dot{T}=-2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  devrait donc rattraper celle pour  $\dot{T}=-1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  à une vitesse de cisaillement donnée, soit  $\dot{\gamma}=13\text{ s}^{-1}$ .

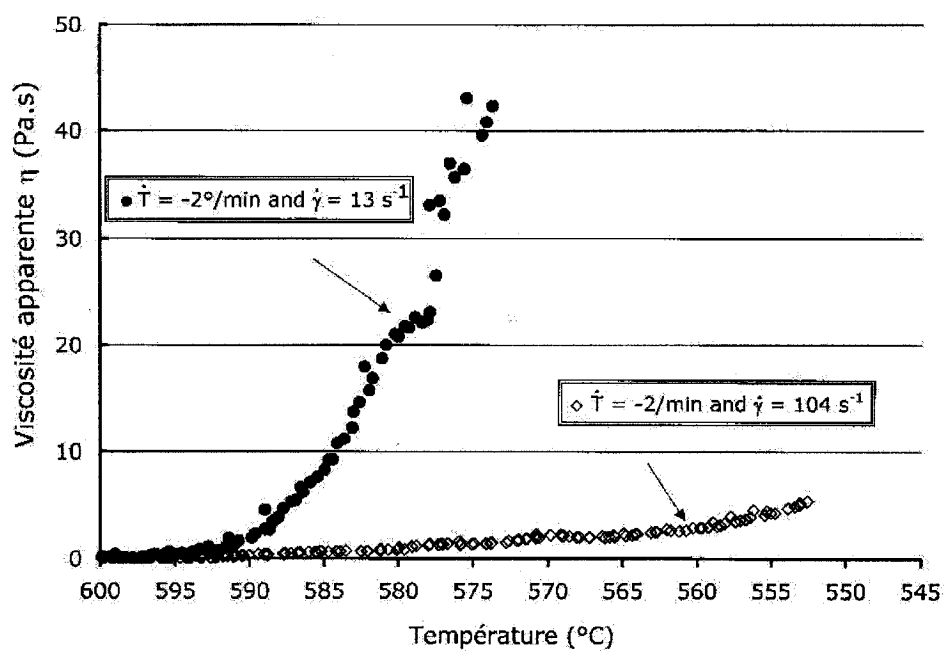


Figure 3.4 - Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D durant le refroidissement continu à une vitesse  $\dot{T}=-2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et pour deux vitesses de cisaillement :  $\dot{\gamma}_1=13\text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\gamma}_2=104\text{ s}^{-1}$ .

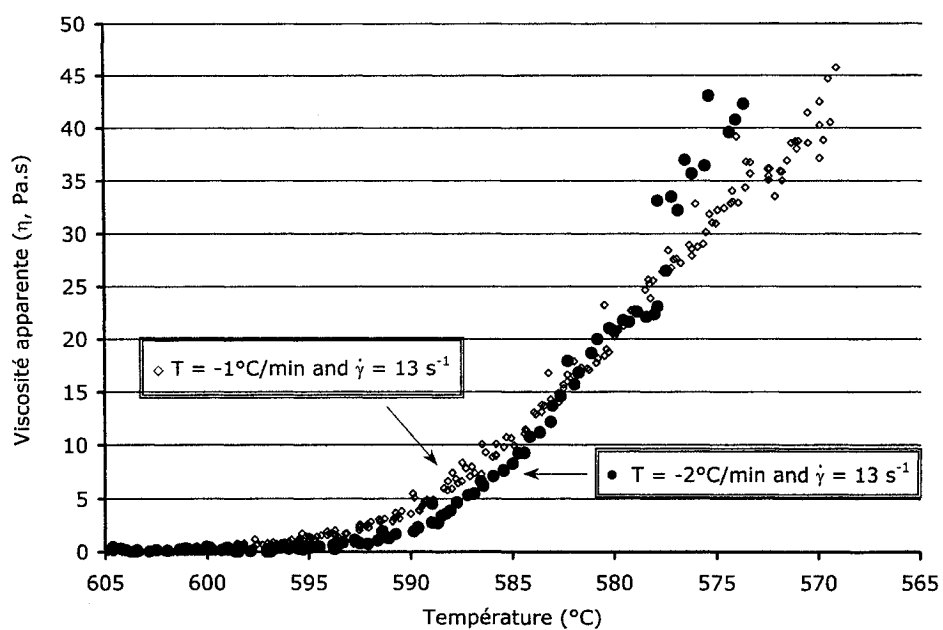


Figure 3.5 - Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D durant le refroidissement continu, pour deux vitesses de refroidissement :  $\dot{T}_1 = -1^\circ\text{C/min}$  et  $\dot{T}_2 = -2^\circ\text{C/min}$ .

En terme de reproductibilité des essais, nous avons répété l'essai de refroidissement continu de l'alliage AZ91D avec une vitesse de refroidissement  $\dot{T} = -2^\circ\text{C}/\text{min}$  et une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma} = 13 \text{ s}^{-1}$ . Étant donné que le brassage agit sur la quasi-totalité de l'alliage liquide et semi-solide, les particules de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  qui germent durant la solidification sont réparties de façon homogène à l'intérieur du creuset. Les résultats obtenus (voir figure 3.6) démontrent l'écart entre trois essais avec les mêmes conditions, soient  $\dot{T} = -2^\circ\text{C}/\text{min}$  et  $\dot{\gamma} = 13 \text{ s}^{-1}$ . Cet écart est principalement dû à la composition initiale de l'échantillon d'alliage AZ91D ; rappelons que nos échantillons sont puisés d'un lingot d'alliage AZ91D solidifié de manière conventionnelle et que la ségrégation laisse voir des régions plus riches en soluté que d'autres. En comparant l'écart entre les viscosités apparentes en début et fin de solidification, nous remarquons que celui-ci est plus faible pour des températures voisines du liquidus que pour des températures plus basses. Il semblerait que, à haute température, les particules qui germent sont libres et donnent une viscosité quasiment homogène quelque soit la composition initiale des échantillons, alors qu'aux basses températures la construction du réseau de dendrites dépendrait fortement de la composition initiale.

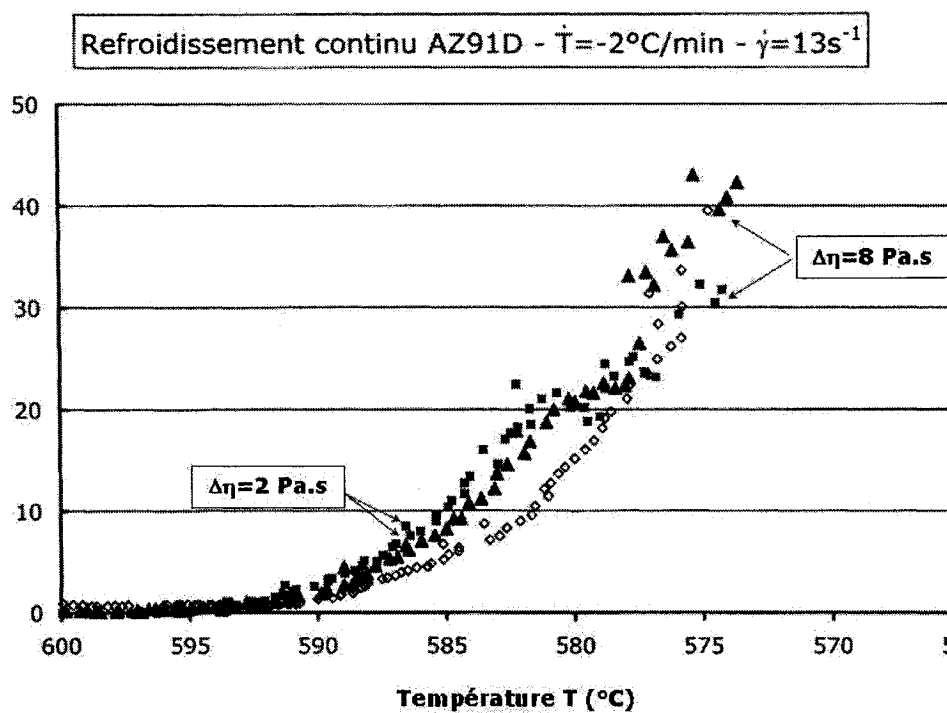


Figure 3.6 - Reproductibilité des résultats dans le cas du refroidissement continu de l'alliage AZ91D pour une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma} = 13\text{ s}^{-1}$  et une vitesse de refroidissement  $\dot{T} = -2^\circ\text{C}/\text{min}$ . L'écart entre les viscosités semble moins prononcé au début qu'en fin de solidification.

### 3.3 Comportement rhéologique des alliages de magnésium au régime isotherme et à vitesse de cisaillement constante

Comme cité à la section 2.1.3.2.2, ce mode consiste en un maintien à une température fixe, i.e.  $T=580^{\circ}\text{C}$ , soit à une fraction solide donnée de la phase primaire  $f_s=37\%$ , durant laquelle un cisaillement à une vitesse constante  $\dot{\gamma}$  est imposé. De ce fait, la structure de l'alliage à l'état semi-solide passera d'un état de rosette, dû à la vitesse de cisaillement primaire  $\dot{\gamma}_o$ , voir section 2.1.3.2.1, à un état dit rhéocoulé puisque l'agitateur (ou l'outil) brise le réseau de dendrites et amène la structure à un état non-dendritique ou globulaire, selon l'intensité de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ . De ce fait, la viscosité apparente  $\eta$  diminuera de manière significative, dépendant de la valeur de la vitesse de cisaillement et de sa durée. En mettant en valeur l'évolution de la viscosité apparente  $\eta$  en fonction du temps  $t$ , et ce pour une vitesse de cisaillement constante  $\dot{\gamma}$ , le caractère thixotrope ainsi visualisé commence par une chute drastique de la viscosité qui dure pendant un intervalle de temps plus ou moins long, selon la valeur de la vitesse de cisaillement, suivi d'une diminution ralentie de cette viscosité jusqu'à atteindre un plateau. Une vue générale de la figure 3.7 nous montre une diminution de la viscosité apparente  $\eta$  en fonction du temps  $t$ . Pour une faible vitesse de cisaillement, cette diminution apparaît quasi-monotone et suit bien le modèle proposé par Mada et Ajersch [41], voir équation 1.11. De la figure 3.7 où  $\dot{\gamma}=13\text{ s}^{-1}$  à la figure 3.11 où  $\dot{\gamma}=104\text{ s}^{-1}$ , le parcours de la viscosité dans le temps commence par une viscosité maximale, celle de la structure préparée durant l'historique thermo-mécanique, cité dans la section 2.1.3.2.2. En élevant la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  à chaque essai, le plateau obtenu en fin de processus se retrouve à des viscosités plus basses. À ce stade, nous ne pouvons dire que le comportement de l'alliage à l'état semi-solide est newtonien car une élévation de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  abaissera encore la viscosité. Cependant nous supposons que pour des valeurs de vitesses de cisaillement  $\dot{\gamma}$  supérieure à  $1000\text{ s}^{-1}$ , l'alliage AZ91D à  $f_s=37\%$  aura un comporte-



ment presque newtonien puisque la structure sera tellement éclatée que la cinétique de destruction, à ce stade sera nulle. Sur les figures 3.9 à 3.11, l'intervalle de temps  $\Delta t_1$  nécessaire à amorcer le plateau de viscosité varie selon la vitesse de cisaillement. Sur le tableau 3.1, nous dressons les valeurs expérimentales du paramètre  $\Delta t_1$  pour les vitesses de cisaillement  $\dot{\gamma}=26 \text{ s}^{-1}$ ,  $52 \text{ s}^{-1}$  et  $104 \text{ s}^{-1}$ . La microstructure élaborée en fin de refroidissement continu jusqu'à la température  $T=580^\circ\text{C}$  ( $f_s=37\%$ ) est en faite constituée d'agrégats de particules solide  $\alpha(\text{Mg})$  répartis dans le bain. Il est évident de mentionner que si l'intensité du paramètre  $\dot{\gamma}$  durant le refroidissement continu était grande, la microstructure de l'alliage à  $f_s=37\%$  aurait l'apparence de particules globulaires séparées les unes des autres et, par conséquent, la chute drastique pendant l'intervalle de temps  $\Delta t_1$  observée sur la figure 3.12 pour les vitesses de cisaillement  $\dot{\gamma}=13 \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\gamma}=104 \text{ s}^{-1}$  ne serait pas observée.

Pour une vitesse de cisaillement intermédiaire,  $\dot{\gamma}=52 \text{ s}^{-1}$ , le point A de la figure 3.10 nous montre la microstructure obtenue en fin de chute drastique de la viscosité apparente  $\eta$ . Avant la chute de la viscosité, cette microstructure apparaît sous forme d'agrégats de particules de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$ , qui donne à l'alliage une viscosité apparente globale d'environ 3 Pa.s. Le paramètre  $\dot{\gamma}$  étant maintenu constant, l'éclatement des agrégats se fait à une cinétique qui dépend de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ . Pour un intervalle de temps  $\Delta t_2$ , la figure 3.10 montre que la viscosité atteint un plateau après plusieurs oscillations : au fur et à mesure que la structure est brassée, des agrégats et des particules de phase  $\alpha(\text{Mg})$  percutent l'agitateur, ce qui donne ces fluctuations jusqu'à atteindre le plateau de viscosité, voir tableau 3.1. Cependant, étant donné que la cinétique de dégradation l'emporte sur l'agglomération des particules, l'oscillation de la viscosité se verra ralentir au bout de l'intervalle de temps  $\Delta t_2$ . Cette observation est moins prononcée dans le cas du brassage vigoureux, voir figure 3.12, vu qu'à une telle intensité les agrégats sont vite séparés en début du processus du cisaillement. Cette constatation n'a pas été observée sur la figure 3.7 :

la faible vitesse de cisaillement ne nous permettait pas de discerner entre la phase de séparation de la structure en agrégats de celle obtenue en fin du plateau de viscosité.

D'un autre côté, nous avons vérifié la reproductibilité de ce type d'essai dans les mêmes conditions expérimentales de la figure 3.7. Comme dans le cas du refroidissement continu présenté à la figure 3.6, le brassage continu favorise la répartition homogène des particules de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  au sein du creuset. Cette distribution homogène des particules solides se retrouve également dans le cas des essais où la vitesse de cisaillement est plus élevée.

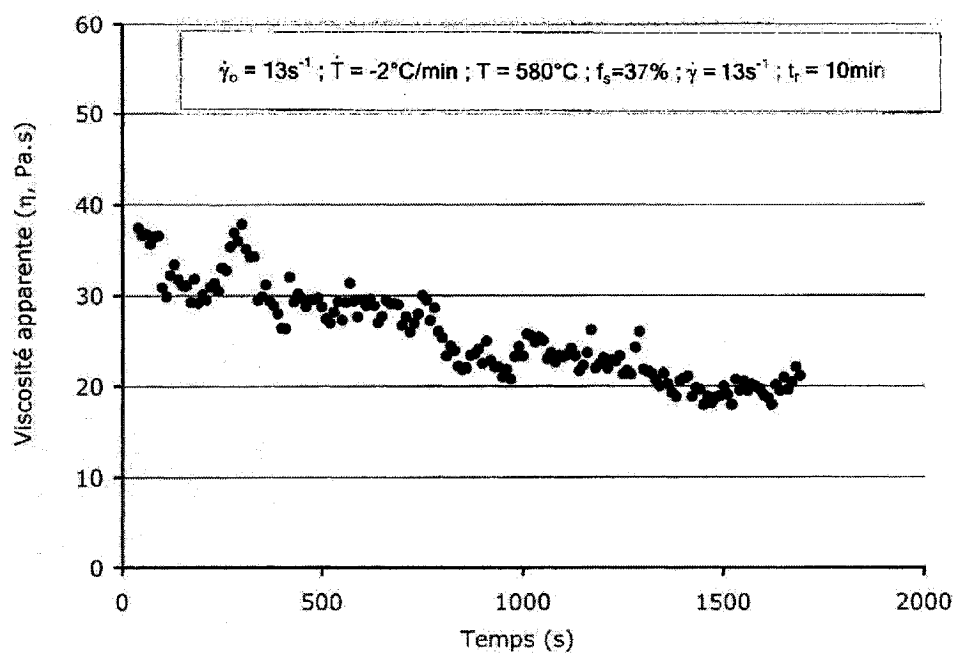


Figure 3.7 - Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D à  $f_s=37\%$  cisailé sous  $\dot{\gamma}=13 \text{ s}^{-1}$ .

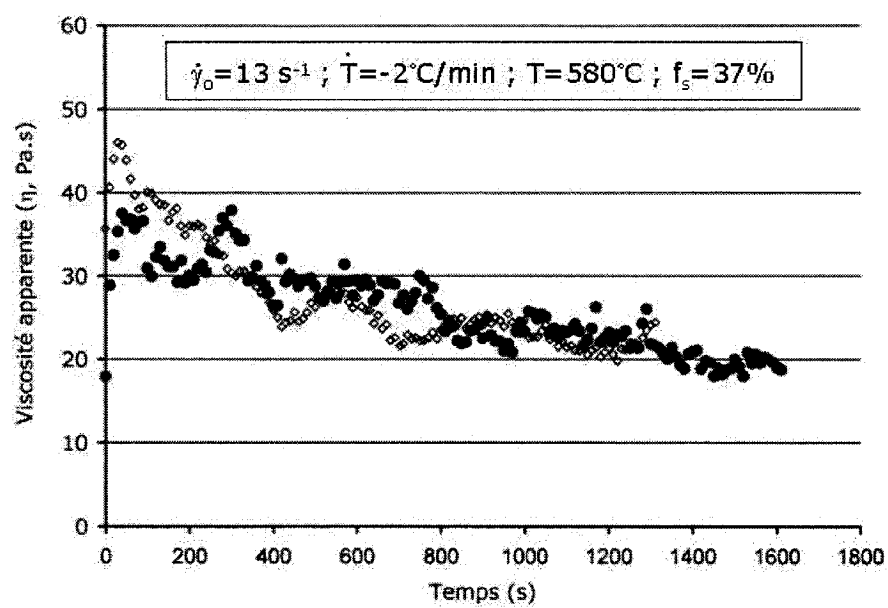


Figure 3.8 - Reproductibilité des résultats dans le cas du régime isotherme à vitesse de cisaillement constante :  $\dot{\gamma}=13 \text{ s}^{-1}$ .

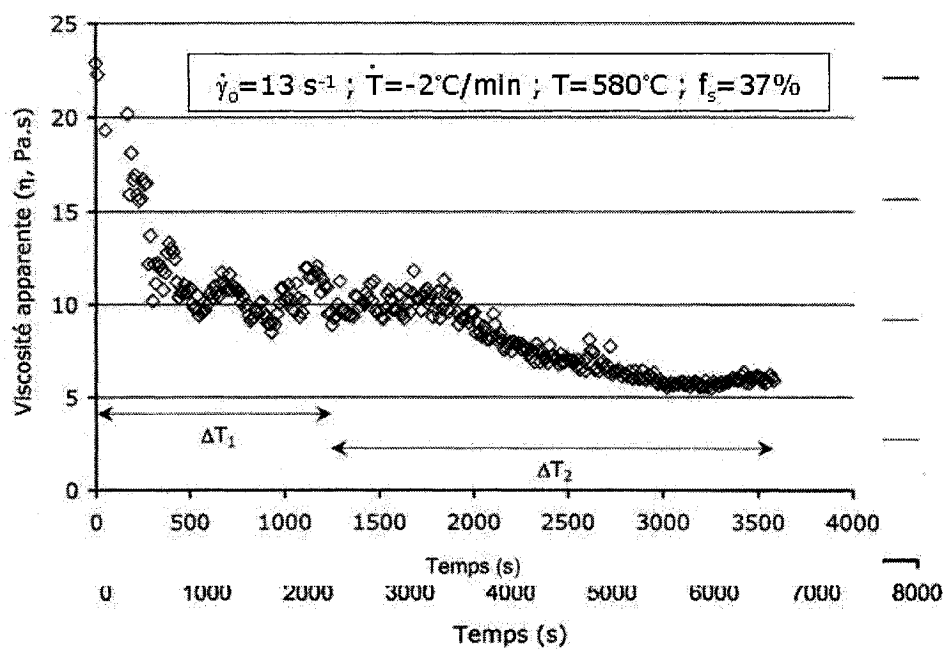


Figure 3.9 - Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D à  $f_s = 37\%$  cisailé sous  $\dot{\gamma} = 26 \text{ s}^{-1}$ .

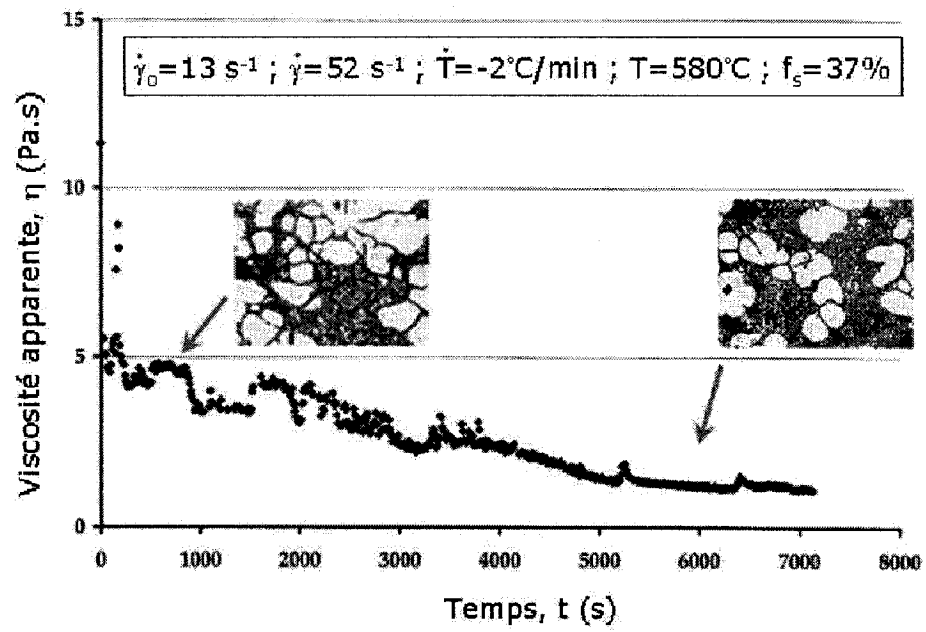


Figure 3.10 - Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D à  $f_s = 37\%$  cisailé sous  $\dot{\gamma} = 52 \text{ s}^{-1}$ .

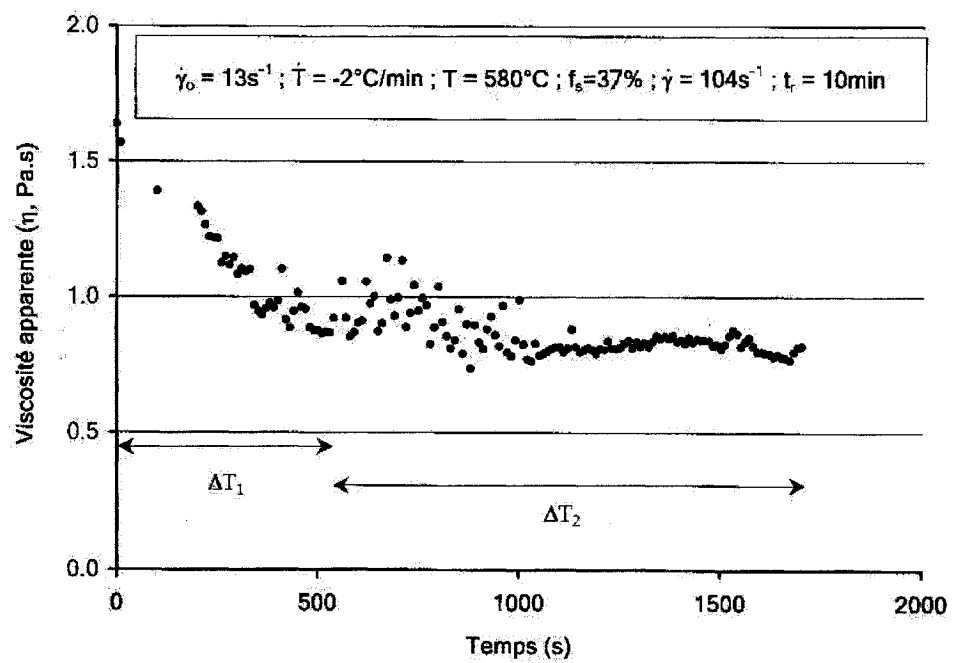


Figure 3.11 - Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D à  $f_s=37\%$  cisailé sous  $\dot{\gamma}=104 \text{ s}^{-1}$ .

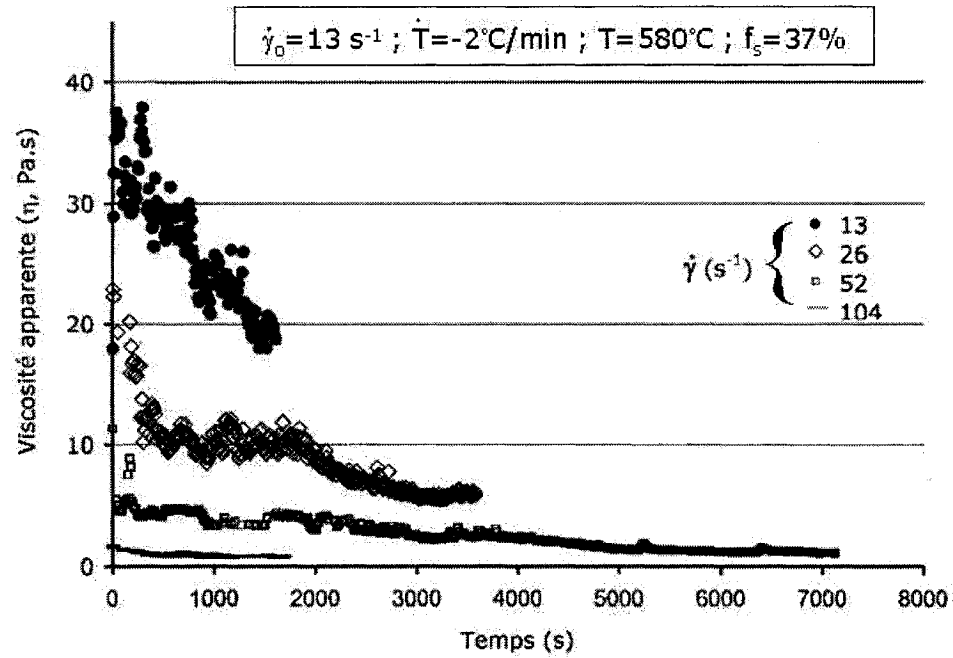


Figure 3.12 - Évolution de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D à  $f_s=37\%$  pour différentes vitesses de cisaillement. Les conditions initiales étant citées sur la figure.

Tableau 3.1 - Valeurs expérimentales du temps  $\Delta t_1$  et des plateaux des viscosités apparentes pour différentes vitesses de cisaillement.

$\dot{\gamma}(s^{-1})$	$\Delta t_1(s)$	$\eta_{\text{équilibre}}$
13	-	18.7
26	1250	5.9
52	1109	1.1
104	529	0.8



### 3.3.1 Cinétique de dégradation

Nous avons mentionné le rôle du brassage de la microstructure sur ses propriétés rhéologiques. D'un point de vue qualitatif, la microstructure passe d'un état plus ou moins aggloméré à un état de dispersion des particules solides de phase  $\alpha(\text{Mg})$  dans le bain liquide. Dépendant de l'historique thermo-mécanique ainsi que du cisaillement infligé en condition isotherme, l'évolution de la microstructure peut également être traduite par celle du paramètre structural  $\lambda$ , comme cité à la section 1.6.2.1 qui rend compte de l'état physique de la microstructure.

Selon Mada et Ajersch [41], la cinétique de dégradation de la structure lors du brassage en condition isotherme suit une loi du type :

$$K_D = \frac{\dot{\gamma}}{a + b\dot{\gamma}}$$

À partir des résultats expérimentaux obtenus à la figure 3.13, nous avons remarqué que la cinétique de dégradation  $K_D$  suit la loi proposée par Mada et Ajersch [41], alors que dans ses travaux Azzi [29] proposait dans le cas du Gra-Ni<sup>®</sup> l'équation 1.12. Pour refléter cette étroite dépendance, les valeurs des viscosités des plateaux observés pour des vitesses de cisaillement  $\dot{\gamma}$  comprises entre  $13 \text{ s}^{-1}$  et  $104 \text{ s}^{-1}$  ont été relevées en fonction de la vitesse de cisaillement. Puis nous avons tracé la courbe :

$$\frac{\dot{\gamma}}{K_D} = a + b\dot{\gamma}$$

déduite de l'équation 3.3.1. L'équation de la droite ainsi établie à la figure 3.13 entre la constante de dissociation  $K_D$  et la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ , obtenue par régression linéaire sur les points expérimentaux, est donnée ci-dessous :

$$K_D = \frac{\dot{\gamma}}{2711 + 19.55 \dot{\gamma}}$$

À titre de comparaison, nous illustrons sur la figure 3.14 les travaux de Azzi [29] sur le composite GrA-Ni<sup>®</sup>. Il faudra cependant noter que dans les courbes des travaux de Azzi [29], il est question de la fraction solide primaire et non pas totale : en effet, à la fraction solide primaire  $f_s=37\%$ , il faudra ajouter celle des particules de renforts qui dans le cas du composite GrA-Ni<sup>®</sup> 10S4G, est de 14%. D'un autre côté, puisque les particules de renforts freinent la reconstruction du réseau de particules solides [3], la courbe de GrA-Ni<sup>®</sup> se retrouve inférieure à celle de l'alliage A356, même si ce dernier a une fraction solide inférieure.

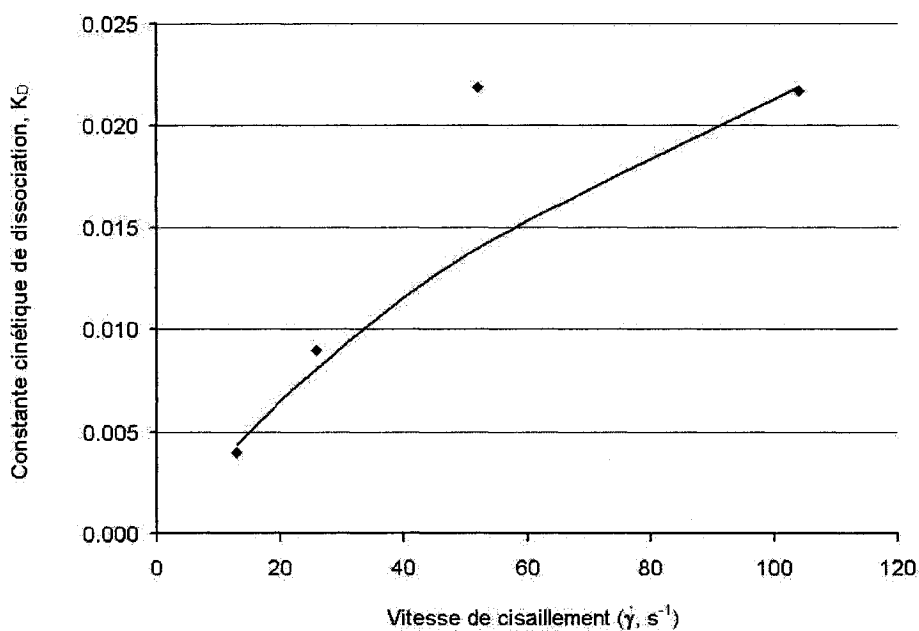


Figure 3.13 - Évolution de la constante de dissociation  $K_D$  en fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ .

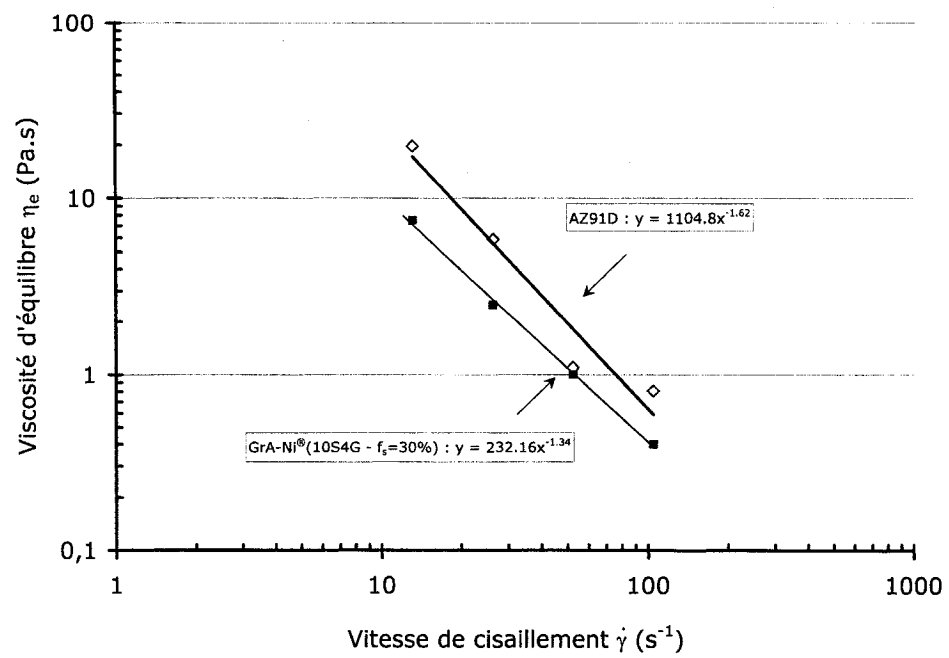


Figure 3.14 - Comparaison entre les évolutions de la viscosité pour l'alliage AZ91D et le composite GrA-Ni<sup>®</sup>, dans les mêmes conditions opératoires. Pour le GrA-Ni<sup>®</sup>, il s'agit de la fraction solide primaire.

### 3.3.2 Modélisation du comportement à basse vitesse de cisaillement

Le modèle de Mada et Ajersch [41] (section 2.1.3.2.2), met en valeur l'évolution isotherme de la viscosité en fonction du paramètre principal qui influence les changements structuraux : la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ . Dans nos travaux sur l'alliage AZ91D, il a été observé que l'éclatement de la structure durant le processus isotherme et stationnaire se réalise en deux étapes :

- un passage de l'état initial dû à l'historique thermo-mécanique imposé ( $\dot{\gamma}_o$ ) à un état où la structure présente des particules solides de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  agglomérées. Ceci est schématisé par une chute brutale de la viscosité  $\eta$  enregistrée;
- une chute moins prononcée qui amène la viscosité apparente vers un plateau.

Le premier point stipule un changement structural à grande échelle : le passage d'une structure initiale semi-solide dont la phase solide est agglomérée vers une structure qui montre une distribution de plus petits agglomérats, voir le point **A** sur la figure 3.10. Quant au second point, il s'agit beaucoup plus d'un éclatement de chaque agglomérat en petites particules plus ou moins sphériques (dépendant de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ ), uniformément réparties. Ce constat est illustré au point **B** sur la figure 3.10. À titre d'exemple, nous avons modélisé le comportement illustré sur la figure 3.9 pour une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}=26 \text{ s}^{-1}$  et l'avons subdivisé en deux modèles, voir figure 3.15 et figure 3.16, pour illustrer notre argumentation. Finalement, nous avons superposé sur la figure 3.17, le premier modèle **(1)** qui rend compte du passage vers des agglomérats régulièrement distribués, au second modèle **(2)** qui porte attention sur l'éclatement des agglomérats en particules fines et globulaires. Encore une fois, tout dépend des liaisons entre agglomérats et particules. Rappelons que les liaisons entre particules solides sont plus intenses que celles qui lient les amas de

particules. Ceux-ci seront plus faciles à briser lors du cisaillement (voir le paramètre  $\Delta t_1$  sur les figures 3.9 à 3.11).

D'un point de vue cinétique, la courbe de la figure 3.15 montre une constante cinétique de dissociation  $K_D$  supérieure à celle de la courbe 3.16. En considérant le modèle de Mada et Ajersch [41], voir section 1.6.2.1, les données de cette expérience donnent les équations expérimentales suivantes, qui peuvent à notre avis constituer le modèle de Mada et Ajersch amélioré :

- Cas de la figure 3.15, l'équation de Mada et Ajersch [41] s'écrit comme suit :

$$\eta = \eta_{e1} + (\eta_o - \eta_{e1}) \exp(-K_{D1} t)$$

avec comme conditions aux limites : à  $t=0$ ,  $\eta=\eta_o$  et à  $t=\Delta t_1$ ,  $\eta=\eta_{e1}$  où  $\eta_{e1}$  est la viscosité apparente d'équilibre pour la première phase de dissociation à une cinétique de dissociation  $K_{D1}$  durant l'intervalle  $0 \leq t \leq 1910$ , soit :

$$\eta = 10 + (19.33 - 10) \exp(-2.4 \times 10^{-3} t) \quad \text{pour } t \leq 1910s$$

- Cas de la figure 3.16 l'équation de Mada et Ajersch aura la forme suivante :

$$\eta = \eta_{e1} + (\eta_{e1} - \eta_{e2}) \exp(-K_{D2} (t - \Delta t_1))$$

avec comme conditions aux limites : à  $t=\Delta t_1$ ,  $\eta=\eta_{e1}$  et à  $t=t_\infty$ ,  $\eta=\eta_{e2}$  où  $\eta_{e2}$  est la viscosité apparente d'équilibre pour la seconde phase de dissociation à une cinétique de dissociation  $K_{D2}$  pour  $t > 1910s$ , soit:

$$\eta = 5.5 + (10.35 - 5.5) \exp(-1.96 \times 10^{-3} (t - 1910)) \quad \text{pour } t > 1910s$$

Le calcul des constantes cinétiques  $K_{D1}$  et  $K_{D2}$  a été établi pour les différentes vitesses de cisaillement utilisées dans cette étude. Nous les résumons dans le tableau 3.2. Il est évident que si nous résumons au modèle de Mada et Ajersch [41]

à une seule constante cinétique  $K_D$ , celle-ci serait comprise entre les valeurs de  $K_{D1}$  et  $K_{D2}$ .

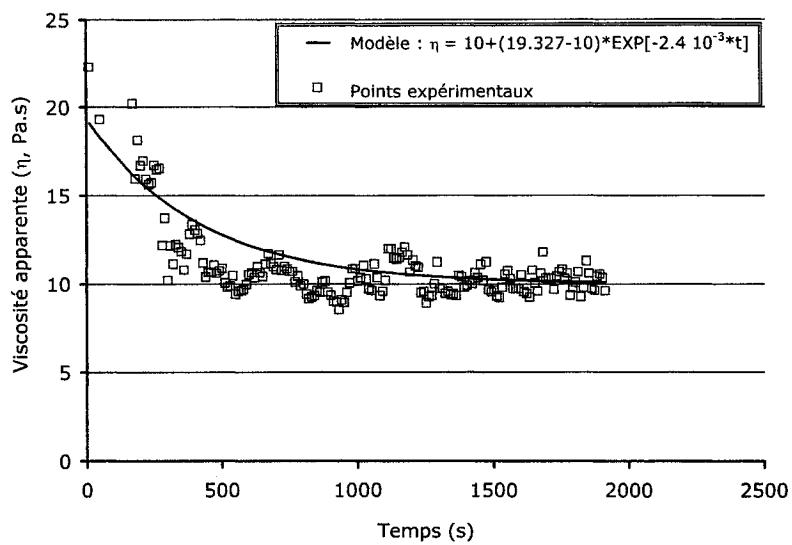


Figure 3.15 - Modèle de l'évolution initiale ( $\Delta t_1=2000\text{sec}$ ) de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D pour  $f_s=37\%$  et  $\dot{\gamma}=26 \text{ s}^{-1}$ .

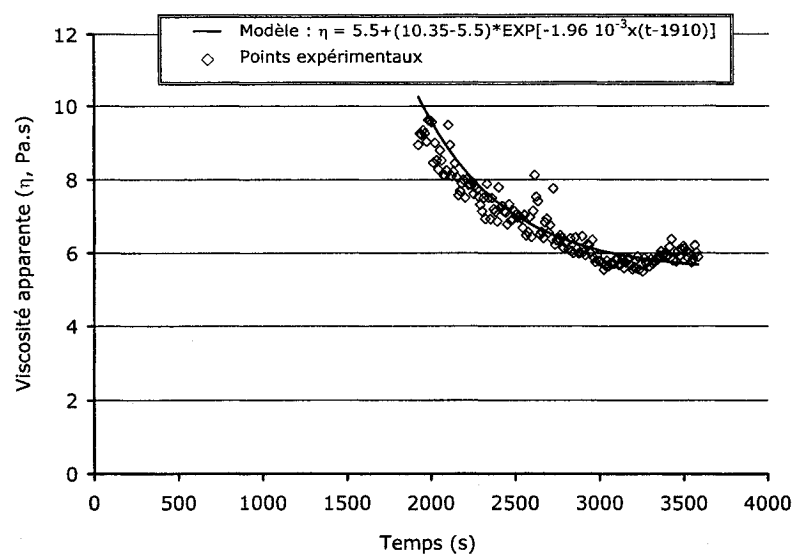


Figure 3.16 - Modèle de l'évolution finale ( $t \geq \Delta t_1$ ) de la viscosité apparente de l'alliage AZ91D pour  $f_s=37\%$  et  $\dot{\gamma}=26 \text{ s}^{-1}$ .

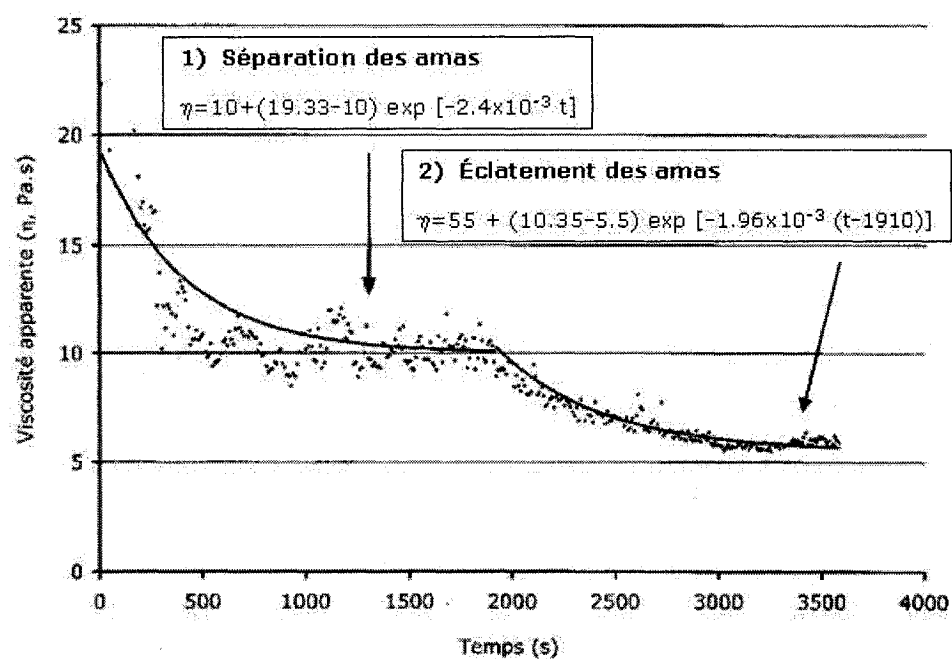


Figure 3.17 - Décomposition du comportement thixotrope de l'alliage AZ91D, cisailé à  $\dot{\gamma} = 26 \text{ s}^{-1}$ , par le modèle de Mada et Ajersch [41] avec deux cinétiques de dissociation.



Tableau 3.2 - Valeurs expérimentales des constantes cinétiques  $K_{D1}$  et  $K_{D2}$  pour différentes vitesses de cisaillement de l'alliage AZ91D.

$\dot{\gamma}$ ( $s^{-1}$ )	$K_{D1}$	$K_{D2}$
13	-	0.0520
26	0.0035	0.0019
52	0.0120	0.0004
104	0.0260	0.0015

### 3.4 Comportement des alliages de magnésium au régime isotherme et transitoire

#### 3.4.1 Cas de la vitesse de cisaillement transitoire et discontinue

##### *Shear Step Change*

Comme cité dans la section 2.11, ce régime est solidairement lié au processus de mise en forme des alliages à l'état semi-solide, puisqu'il fait subir à l'alliage pâteux différents cisaillements. Les différents sauts de vitesses de cisaillement dans ce régime s'apparentent à la complexité des moules de la mise en forme des pièces. Sur la figure 3.18 qui est liée à la figure 2.11, nous illustrons l'évolution de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  en fonction du temps  $t$  et la réponse de l'alliage AZ91D, soit l'évolution de la viscosité apparente  $\eta$  dans le temps, respectivement. Pour cela, deux paramètres expérimentaux ont été choisis : la température d'essai  $T=580^\circ\text{C}$ , qui donne une fraction solide  $f_s=37\%$ , et la vitesse de cisaillement de référence  $\dot{\gamma}=134\text{ s}^{-1}$  que nous reprenons à chaque saut de vitesse de cisaillement. Sur la figure 3.18, une vue générale du régime transitoire et discontinu imposé à l'alliage AZ91D révèle un comportement thixotrope dès que nous passons aux hautes vitesses de cisaillement, dû à l'éclatement de la structure comme mentionné dans la section 3.3. Cependant, un retour aux faibles vitesses

de cisaillement fera en sorte que la structure s'agglomérera et élèvera ainsi la viscosité apparente jusqu'à ce qu'un nouvel équilibre mécanique dissociation/agglomération soit établi.

Bien que le type d'essai tel que mentionné à la section 3.3 semble être répété dans cette partie, nous serons plutôt attentifs à la réponse de l'alliage AZ91D au changement brusque de vitesse de cisaillement. L'analyse microstructurale de l'alliage AZ91D ayant subi un régime isotherme et transitoire à l'état semi-solide a mis en évidence le rôle de la vitesse de cisaillement sur le changement structural. Dans le cas des essais à refroidissement continu, la structure issue du refroidissement continu à une vitesse de refroidissement  $\dot{T} = -2^\circ\text{C}/\text{min}$  jusqu'à la température  $T = 580^\circ\text{C}$  et pour une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma} = 13 \text{ s}^{-1}$  présente l'aspect tel qu'illustré sur la figure 2.14a. Cette microstructure à l'état conventionnel ne peut faire l'objet d'une étude fructueuse sur la mise en forme à cause de la morphologie dendritique des particules de phase primaire. Par contre, le haut degré de cisaillement obtenu dans cette étude a mis en évidence son rôle sur la taille des particules. Nous avons pour cela pris des échantillons à l'état de référence, soit pour  $\dot{\gamma} = 134 \text{ s}^{-1}$ , ainsi qu'à une plus haute vitesse de cisaillement,  $\dot{\gamma} = 536 \text{ s}^{-1}$ , et les avons soumis à une analyse d'image à l'aide du logiciel Clemex<sup>®</sup> afin d'en déduire la taille des particules  $D_m$ . Respectivement, les échantillons cisailés à  $\dot{\gamma} = 134 \text{ s}^{-1}$  et à  $\dot{\gamma} = 536 \text{ s}^{-1}$  sont représentés à la figure 3.18. Nous remarquons ainsi le rôle de la première vitesse de cisaillement qui permet d'éclater la structure en dissociant tout les agrégats en changeant la morphologie des particules de dendritique à la forme de rosette, et celui de la seconde qui réduit la taille des particules en les rendant plus globulaires.

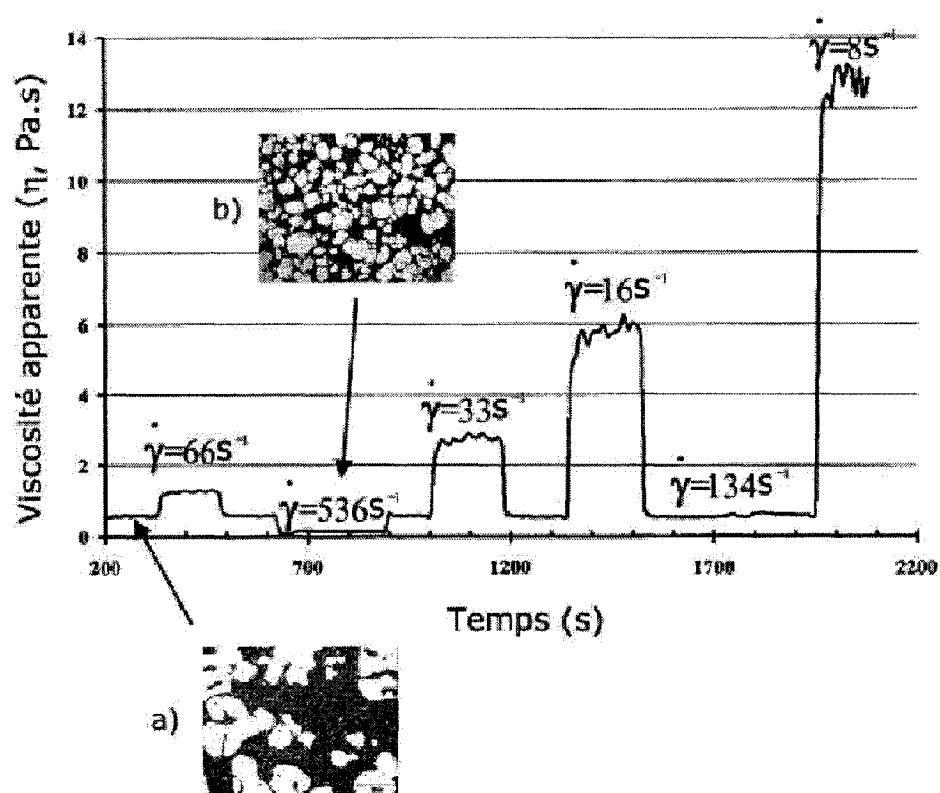


Figure 3.18 - Évolution de la viscosité apparente  $\eta$  en fonction du temps durant le régime isotherme et transitoire discontinu.

D'un autre côté, la viscosité apparente instantanée  $\eta_i$  que nous avons relevée dans nos travaux est typique d'un comportement pseudo-plastique. Il faut mentionner que nous avons dans nos travaux élevé la vitesse de cisaillement à  $\dot{\gamma}=536 \text{ s}^{-1}$  qui est cinq fois plus élevée que celle utilisée par Azzi [29]. Nous n'avons donc pas atteint de limite dans la vitesse de cisaillement qui conduit à une structure complètement éclatée des particules  $\alpha(\text{Mg})$ , et pour des vitesses de cisaillement plus élevées, nous nous attendons à observer une diminution de la viscosité instantanée du fait que les particules optent pour une forme plus sphériques et pour une taille moyenne plus petite.

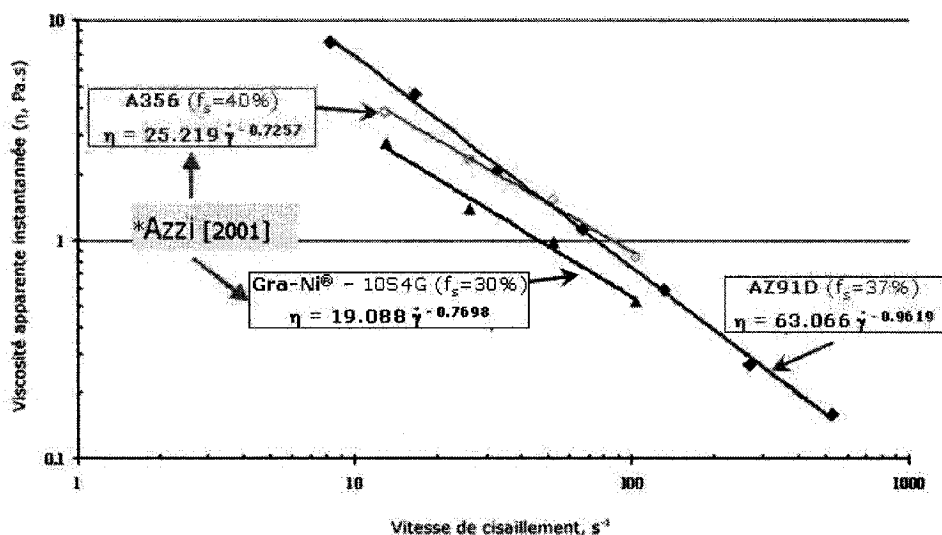


Figure 3.19 - Évolution de la viscosité apparente après un saut brutal de la vitesse de cisaillement. Avant chaque saut, la structure est ramenée à un état de référence à  $\dot{\gamma}=134 \text{ s}^{-1}$ . Dans le cas du Gra-Ni® 10S4G [29],  $f_s$  représente la fraction solide primaire.

### 3.4.2 Cas de la vitesse de cisaillement transitoire et continue

Dans notre étude, nous avons choisi de faire varier le temps de montée  $t_u$  du cisaillement, selon la méthodologie présentée à la section 2.1.3.2.4. Pour des vitesses de cisaillement comprises entre 0 et  $104 \text{ s}^{-1}$ , les temps de montée  $t_u$  choisis sont de 6 s, 18 s et 60 s.

Sur la figure 3.20, nous avons représenté les trois réponses de l'alliage AZ91D à ce régime, selon les trois temps de montée  $t_u$  choisis, en remplaçant la viscosité apparente  $\eta$  par la contrainte de cisaillement  $\tau$  selon :

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

Les conditions opératoires respectées étant :

- vitesse de cisaillement durant le refroidissement continu depuis l'état liquide,  $\dot{\gamma}_o = 13 \text{ s}^{-1}$ ;
- temps de repos  $t_r = 0 \text{ s}$ ;
- vitesse de cisaillement maximale durant le cycle d'hystérésis  $\dot{\gamma}_{max} = 104 \text{ s}^{-1}$ .

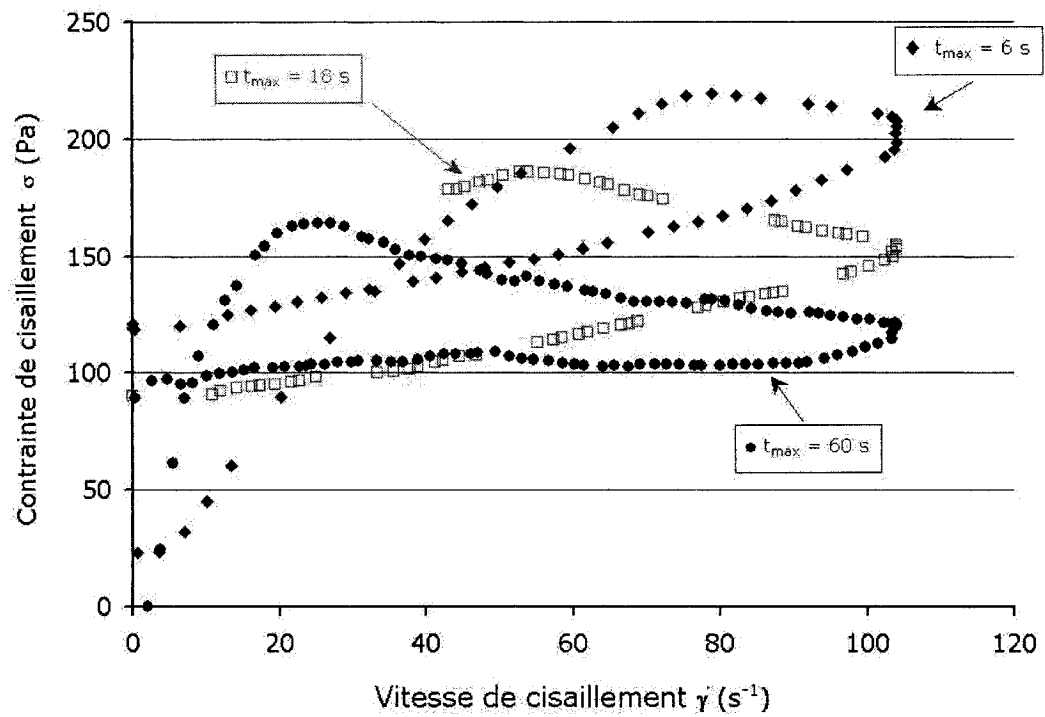


Figure 3.20 - Boucles d'hystérésis obtenues sur l'alliage AZ91D selon trois temps de montée.

Selon Flemings [3], la surface de la boucle d'hystérésis est indicatrice du comportement thixotrope de l'alliage. Étant donné que le temps de repos favorise l'agglomération, la thixotropie le sera également. En comparant les courbes pour  $t_u=6$  s et  $t_u=18$  s, le temps de montée s'avère significatif pour montrer une résistance au cisaillement. Pour  $t_u=6$  s, la structure n'aura pas le temps nécessaire pour se dissocier alors que pour un temps trois fois plus long ( $t_u=18$  s), la boucle d'hystérésis se situe en dessous de celle dont  $t_u=6$  s. Nous remarquons également que la surface de la boucle d'hystérésis pour la courbe pour  $t_u=18$  s est plus importante car la dissociation de la structure, qui entraîne la réduction de la viscosité, est supérieure au cas précédent. En observant la courbe pour  $t_u=60$  s, la dissociation de la structure s'effectue de manière lente et une fois que la vitesse de cisaillement arrive à sa valeur la plus élevée,  $\dot{\gamma}=104 \text{ s}^{-1}$ , la structure aura déjà un degré de dissociation non-négligeable. Ceci explique la faible surface de la boucle d'hystérésis observée sur la figure 3.20 dans le cas où  $t_u=60$  s.

Dans cet essai, il était également possible de faire varier le temps de repos  $t_r$  amorcé dès que la température d'essai  $T=580^\circ\text{C}$  ( $f_s=37\%$ ) est atteinte. À titre de comparaison, nous avons choisi un temps de repos  $t_{r1}$  nul et un autre  $t_{r2}=10$  min pour les mêmes conditions de cisaillement. Sur la figure 3.21 nous remarquons que l'alliage AZ91D paraît plus fluide que le composite GrA-Ni<sup>®</sup> ayant la même fraction solide mais renfermant 9% de particules de renfort supplémentaires. Comme il a été dit dans la théorie, les particules de renfort semblent freiner l'agglomération de la structure pour rendre le mélange plus fluide durant le traitement isotherme, mais ce constat ne semble pas être vérifié en mode dynamique de changement continu de vitesse de cisaillement. De plus, ce constat a été également vérifié dès qu'un temps de repos  $t_r$  non-négligeable est imposé. Sur la figure 3.22, nous remarquons bien que le temps de repos influe à grande échelle sur la viscosité de l'alliage, étant donné qu'après  $t_{r2}=10$  min la structure aura eu le temps de s'agglomérer à nouveau en

amas d'aggrégats, pour permettre une dissosication plus longue lors du brassage, et ce pendant la même durée de montée  $t_u$ . Par contre, ce qui a attiré notre attention est la surface balayée par la boucle d'hystérésis sur la figure 3.22 qui semble plus large dans le cas de l'alliage AZ91D que dans le cas du composite GrA-Ni<sup>®</sup>. En somme, en comparant l'alliage AZ91D et le composite GrA-Ni<sup>®</sup> pour une fraction solide  $f_s=30\%$ , les particules de renfort diminuent la thixotropie des alliages, puisqu'elles empêchent l'agglomération de la structure, et augmentent la résistance au cisaillement.

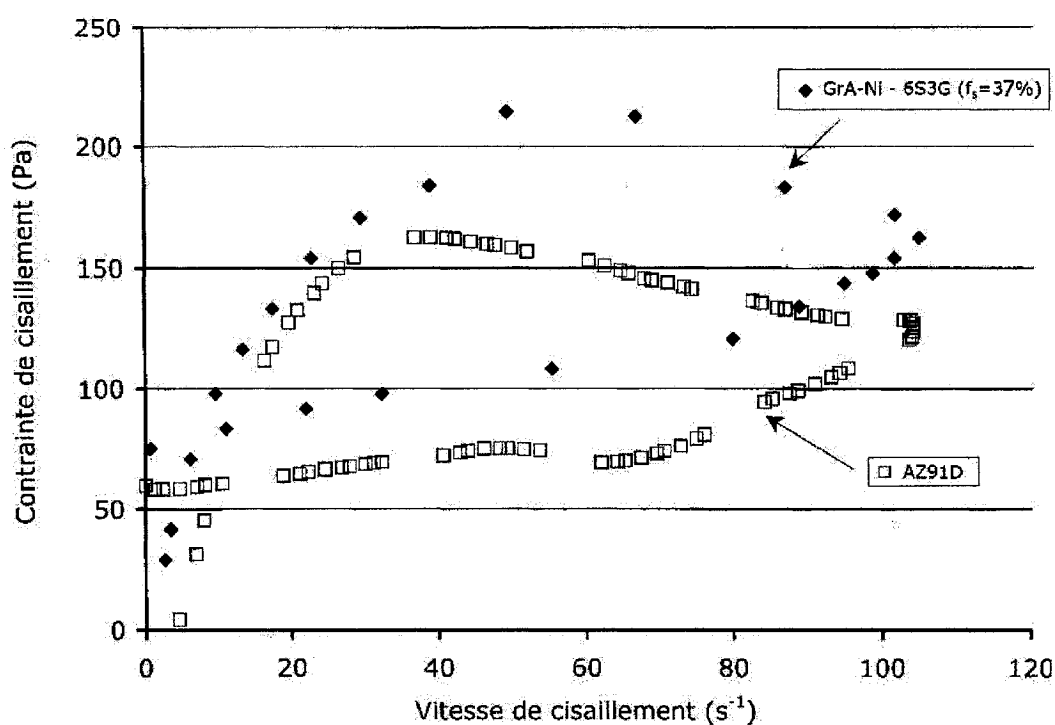


Figure 3.21 - Comparaison entre les boucles d'hystérésis de l'alliage AZ91D avec  $f_s=37\%$  et du composite GrA-Ni<sup>®</sup> 6S3G pour une fraction solide primaire  $f_s=30\%$ , pour un temps de repos  $t_r=0$  s.



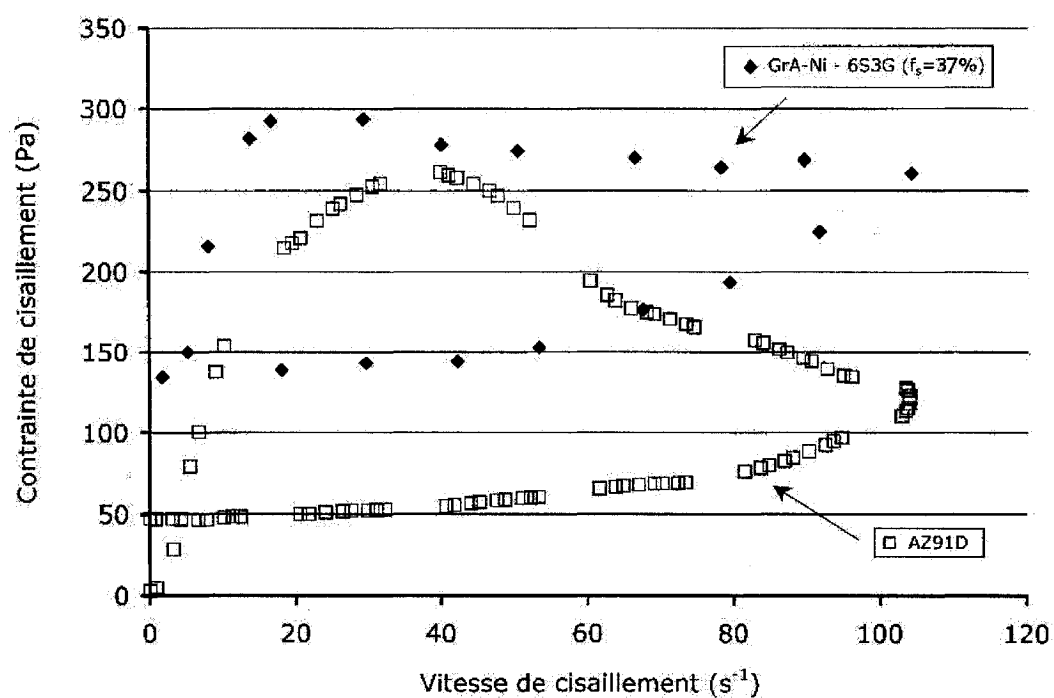


Figure 3.22 - Boucles d'hystérésis de l'alliage AZ91D et du composite GrA-Ni® 6S3G, cisailé après un temps de repos  $t_r=10$  min.

### 3.5 Comportement des alliages mises en forme au rhéomètre à plateaux parallèles

Généralement, des observations faites sur des pièces mises en forme à l'état semi-solide montrent la ségrégation de la phase liquide à différentes régions d'études. Ce phénomène nous a encouragés à entreprendre un protocole expérimental au laboratoire sur deux alliages de magnésium : AZ91D et AJ62x. Le second alliage est connu pour sa bonne résistance au fluage.

Ces expériences ont consisté à déformer des pastilles cylindriques (*Squeezing Flow*) de 25 mm de diamètre et de 10 mm d'épaisseur, et dont la microstructure est à l'état dendritique ou rhéocoulée, entre deux plateaux parallèles séparés par une distance  $h_o$  et qui ont également le rôle de chauffer l'échantillon, voir figure 2.13.

Les pastilles d'alliage à l'état dendritique ont été élaborées au four vertical décrit dans la section 2.1.2 sans utiliser d'agitateur.

En choisissant plusieurs masses  $M_1=800$  g,  $M_2=2$  kg et  $M_3=4$  kg, soit pour des contraintes initiales  $\sigma_o$  égales à 16 kPa, 40 kPa et 80 kPa respectivement, l'évolution de la déformation  $\epsilon$  en fonction du temps  $t$  de l'alliage AZ91D présente un aspect général tel qu'illustré sur la figure 1.43. En fait, il s'agit d'une nouvelle distribution des particules de phase primaire durant l'écrasement de la billette qui laissera par la suite la phase liquide percoler du cœur vers la périphérie de la pastille. Dans le cas des échantillons rhéocoulés, le processus de percolation n'est pas aussi important car la surface spécifique des particules est plus faible et le réseau construit de particules sphériques est plus facilement déformé. À la fin de l'essai de forgeage, les pastilles écrasées sont polies et attaquées à l'aide d'une solution de Nital 2% volumique. Les images sont toutes prises sous un grossissement x50. Nous proposons pour cette étude d'analyser la microstructure entre le cœur et la périphérie des pastilles forgées,

en observant à chaque région d'étude plus de 50 particules de phase solide  $\alpha(\text{Mg})$  qui seront soumises à une analyse au logiciel Clemex<sup>®</sup> pour en déterminer le diamètre moyen  $D_m$  et la fraction solide locale  $f_{sl}$ . Avant d'entamer l'analyse microstructurale des pastilles écrasées, nous rappelons la constatation faite par Suéry [37] en observant la figure 1.17 qui affirme que le refroidissement rapide des échantillons depuis un état semi-solide à l'ambiante fait augmenter visiblement la fraction solide, ce qui rend l'analyse microstructurale des échantillons d'études parfois confuse, une constatation que nous avons également relevée dans les travaux de Kang et *al.* [38]. Ajoutons aussi que toutes les observations des microstructures des pastilles forgées durant notre étude sont celles prises à la fin de l'essai de forgeage, soit après avoir enregistré une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  négligeable. Finalement, les données de la fraction solide locale  $f_{sl}$  et du diamètre moyen  $D_m$  de chaque essai fournies dans cette étude sont des moyennes prises sur 50 particules par échantillon.

### 3.5.1 Forgeage de l'alliage AZ91D à l'état dendritique

Les paramètres expérimentaux que nous avons choisis dans notre étude sont la fraction solide  $f_s$  et la contrainte initiale  $\sigma_0$ . L'influence de la microstructure dendritique a été mise en évidence durant cette étude en comparant l'effet des différentes charges sur l'allure de la courbe de l'évolution de la déformation en fonction du temps  $\epsilon=f(t)$ . Plus loin dans l'étude, nous avons également comparé l'effet de la morphologie de la microstructure sur l'évolution dans le temps de la déformation. Cette morphologie étant obtenue de deux manières : le brassage mécanique effectué au laboratoire, voir section 2.1.2, et l'ajout d'un modificateur de structure, le strontium, dans le cas de l'alliage AJ62x fourni par la société Noranda.

Nous tenons à mentionner dans cette partie que la reproductibilité des essais est fortement liée au phénomène de sédimentation des particules solides au sein du

creuset lors de la préparation des billettes dendritiques. Pour tous nos essais sur les alliages dendritiques, les pastilles cylindriques usinées pour le forgeage ont été prises à partir du bas des billettes plutôt que de leur partie supérieure où nous avons remarqué un taux de porosité plus élevé.

### 3.5.1.1 Forgeage de l'alliage AZ91D avec $f_s=37\%$ et $\sigma_o=40$ kPa

L'évolution de la déformation  $\epsilon$  en fonction du temps  $t$  est présentée sur la figure 3.23. Nous remarquons qu'un retard de 1.2 min est nécessaire avant que la progression de la déformation ne soit ralentie. Ceci est principalement dû à une nouvelle reconstruction du réseau de dendrites, à travers une nouvelle redistribution de celles-ci, qui est fonction de la fraction solide  $f_s$  et de la contrainte initiale imposée  $\sigma_o=40$  kPa. Une lecture du graphe  $\epsilon=f(t)$  montre que celui-ci peut-être subdivisé en deux régimes :

- le premier caractérisé par une vitesse initiale de déformation  $\dot{\epsilon}_1=2.93 \text{ min}^{-1}$  durant laquelle les particules solides se densifient au centre de la pastille, laissant la phase liquide ségréger vers la périphérie, voir figure 3.24. La vitesse initiale de déformation  $\dot{\epsilon}_1$  a été expérimentalement déterminée dans tous nos essais de forgeage en traçant une ligne droite passant par l'origine du temps ( $t=0$  min) et qui contient le maximum de points de la courbe  $\epsilon=f(t)$ . Dans le cas des structures dendritiques, nous avons remarqué une valeur de la vitesse initiale de déformation plus élevée que dans le cas des structures rhéocoulées. Ceci est principalement dû au fait que la morphologie dendritique offre plus de surface de contact entre les particules.
- La vitesse finale de déformation  $\dot{\epsilon}_2=0.01 \text{ min}^{-1}$ , quant à elle, semble non-négligeable dans le cas où la contrainte initiale  $\sigma_o$  est faible car la phase liquide a plus

de facilité à se déplacer dans le réseau de dendrites. Nous verrons plus loin qu'en doublant la charge initiale, la déformation atteindra un plateau car la structure se reconstruit plus vite et, par conséquent, l'écoulement au sein de la pastille forgée sera ralenti. La ségrégation de la phase liquide durant le forgeage a fait l'objet d'une analyse microstructurale des échantillons écrasés. En observant sur la figure 3.24 les microstructures, en fin de forgeage, du centre à la périphérie de l'alliage AZ91D, on remarque que seule la ségrégation de la phase liquide varie alors que le diamètre moyen des particules solides  $D_m$  évolue très peu, comme indiqué dans le tableau de la figure 3.24. Nous attribuons ceci au fait que la faible contrainte initiale imposée,  $\sigma_o=40$  kPa, agit peu sur les interactions entre particules et ne contribuera pas à réduire la taille des particules solides. Par contre, la ségrégation de la phase liquide est assez prononcée, voir la figure 3.24, car les particules de phase primaire sont assez espacées pour permettre à la phase liquide de se déplacer lors du forgeage.

La figure 3.23 présente l'évolution de la déformation  $\epsilon$  en fonction du temps  $t$  de l'alliage AZ91D à l'état dendritique à une fraction solide globale  $f_s=37\%$ . L'effet de la contrainte initiale  $\sigma_o=40$  kPa ( $M_1=2$  kg) que la déformation est contrôlée par le caractère dendritique de la structure initiale ; la charge n'étant pas élevée, un retard s'établit avant que la déformation n'atteigne un régime de déformation plus ralenti. Nous avons choisi de réduire le temps d'essai à 20 minutes, vu que ce temps ne sera pas dépassé lors des essais réalisés plus loin dans cette étude. Nous avons donc à titre de comparaison choisi de limiter notre expérimentation à une durée n'excédant pas les 20 minutes qui suivent le début du forgeage à l'état semi-solide des alliages.

La distribution de la taille des particules de phase solide  $\alpha(\text{Mg})$  dans les pastilles forgées a montré un diamètre légèrement plus élevé en périphérie qu'au centre. Ceci est principalement dû au fait qu'au centre les interactions entre les particules sont plus

fréquentes, vu le manque de phase liquide dans cette région, et favorisent la rupture des bras de dendrites réduisant ainsi le diamètre moyen  $D_m$ . Par contre, il ne faut pas négliger la présence de particules fines également en périphérie des pastilles une fois le forgeage complété. Ces particules, qui sont transportées par la phase liquide durant sa ségrégation, jouent également un rôle dans le calcul de la taille moyenne  $D_m$ , de la fraction solide locale  $f_{sl}$  ainsi que de la sphéricité moyenne des particules. L'analyse microstructurale sur la pastille écrasée n'a en fait été réalisée qu'à la fin du processus. Une étude plus détaillée de l'essai de forgeage entre plateaux parallèles des alliages à l'état semi-solide conduirait à effectuer des prélèvements au centre et à la périphérie des pastilles depuis le début de l'écrasement.

Notons également la présence de la porosité, dans la majorité de nos échantillons d'études, qui est issue de la solidification lors de l'élaboration des alliages au laboratoire. Cette porosité se retrouvera également dans les échantillons forgés et nous l'avons assimilée durant notre analyse microstructurale à la phase liquide.

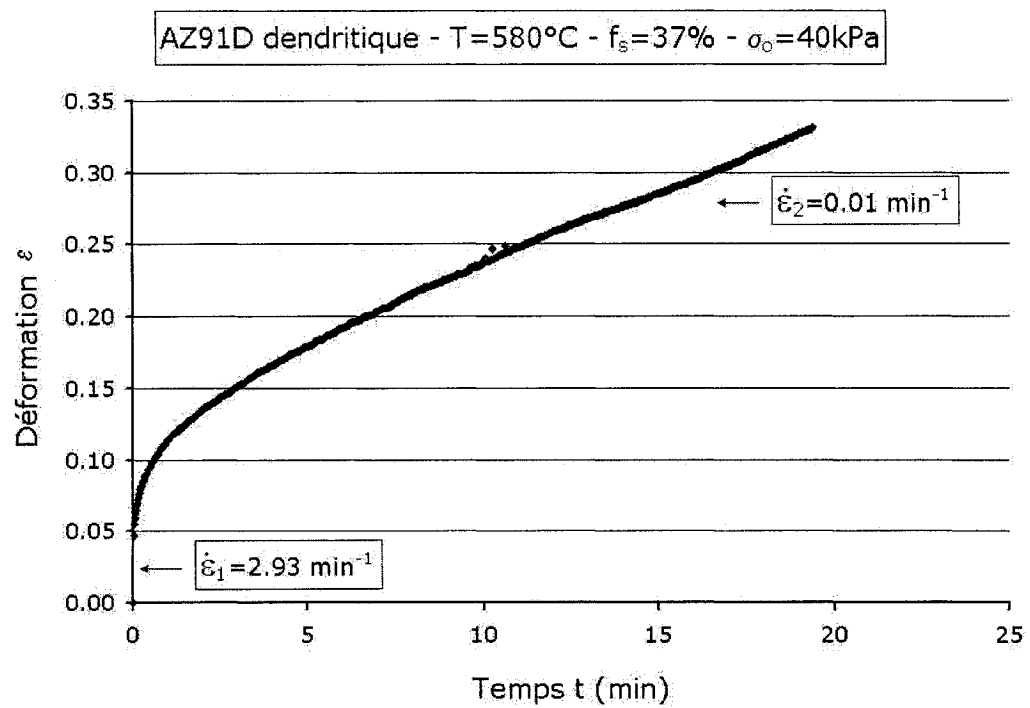
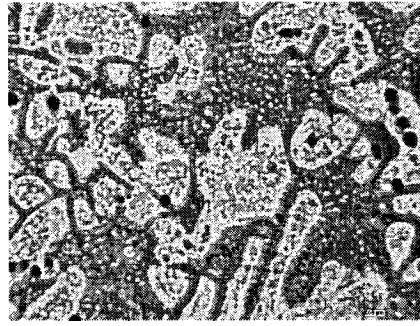
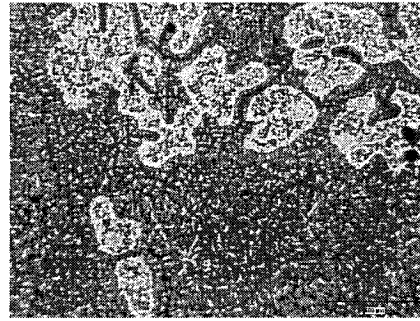


Figure 3.23 - Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D dendritique,  $f_s=37\%$  -  $\sigma_o=40 \text{ kPa}$ .

(a) - Cœur 100 $\mu\text{m}$ (b) - Milieu 100 $\mu\text{m}$ (c) - Périphérie 100 $\mu\text{m}$ 

	Cœur	Milieu	Périphérie
$D_m(\mu\text{m})$	71.6	80.5	86.4
$f_{sl}(\%)$	48.5	49.8	27.8
<b>Sphéricité</b>	0.38		

Figure 3.24 - Microstructures au cœur, au milieu et à la périphérie des pastilles d'alliage AZ91D dendritique,  $f_s=37\%$ , forgées sous  $\sigma_o=40$  kPa et valeurs respectives des diamètres moyens des particules et des fractions solides locales, x50.



En terme de reproductibilité des résultats, nous n'avons pas pu reproduire la même courbe de la figure 3.23 du fait que les pastilles cylindriques de forgeage sont usinées à partir d'une billette dans laquelle la distribution de la phase solide n'est pas homogène. Rappelons que durant l'élaboration de l'alliage AZ91D à l'état dendritique, il n'y avait aucun brassage du bain liquide ou semi-solide. Les phases liquide et solide ( $\alpha(\text{Mg})$ ) de l'alliage AZ91D à l'état pâteux n'ayant pas les mêmes densités [55], les valeurs des fractions solides initiales  $f_s$  des pastilles pour le forgeage auront donc été affectées par cette variation de la densité à un point où la fraction solide des pastilles prélevées au fond du creuset auront une fraction solide initiale différente de celles puisées à la partie supérieure. À la figure 3.25, nous traçons l'évolution de la densité du magnésium pur ainsi que de l'alliage AZ91D en fonction de la température. Ce constat nous mène à conclure qu'il faut tenir compte des densités des phases présentes comme un paramètre lors du forgeage des alliages de magnésium à l'état semi-solide.

D'un autre côté, nous tenons à mentionner que cette observation n'a pas été précisée par Laxmanan et Flemings [34] ainsi que par Azzi [29], bien qu'ils aient caractérisé le comportement des alliages Sn-15%Pb et A356 respectivement à l'état dendritique. Sur la figure 3.26, nous traçons l'évolution de la déformation au forgeage de l'alliage AZ91D dendritique et ce pour des pastilles prises au bas et à la surface de la billette. Rappelons que la billette a été trempée à une température  $T=580^\circ\text{C}$  qui donne une fraction solide globale  $f_s=37\%$  selon la compilation réalisée avec F\*A\*C\*T, tandis que l'analyse d'image effectuée avec le logiciel Clemex<sup>®</sup> nous donne une fraction solide égale à 65% au bas de la billette, et 41% en surface. Nous présentons ces résultats à l'image de la constatation faite par Suéry [37] qui remarque que la trempe, aussi rapide soit-elle, laisse voir une augmentation de la fraction solide pouvant atteindre 20%.

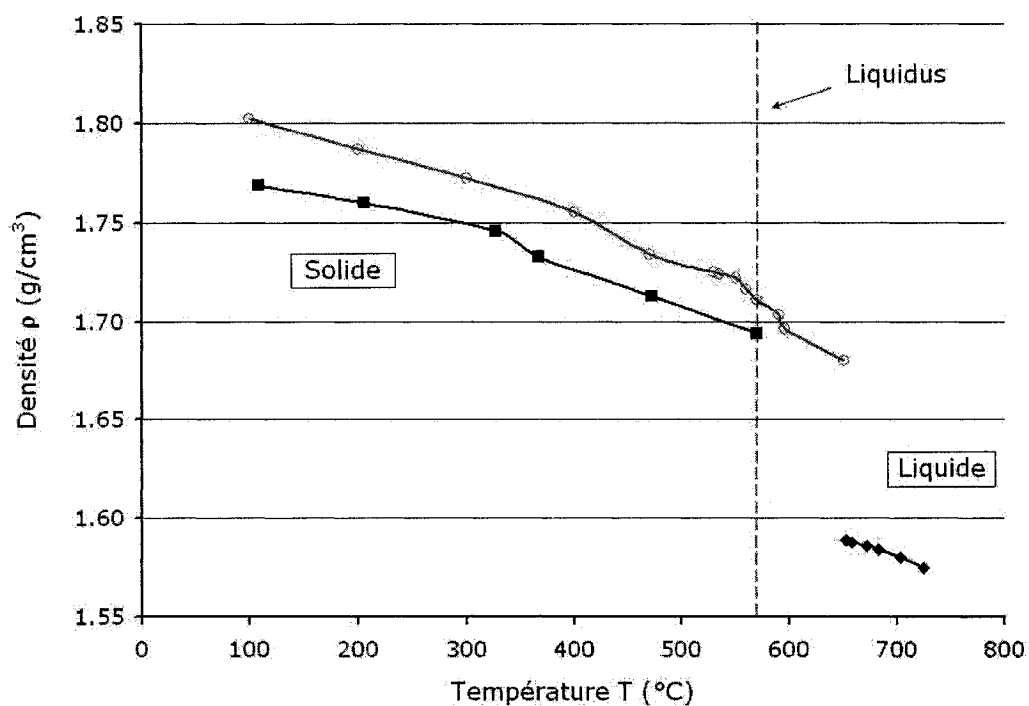


Figure 3.25 - Évolution de la densité du magnésium et de l'alliage AZ91D en fonction de la température. ■[50], ◆[51] et ○ densité de l'alliage AZ91D calculée en utilisant le logiciel ProCast.

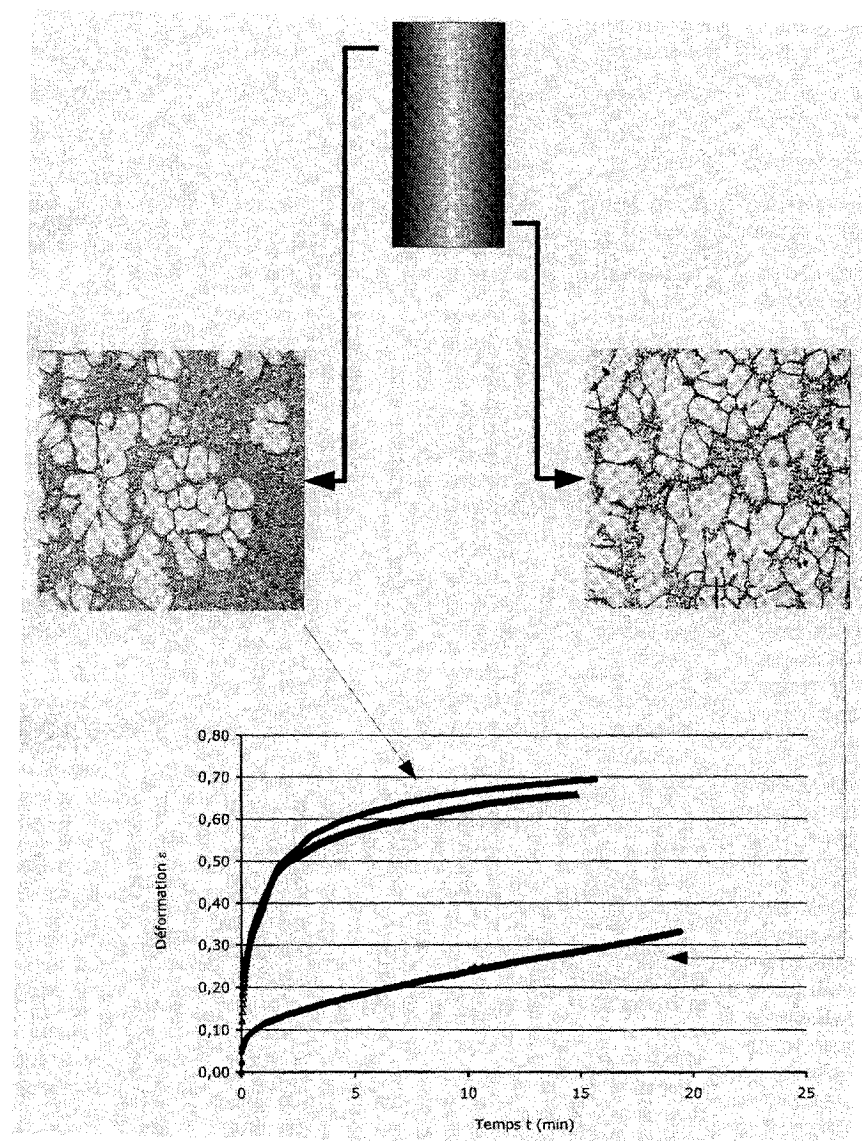


Figure 3.26 - Déformation de l'alliage AZ91D à la température  $T=580^{\circ}\text{C}$  selon la région du prélèvement : en haut  $f_s=41\%$  - en bas  $f_s=65\%$ .

### 3.5.1.2 Forgeage de l'alliage AZ91D avec $f_s=37\%$ et $\sigma_o=80$ kPa

En doublant la contrainte initiale  $\sigma_o=80$  kPa, soit une masse  $M_3=4$  kg, un changement de vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  est observé après un temps  $t=0.5$  min. L'allure générale présentée à la figure 3.27 est similaire aux courbes obtenues en forgeant des alliages dont la microstructure est rhéocoulée. Il faut dire que pour des taux de cisaillement élevés, la structure perd son caractère dendritique pour présenter des rosettes et même des particules globulaires, voir figure 3.28. En observant l'évolution de la déformation  $\epsilon$  en fonction du temps  $t$ , on comprend que ce changement de régime soit rapidement atteint car les particules de phases  $\alpha(\text{Mg})$  remplissent tout le cœur de la pastille sous l'effet de cette charge initiale supérieure à la précédente. La présence des deux modes de déformation, comme cité au paragraphe précédent, est illustrée sur la figure 3.27 par :

- la vitesse initiale de déformation  $\dot{\epsilon}_1=3.62 \text{ min}^{-1}$  montre bien l'effet de la nouvelle charge sur l'écrasement des particules solides. En doublant la charge, les particules au centre entrent en interaction et perdent leur caractère dendritique et se densifient par rapport aux régions plus éloignées, voir figure 3.28. Cette mobilité des particules est également retrouvée dans la partie médiane (milieu) des pastilles forgées où la fraction solide locale  $f_{sl}$  est aussi élevée qu'au centre, et il est évident que pour une contrainte initiale  $\sigma_o$  plus intense, la distribution des particules du cœur à la périphérie serait plus homogène;
- la seconde vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}_2=0.007 \text{ min}^{-1}$  quant à elle marque la fin du processus de ségrégation de la phase liquide. L'effet du chargement intense se manifeste dans la nouvelle distribution des particules solides, qui montre une taille moyenne  $D_m$  des particules en périphérie supérieure à celle des particules du centre. Ceci est dû à la faible quantité de particules solides dans cette région et, par conséquent, au faible taux de collision entre celles-ci par rapport au

centre de la pastille forgée, ainsi qu'une meilleure répartition de la fraction solide locale  $f_{sl}$  par rapport à l'essai traité à la section 3.5.1.1, voir figure 3.28. La phase liquide en se déplaçant du cœur entraînera avec elle les particules de phase solide qui offrent moins de résistance. Ce sont les particules dendritiques isolées et qui ne forment pas d'amas avec les particules voisines qui seront entraînées.

D'un autre côté, nous n'avons pas remarqué de différence significative de taille des particules au centre des pastilles forgées dans le cas du forgeage de l'alliage AZ91D dendritique sous les deux contraintes initiales  $\sigma_o=40$  kPa et  $\sigma_o=80$  kPa, voir figure 3.29, hormis que la morphologie de la structure soit influencée au centre des pastilles forgées par les interactions générées lors du second forgeage ( $\sigma_o=80$  kPa). Rappelons que la déformation dans le second cas étant plus élevée en fin de forgeage, les régions d'étude entre les deux essais précédents ne sont pas identiques. De plus, la présence de particules fines en périphérie des pastilles forgées joue un rôle sur le calcul du diamètre moyen  $D_m$  et sur le facteur de forme ; la périphérie de la pastille étant plus riche en phase liquide, les interactions locales entre particules sont moins intenses et élève la proportion de particules de morphologie dendritique de taille moyenne  $D_m$  élevée. Nous pouvons à priori suggérer que pour des contraintes initiales plus intenses les changements structuraux impliqueront la rupture plus prononcée des dendrites - surtout au centre des pastilles - et une meilleure distribution de la taille des particules du cœur à la périphérie des pastilles forgées. Cette nouvelle distribution serait le résultat d'une taille moyenne  $D_m$  plus fine des particules solides.

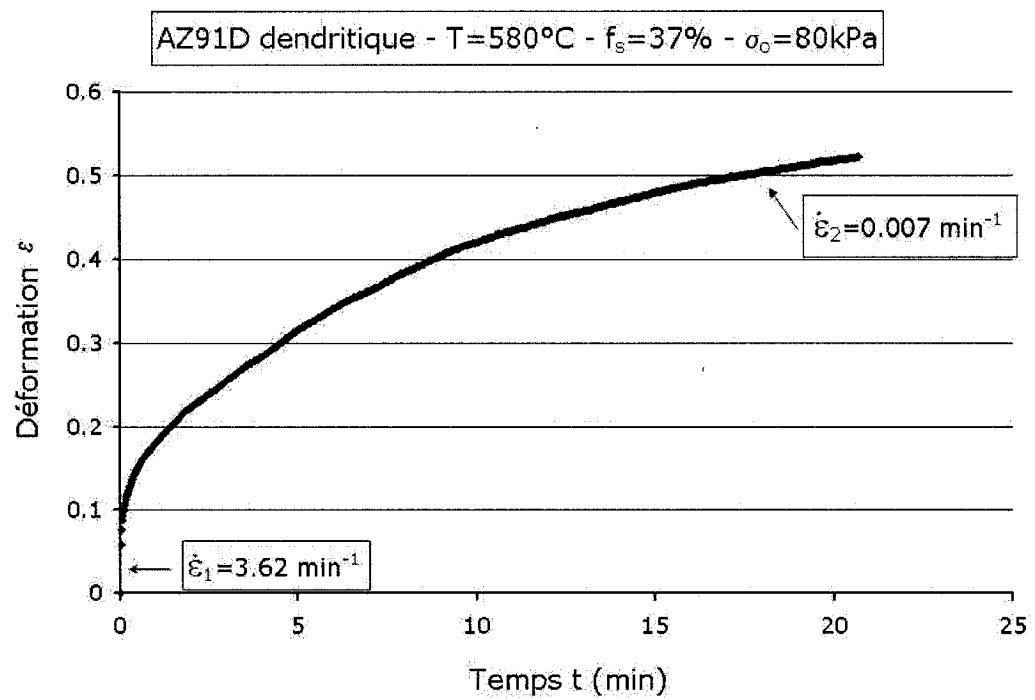
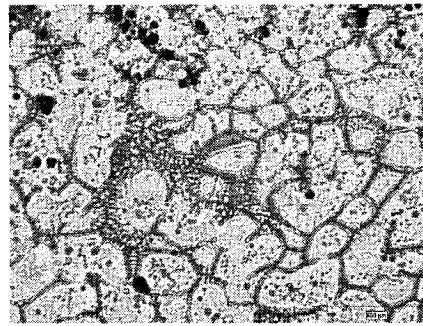
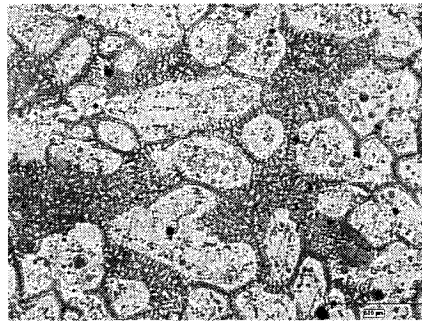
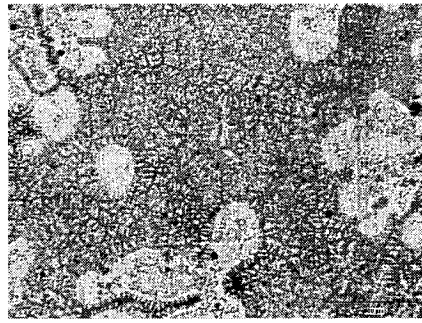


Figure 3.27 - Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D dendritique,  $f_s=37\%$  -  $\sigma_o=80 \text{ kPa}$ .

(a) Cœur 100 $\mu$ m(b) Milieu 100 $\mu$ m(c) Périphérie 100 $\mu$ m

	Cœur	Milieu	Périphérie
$D_m(\mu m)$	70.5	71.6	104.6
$f_{sl}(\%)$	58.1	48.2	22.8
<b>Sphéricité</b>	0.30		

Figure 3.28 - Microstructures du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AZ91D dendritique,  $f_s=37\%$ , forgées sous  $\sigma_o=80$  kPa et valeurs respectives des diamètres moyens des particules et des fractions solides locales, x50.

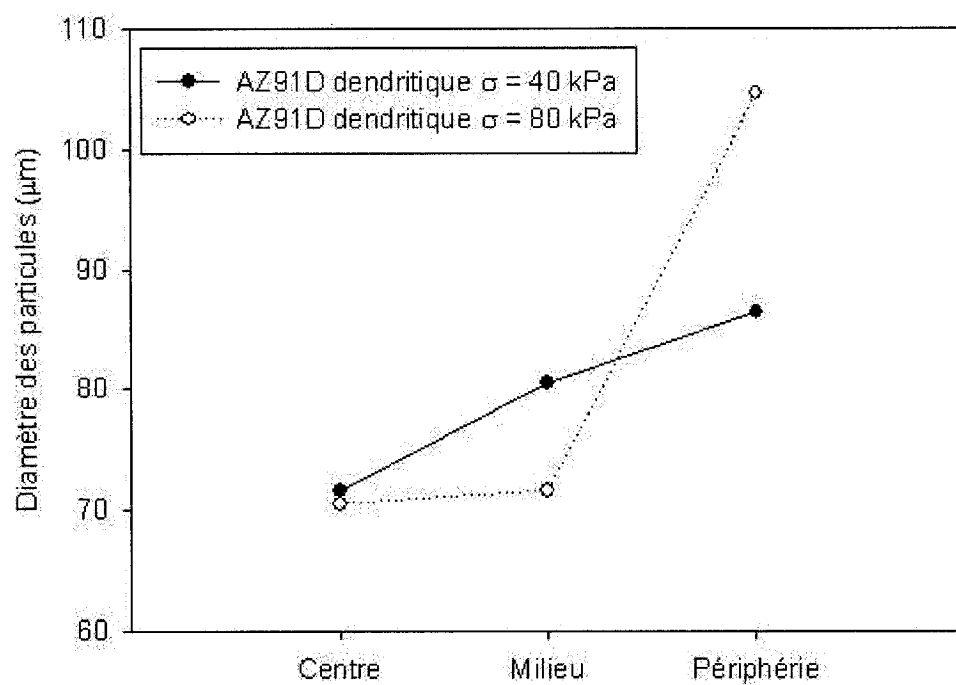


Figure 3.29 - Comparaison entre les tailles des particules pour le forgeage de l'alliage AZ91D dendritique avec  $f_s=37\%$ . La moyenne est effectuée sur 50 particules.



### 3.5.2 Forgeage de l'alliage AZ91D à l'état rhéocoulé

#### 3.5.2.1 Forgeage de l'alliage AZ91D avec $f_s=37\%$ et $\sigma_o=16$ kPa

Dans le cas du forgeage des alliages à l'état rhéocoulé, l'aspect général de la courbe  $\epsilon=f(t)$  est similaire à celle obtenue à la section 3.5.1.2. Cependant, la vitesse initiale de déformation  $\dot{\epsilon}_1$  est inférieure à celle de l'essai précédent du fait que la contrainte appliquée est plus faible. De plus, la probabilité de contact entre ces particules est donc plus faible que dans le cas précédent. De manière identique, nous subdivisons la courbe présentée à la figure 3.30 en deux régimes identifiés par les vitesses initiale,  $\dot{\epsilon}_1=0.60 \text{ min}^{-1}$ , et finale,  $\dot{\epsilon}_2=0.006 \text{ min}^{-1}$ . D'un autre côté, en superposant les courbes de déformation  $\epsilon=f(t)$  des figures 3.27 et 3.30, nous constatons que pour une durée d'essai égale à 8 min, la pastille d'alliage AZ91D rhéocoulée et forgée a pu être déformée à plus de 45% sous une contrainte initiale  $\sigma_o=16$  kPa, alors qu'il a fallu attendre un temps deux fois plus long et une contrainte initiale cinq fois plus élevée pour atteindre ce niveau de déformation en forgeant l'alliage AZ91D à structure dendritique, voir figure 3.31.

L'analyse microstructurale des pastilles forgées sous ces conditions nous a fourni une meilleure distribution de la fraction solide locale ainsi qu'une taille quasi-homogène des particules solides. Sur la figure 3.32, nous avons presque atteint le but recherché dans la mise en forme des alliages à l'état semi-solide, soit une bonne répartition de la fraction solide.

Cependant, il faut noter que lors du refroidissement après forgeage de l'alliage rhéocoulé, les particules sphériques ne conservent par leurs morphologies initiales ; les microstructures après le refroidissement ressemblent beaucoup plus à celles illustrées à la figure 1.15, plutôt qu'à celles de la figure 1.17. Ceci nous a obligé durant l'analyse d'image à éliminer l'anneau de dendrites autour de chaque particule pour connaître son diamètre avant de procéder au refroidissement. Le facteur de forme, déterminé

par la sphéricité des particules, a également été affecté par cette procédure puisque nous passons d'une valeur de 0.3 à une valeur de 0.6.

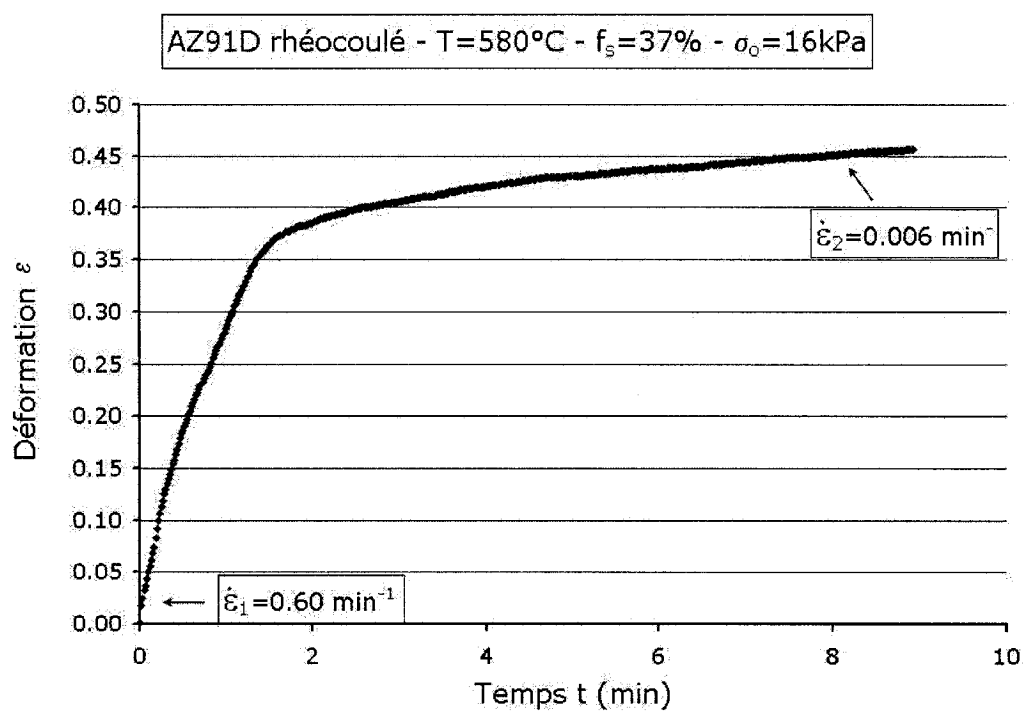


Figure 3.30 - Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D rhéocoulé,  $f_s=37\%$  -  $\sigma_o=16 \text{ kPa}$ .

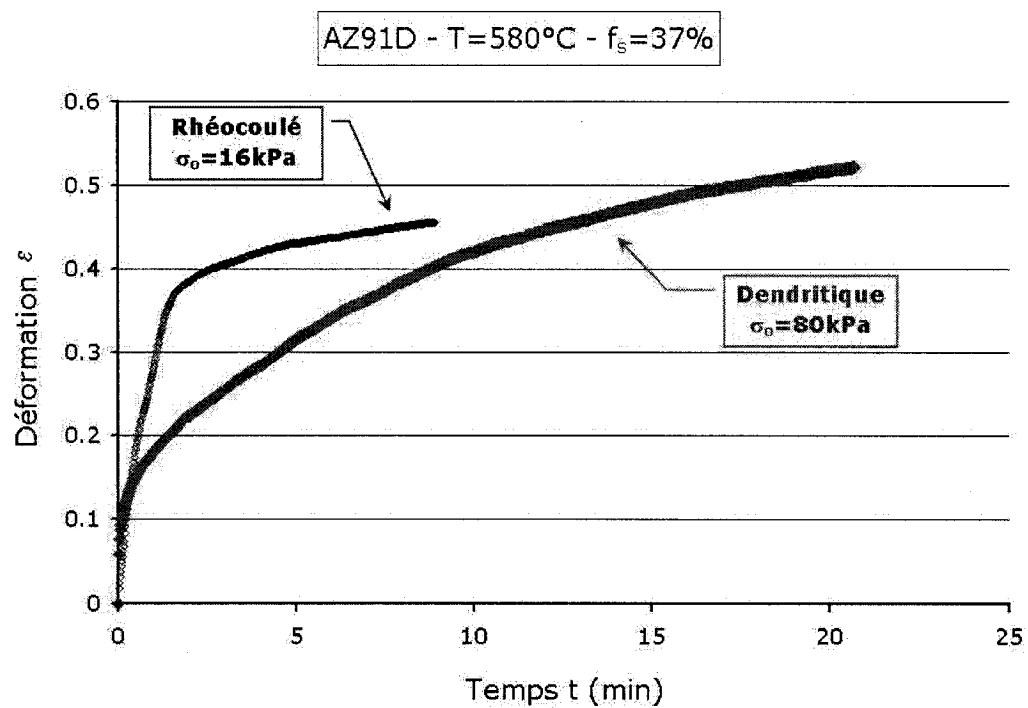
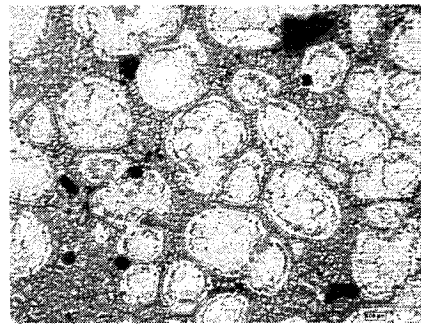
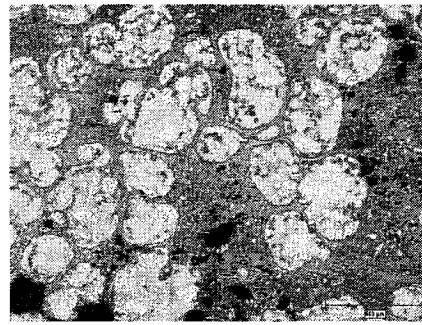


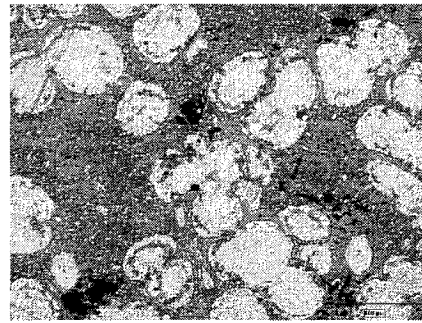
Figure 3.31 - Comparaison entre l'évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D avec  $f_s=37\%$  pour deux états structuraux et à deux niveaux de cisaillement.



(a) Cœur 100μm



(b) Milieu 100μm



(c) Périphérie 100μm

	Cœur	Milieu	Périphérie
$D_m(\mu m)$	73.1	70.2	78.5
$f_{sl}(\%)$	53.8	43.8	44.9
<b>Sphéricité</b>	0.6	-	0.5

Figure 3.32 - Microstructures du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AZ91D rhéo-coulé,  $f_s=37\%$ , forgées sous  $\sigma_o=16$  kPa et valeurs respectives des diamètres moyens des particules et des fractions solides locales, x50.

### 3.5.2.2 Forgeage de l'alliage AZ91D avec $f_s=37\%$ et $\sigma_o=40$ kPa

Pour une contrainte initiale supérieure à celle de la section 3.5.2.1, la vitesse de déformation initiale ( $\dot{\epsilon}_1=0.7 \text{ min}^{-1}$ ) augmente pour montrer un meilleur contact entre les particules solides dès l'instant où la contrainte est appliquée. Nous en déduisons que la vitesse initiale de déformation durant cet essai, voir figure 3.33, est supérieure à  $0.5 \text{ min}^{-1}$  à partir d'une contrainte initiale critique, i.e.  $\sigma_o=40$  kPa, pour le cas rhéocoulé. Une constatation non-observée dans les structures dendritiques car, comme expliqué plus haut, la surface de contact entre les particules solides est initialement élevée.

En comparant les plateaux de déformation finale des figures 3.30 et 3.33, nous remarquons qu'après trois minutes d'essai, l'évolution de la déformation en fonction du temps pour les deux cas de figure est quasi-identique. Ce constat est confirmé :

- sur la courbe  $\epsilon=f(t)$  aux figures 3.30 et 3.33 où la seconde vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}_2$  est visible après deux minutes d'essai;
- sur les observations microstructurales qui montrent bien la bonne distribution de la fraction solide locale  $f_{sl}$ , voir figure 3.32, encore plus pertinente pour une contrainte initiale  $\sigma_o=40$  kPa. Sur la figure 3.34, le cœur et le milieu de la pastille forgée ont quasiment la même fraction solide locale  $f_{sl}$ . Nous pouvons à ce stade suggérer que pour une contrainte initiale plus élevée, la distribution de la taille des particules ainsi que de la fraction solide locale seront plus homogènes du cœur à la périphérie.

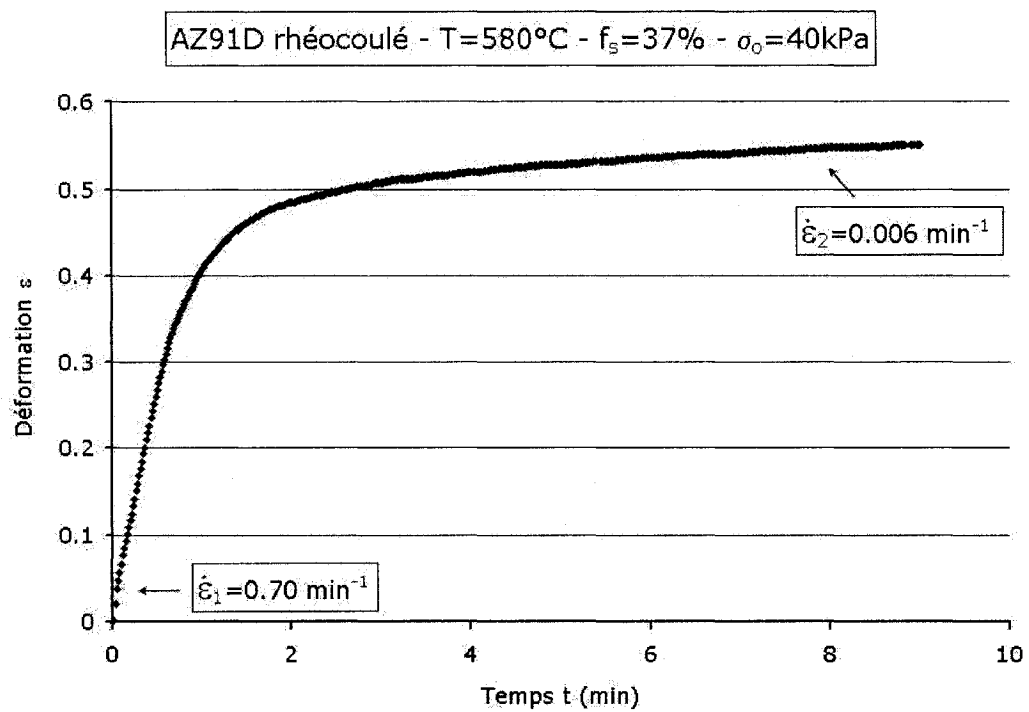
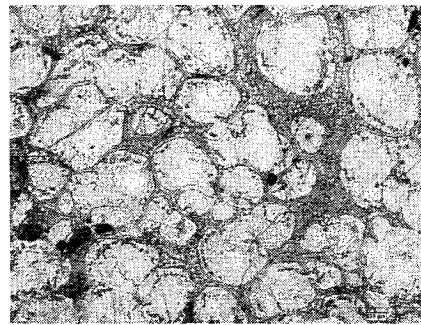
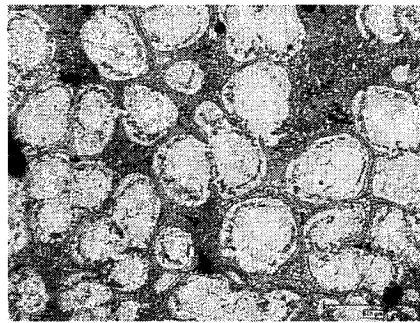


Figure 3.33 - Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D rhéocoulé,  $f_s=37\%$  -  $\sigma_o=40 \text{ kPa}$ .



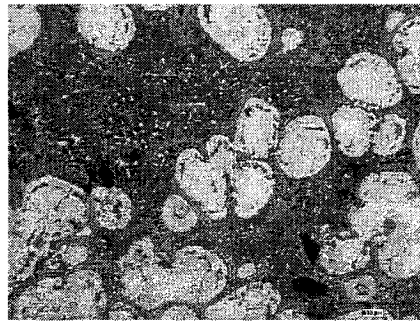
(a) Cœur

100μm



(b) Milieu

100μm



(c) Périphérie

100μm

	Cœur	Milieu	Périphérie
$D_m(\mu m)$	70.2	64.2	63.8
$f_{sl}(\%)$	63.8	55.6	38.0
<b>Sphéricité</b>	0.6	-	0.5

Figure 3.34 - Microstructures du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AZ91D rhéo-coulé,  $f_s=37\%$ , forgées sous  $\sigma_o=40$  kPa et valeurs respectives des diamètres moyens des particules et des fractions solides locales, x50.

Il est important de noter que la reproductibilité de l'essai de forgeage de l'alliage AZ91D rhéocoulé à l'état semi-solide et à une température  $T=580^{\circ}\text{C}$  a été vérifiée, selon que le prélèvement des échantillons soit au fond du creuset ou à la partie supérieure. Rappelons que dans le cas des billettes rhéocoulées, le brassage vigoureux répartit de façon homogène la fraction solide dans le creuset et que la trempe rapide empêche la redistribution hétérogène comme vue dans le cas dendritique.

### 3.5.2.3 Forgeage de l'alliage AZ91D avec $f_s=45\%$ et $\sigma_o=40$ kPa

En utilisant le logiciel F\*A\*C\*T, nous obtenons à une fraction solide  $f_s=45\%$  en appliquant l'équation de Scheil (équation 1.2) à une température  $T=573^{\circ}\text{C}$ . Nous avons choisi pour cette fraction solide une contrainte initiale de 40 kPa à titre de comparaison avec les essais sur l'alliage AZ91D rhéocoulé tels que cités ci-dessus.

Sur la figure 3.35, la vitesse initiale de déformation  $\dot{\epsilon}_1=0.73 \text{ min}^{-1}$  est typique de celle obtenue lors du forgeage des structures dendritiques. Encore une fois, le taux élevé de la fraction solide  $f_s$  augmente la probabilité de collision entre les particules solides, et le nouveau réseau de particules solides est rapidement construit au centre de la pastille forgée. À ce stade, nous pouvons affirmer que dans le cas de la structure rhéocoulée et pour une contrainte initiale  $\sigma_o$  donnée, la fraction solide globale  $f_s$  semble être le paramètre principal qui contrôle la vitesse initiale de déformation. Ce constat permet d'affirmer que la microstructure à l'état rhéocoulé résulterait d'une compétition entre la phase liquide et la phase solide globulaire pour rejoindre la périphérie de la pastille écrasée, voir figure 3.36. Comme dans le cas du forgeage des structures rhéocoulées à  $f_s=37\%$ , voir les sections 3.5.2.1 et 3.5.2.2, le temps nécessaire afin d'arriver au plateau de déformation est commun et est voisin de 6 minutes. Au-delà de cette durée, l'évolution de la déformation est négligeable puisqu'elle tient compte des deux paramètres initialement choisis fixes : la fraction solide  $f_s$  est la contrainte initiale  $\sigma_o$ .



La microstructure étant initialement rhéocoulée, les particules solides auront moins de surface de contact entre elles, et par conséquent moins de friction. Sur les figures 3.36a, b et c, l'évolution de la microstructure du centre à la périphérie de la pastille n'est pas seulement marquée par l'aspect initialement globulaire des particules solides mais également par la friction générée entre ces particules lors du forgeage. Ceci a déjà été noté lors du test sur l'alliage AZ91D rhéocoulé à une fraction solide  $f_s=37\%$  et sous l'effet de la contrainte  $\sigma_o=40$  kPa, voir figure 3.34. La taille des particules du centre à la périphérie des pastilles forgées semble être homogène au détriment de la fraction solide locale.

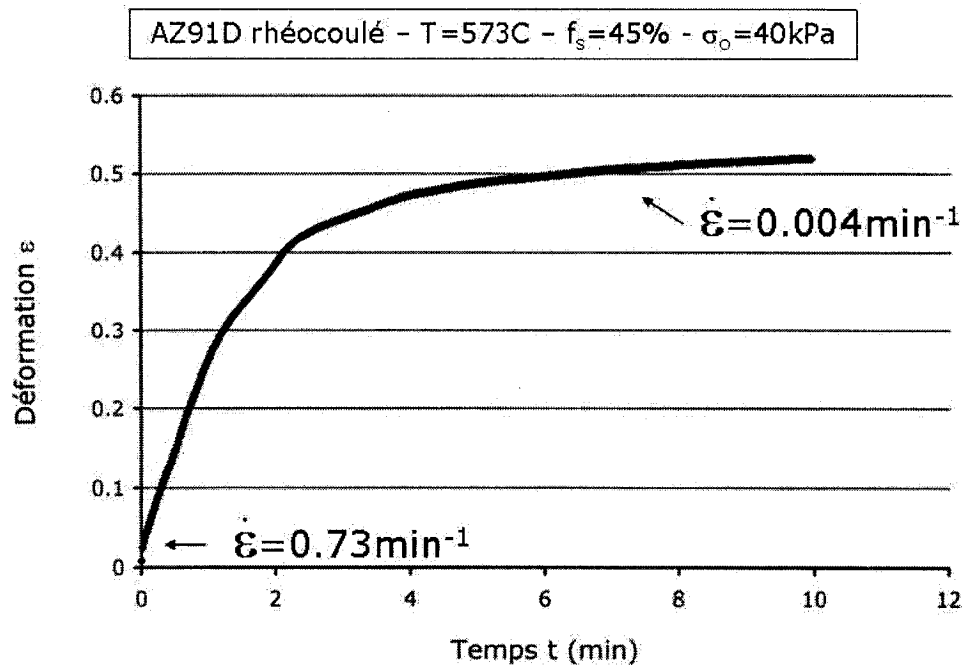
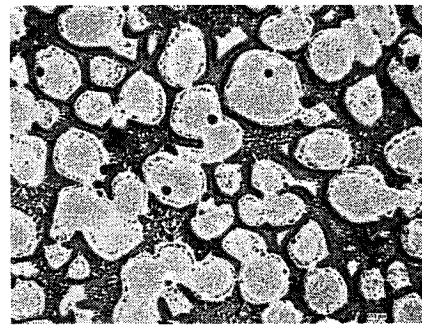
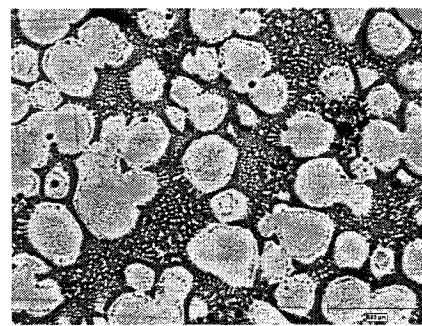


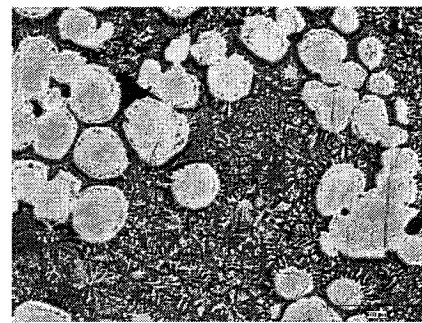
Figure 3.35 - Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AZ91D à l'état rhéocoulé,  $f_s=45\%$  et  $\sigma_o=40$  kPa.



(a) Cœur 100μm



(b) Milieu 100μm



(c) Périphérie 100μm

	Cœur	Milieu	Périphérie
$D_m(\mu m)$	60.8	57.1	61.3
$f_{sl}(\%)$	50.5	49.9	38.0
Sphéricité	0.46	0.51	0.55

Figure 3.36 - Microstructure du cœur à la périphérie des pastilles écrasées d'alliage AZ91D rhéocoulée,  $f_s=45\%$ , forgé sous  $\sigma_o=40$  kPa et valeurs respectives du diamètre moyen des particules et de la fraction solide locale, x50.

### 3.5.3 L'alliage AJ62x avec $f_s=30\%$

Nous avons aussi déformé l'alliage AJ62x, dont la composition est fournie au tableau 2.1, dans les mêmes conditions citées aux sections 3.5.2.1 et 3.5.2.2. Un calcul à l'aide du logiciel F\*A\*C\*T, non-publié à ce jour, nous donne une fraction solide  $f_s=30\%$  à une température  $T=603^\circ\text{C}$ . Cette valeur calculée par F\*A\*C\*T semble sous-estimée selon les résultats obtenus à l'aide de l'analyse d'image.

#### 3.5.3.1 Forgeage de l'alliage AJ62x dendritique à $f_s=30\%$

En appliquant une contrainte initiale  $\sigma_0=16\text{ kPa}$  ( $M_1=800\text{ g}$ ), la vitesse initiale de déformation telle qu'illustrée sur la figure 3.37 atteint une valeur assez élevée,  $\dot{\epsilon}_1=1.68\text{ min}^{-1}$ . Contrairement à toute attente, l'effet du modificateur de structure (Sr dans le cas des alliages AJ62) n'a pas eu l'effet de globulariser les particules solides. Cette constatation a été confirmée lors de l'observation des microstructures une fois le forgeage complété. Sur la figure 3.38, la morphologie des particules n'est pas globulaire mais leur distribution du cœur à la périphérie de la pastille forgée rejoint ce que nous avons observé à la section 3.5.2.2 dans le cas du forgeage de l'alliage AZ91D rhéocoulé.

De manière similaire, nous avons remarqué que le plateau de déformation nécessite également un temps de forgeage voisin de 6 minutes. Ce délai n'a pas été observé en forgeant ce même alliage sous une contrainte initiale  $\sigma_0=40\text{ kPa}$ . Sur la figure 3.39, l'écrasement de la pastille semble être immédiat. En moins de 4 minutes le plateau de déformation est déjà atteint. Ce qui attire notre attention est le fait que la vitesse initiale de déformation soit supérieure à  $0.5\text{ min}^{-1}$ , donc assez élevée pour indiquer un écrasement des rosettes. L'observation des microstructures confirme ce constat en montrant sur la figure 3.40 la distribution non-homogène de la phase solide. À première vue, on pourrait assimiler les microstructures observées à celle d'une structure

dendritique. L'appauvrissement de particules à la périphérie par rapport au cœur de la pastille pourrait rendre difficile la mise en forme des alliages AJ62x.

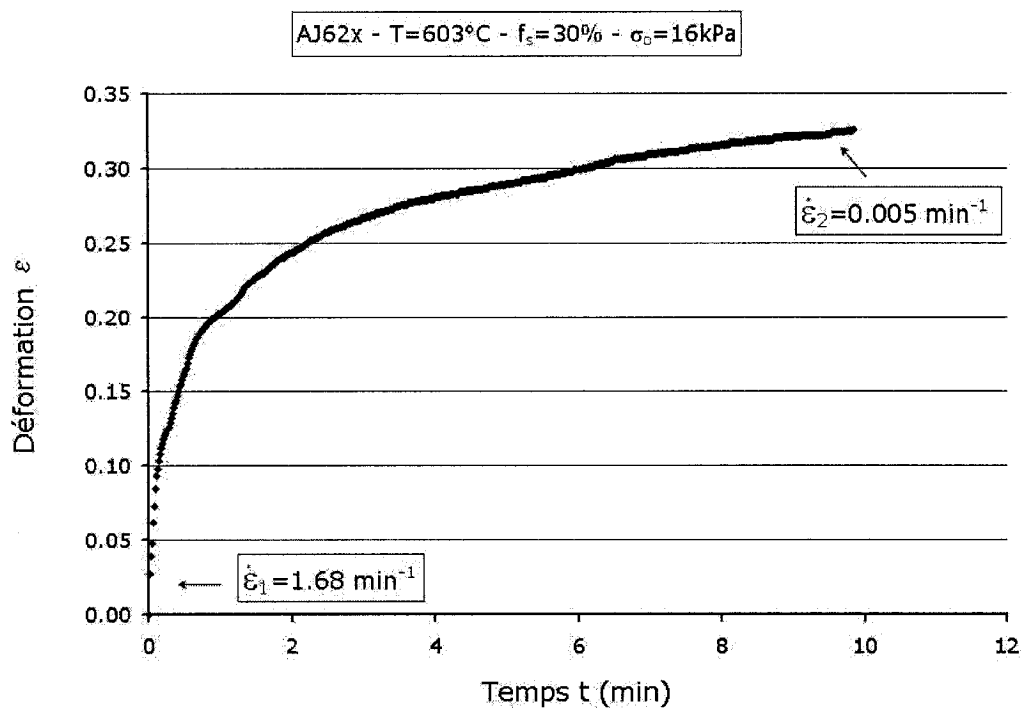
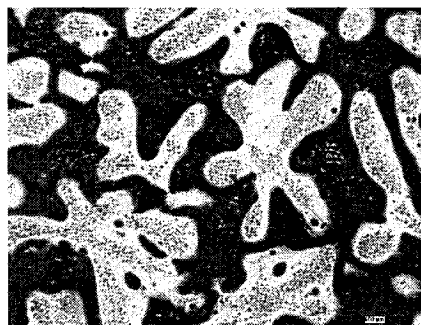
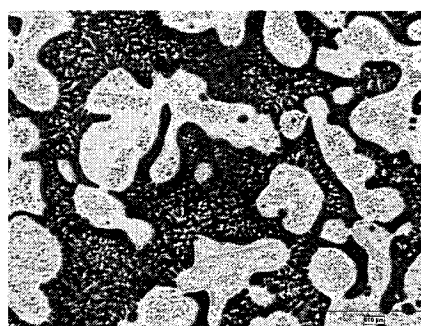


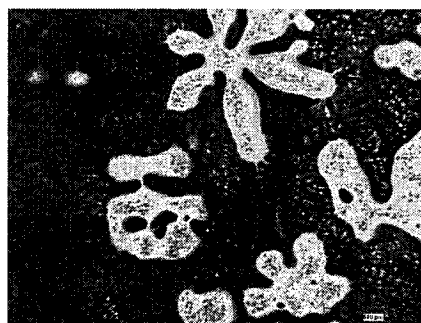
Figure 3.37 - Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AJ62x dendritique,  $f_s=30\%$  -  $\sigma_o=16 \text{ kPa}$ .



(a) Cœur 100μm



(b) Milieu 100μm



(c) Périphérie 100μm

	Cœur	Milieu	Périphérie
$D_m(\mu m)$	91.3	107.0	115.5
$f_{sl}(\%)$	40.6	44.0	21.6
<b>Sphéricité</b>	0.36		

Figure 3.38 - Microstructure du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AJ62x dendritique,  $f_s=30\%$ , forgées sous  $\sigma_0=16$  kPa et valeurs respectives du diamètre moyen des particules et de la fraction solide locale, x50.

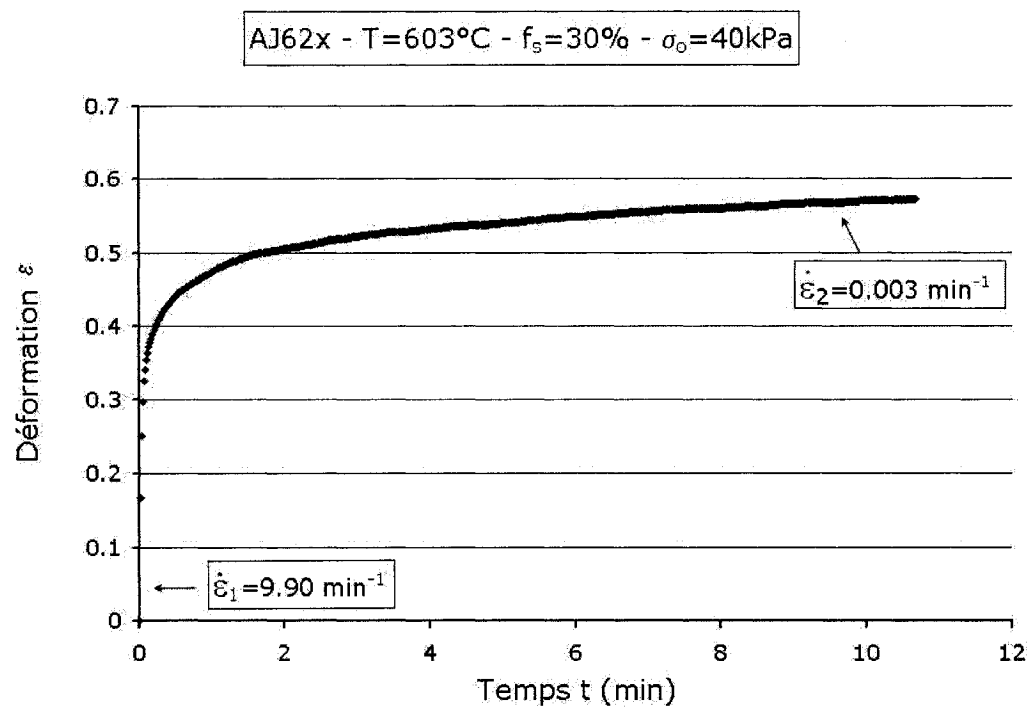
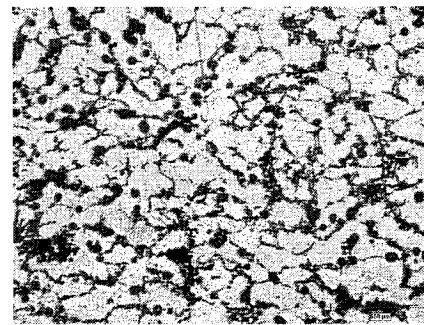
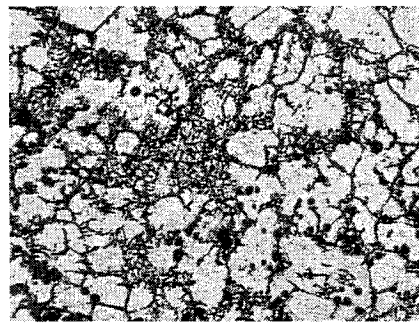


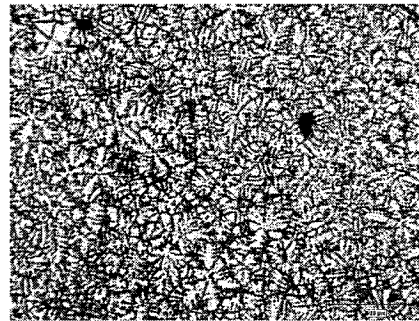
Figure 3.39 - Évolution de la déformation en fonction du temps lors du forgeage de l'alliage AJ62x,  $f_s=30\%$  -  $\sigma_o=40 \text{ kPa}$ .



(a) Cœur

100  $\mu\text{m}$ 

(b) Milieu

100  $\mu\text{m}$ 

(c) Périphérie

100  $\mu\text{m}$ 

	Cœur	Milieu	Périphérie
$D_m(\mu\text{m})$	55.5	44.3	-
$f_{sl}(\%)$	63.4	49.4	-
<b>Sphéricité</b>	0.37	-	0.42

Figure 3.40 - Microstructure du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AJ62x dendritique,  $f_s=30\%$ , forgées sous  $\sigma_o=40$  kPa et valeurs respectives du diamètre moyen des particules et de la fraction solide locale, x50.

### 3.5.3.2 Forgeage de l'alliage AJ62x rhéocoulé avec $f_s=30\%$ et $\sigma_o=40\text{kPa}$

En élaborant l'alliage AJ62x rhéocoulé, nous sommes en mesure de reprendre le même phénomène observé dans le cas du forgeage de l'alliage AZ91D rhéocoulé, à la seule différence que dans le cas de l'alliage AJ62x le modificateur de structure, en l'occurrence l'élément strontium Sr, réduit la taille des particules et par conséquent améliorera la distribution des particules de phase primaire lors du forgeage. Sur la figure 3.41, que nous soyons au fond ou à la surface de la billette rhéocoulé, les pastilles auront quasiment la même fraction solide initiale, et la déformation au forgeage sera reproductible. D'un autre côté, la distribution des particules solides durant le forgeage de l'alliage AJ62x rhéocoulé aux mêmes conditions citées ci-dessus s'avère meilleure que dans le cas de l'alliage AZ91D rhéocoulé, voir figure 3.42 et les données des tailles des particules reprises à la figure 3.43; la déformation finale de 80% laisse voir une taille des particules voisine de  $50\text{ }\mu\text{m}$  du centre à la périphérie des pastilles, tandis que la fraction solide locale diffère seulement de 17% entre les deux extrémités.



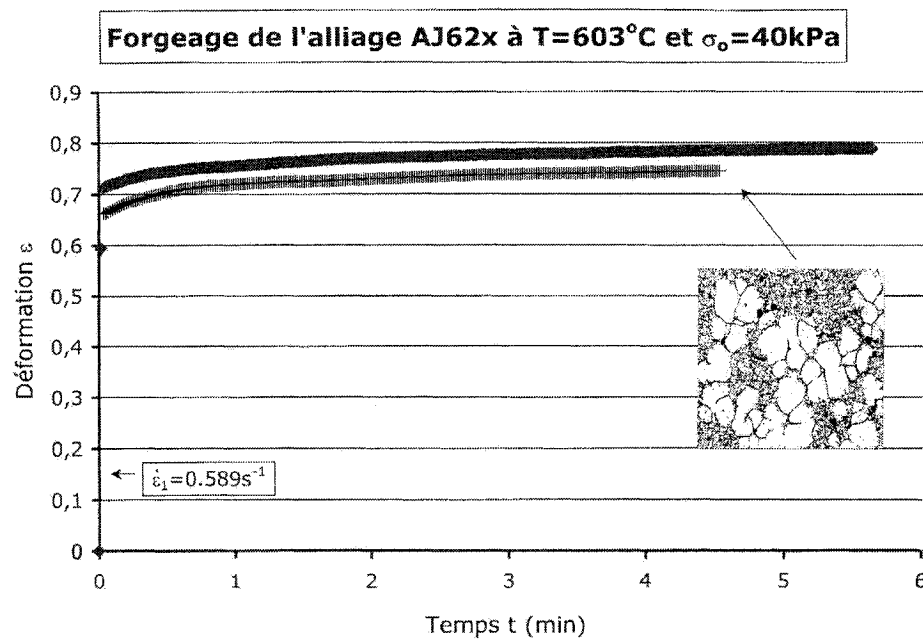
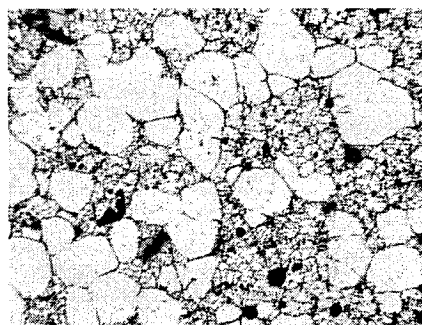
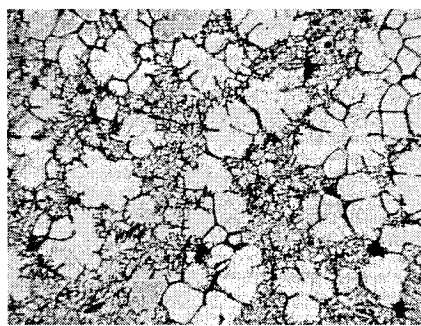
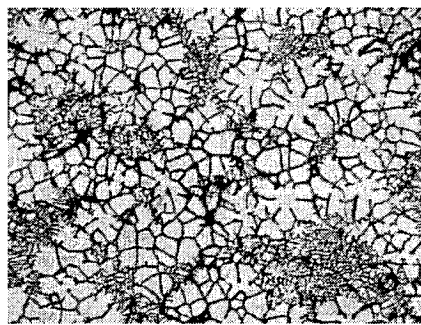


Figure 3.41 - Reproductibilité de l'essai de forgeage sur l'alliage AJ62x avec  $f_s=30\%$  sous  $\sigma_o=40\text{kPa}$ .

(a) Cœur 100 $\mu$ m(b) Milieu 100 $\mu$ m(c) Périphérie 100 $\mu$ m

	Cœur	Milieu	Périphérie
$D_m(\mu m)$	52.5	43.8	49.1
$f_{sl}(\%)$	48.8	47.9	31.4
<b>Sphéricité</b>	0.6	-	0.5

Figure 3.42 - Microstructure du cœur à la périphérie des pastilles d'alliage AJ62x rhéocoulé,  $f_s=30\%$ , forgées sous  $\sigma_o=40$  kPa et valeurs respectives du diamètre moyen des particules et de la fraction solide locale, x50.

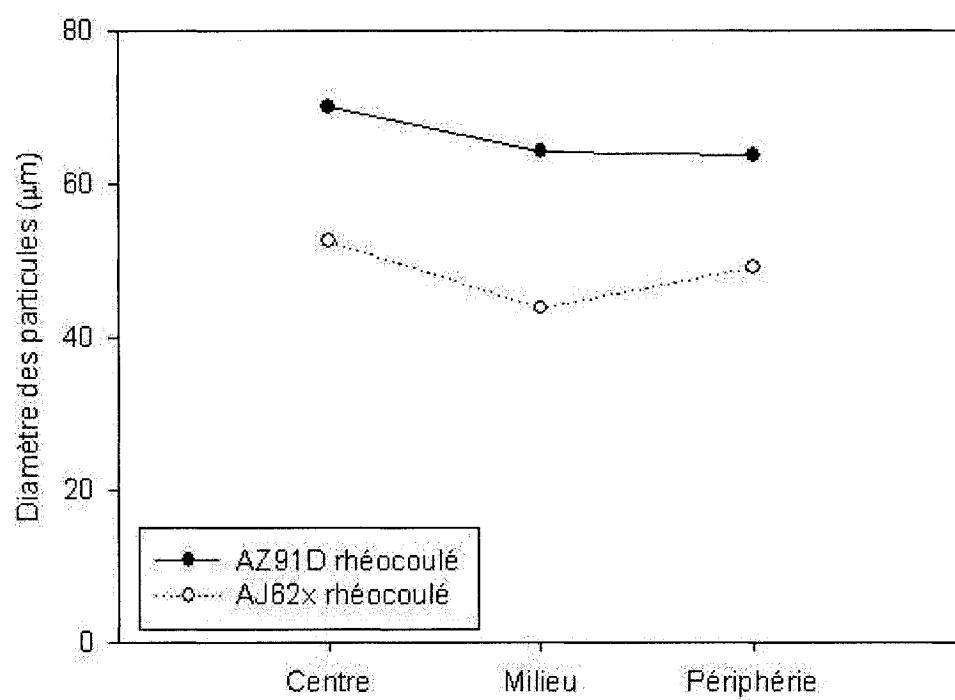


Figure 3.43 - Comparaison entre les tailles des particules des alliages rhéocoulés AZ91D à  $f_s=37\%$  et AJ62x à  $f_s=30\%$ .

### 3.5.4 Comparaison à deux niveaux de cisaillement

En comparant l'effet de la contrainte initiale  $\sigma_o$  sur la distribution de la microstructure de l'alliage AZ91D forgé à l'état dendritique, voir figure 3.44, la différence entre la fraction solide locale  $f_{sl}$  au cœur et à la périphérie paraît supérieure pour une contrainte initiale égale à 80 kPa. Ce résultat semble aller en contradiction avec le bon sens, puisqu'en augmentant la charge initiale, soit le taux de cisaillement, la distribution des particules solides en fin de forgeage serait meilleure. Cependant, il faut noter que la déformation est presque doublée pour une contrainte de initiale  $\sigma_o=80$  kPa. En d'autres termes, les zones d'études qui sont le cœur, le milieu et la périphérie de la pastille forgée ne sont pas situées à la même place à chaque essai. Une étude plus rigoureuse serait de comparer la distribution de la fraction solide locale  $f_{sl}$  ainsi que celle de la taille des particules en fonction de la distance radiale.

En comparant les microstructures à la figure 3.45 de l'alliage AZ91D rhéocoulé forgé à différents taux de cisaillement, on remarque peu de différence entre la taille des particules au cœur et à la périphérie. Sur les figures 3.44 à 3.47, les micrographies sont puisées des figures 3.24, 3.28, 3.32, 3.34, 3.38 et 3.40. Cette distribution quasi-homogène ne se retrouve que dans la taille des particules ; la fraction solide locale  $f_{sl}$  en périphérie n'a pas encore rejoint celle du cœur car le taux de cisaillement reste encore faible. D'un autre côté, en comparant la périphérie des pastilles forgées à une contrainte initiale  $\sigma_o=40$  kPa de l'alliage AZ91D aux états dendritique et rhéocoulé, nous remarquons une fraction solide locale  $f_{sl}$  plus élevée de 20% dans le second cas, ce qui met en valeur l'intérêt à mettre en forme l'alliage à partir d'une structure rhéocoulée.

Les résultats obtenus en forgeant l'alliage AJ62x ont montré que la morphologie de la microstructure à l'état initial a un rôle fondamental dans l'analyse faite au cours de cette étude. La microstructure de l'alliage AJ62x n'est pas initialement rhéocoulée.

En forgeant cet alliage à deux taux de cisaillement différents, voir figure 3.46, l'écart entre la taille des particules du cœur à la périphérie des pastilles forgées est plus important que dans le cas cité à la figure 3.45. Le caractère non-rhéocoulé de la structure de l'alliage AJ62x canalise plus le flux de la phase liquide ce qui cause le phénomène de ségrégation observé lors de cette étude. D'un autre côté, si nous comparons à la figure 3.47 les microstructures des alliages AZ91D et AJ62x rhéocoulés et forgés sous les mêmes conditions, une meilleure distribution des particules (fraction solide locale  $f_{sl}$ ) entre le cœur et la périphérie est observée chez l'alliage AJ62x ainsi qu'une plus fine taille moyenne des particules. Ceci laisse conclure qu'un intérêt particulier doit être accordé dans les travaux futurs à l'alliage AJ62x rhéocoulé et pour des fractions solides plus élevées.

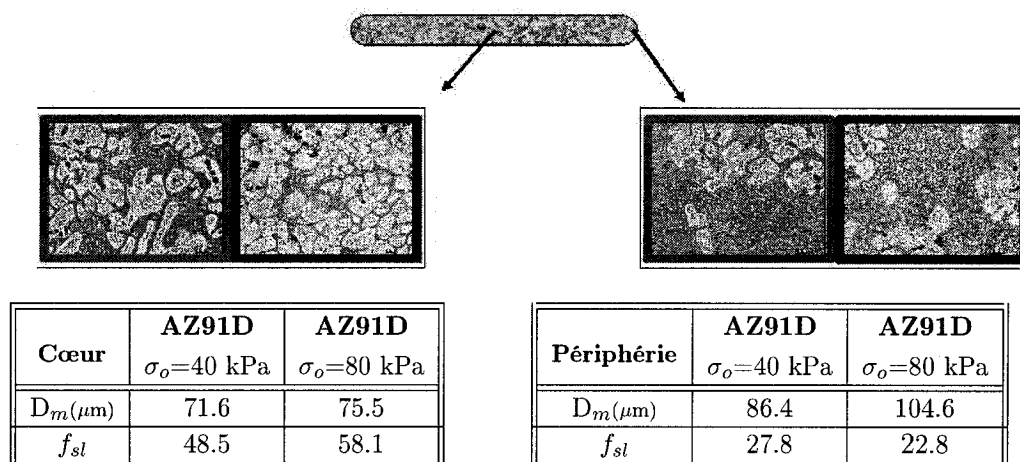


Figure 3.44 - Comparaison entre les microstructures de l'alliage AZ91D dendritique et forgé à deux taux de cisaillement,  $T=580^\circ\text{C}$  -  $f_s=37\%$ .

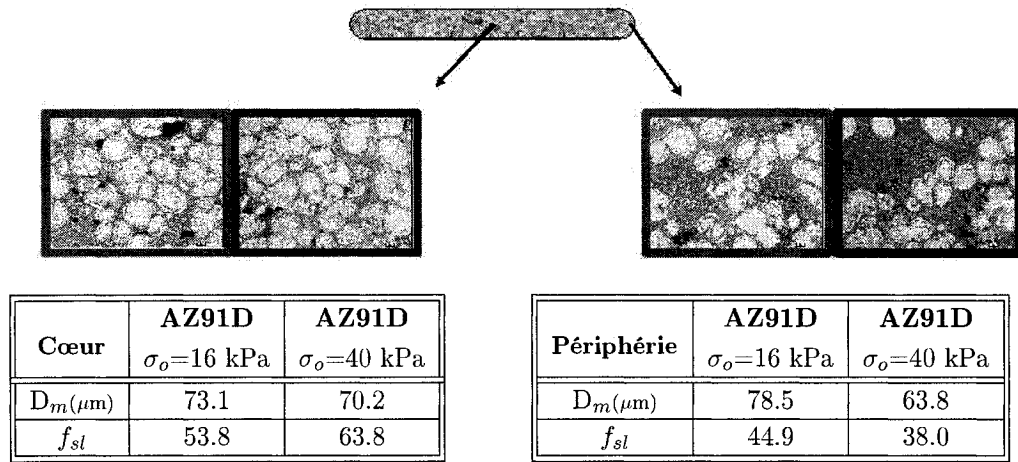


Figure 3.45 - Comparaison entre les microstructures de l'alliage AZ91D rhéocoulé et forgé à deux taux de cisaillement,  $T=580^\circ\text{C}$  -  $f_s=37\%$ .

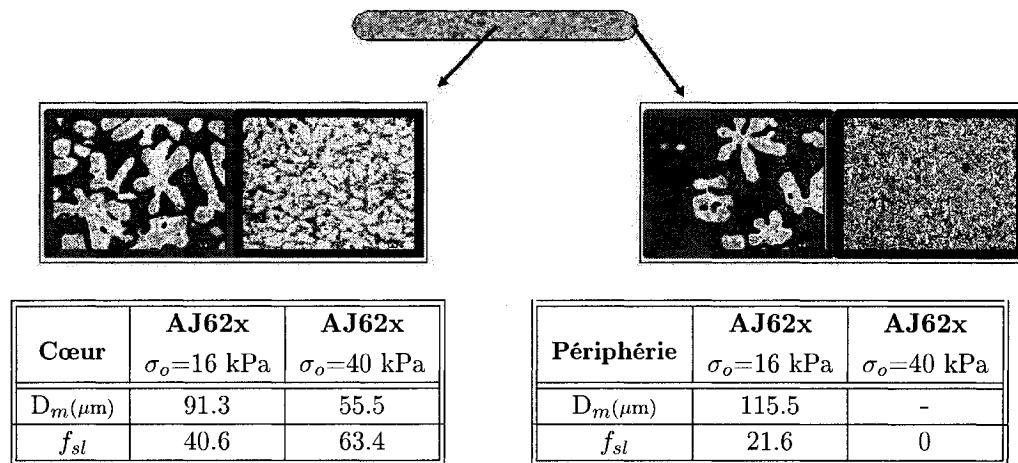


Figure 3.46 - Comparaison entre les microstructures de l'alliage AJ62x dendritique et forgé à deux taux de cisaillement,  $T=603^\circ\text{C}$  -  $f_s=30\%$ .

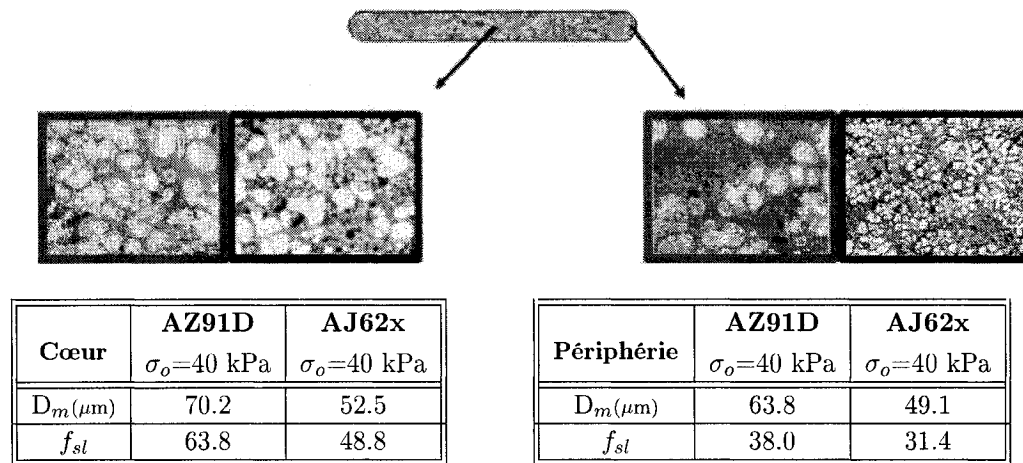


Figure 3.47 - Comparaison entre les microstructures des alliages AZ91D ( $f_s=37\%$ ) et AJ62x ( $f_s=30\%$ ) rhéocoulés et forgés sous  $\sigma_o=40$  kPa.

### 3.6 Aspect rhéologique

#### 3.6.1 Le modèle newtonien

En utilisant l'approche citée dans la section 1.6.3.1, nous avons tracé l'évolution de la viscosité instantanée  $\eta$  en fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  en prenant les données sur les courbes  $\epsilon=f(t)$ , et ce pour les faibles vitesses de cisaillement, soit lors de la phase finale du forgeage durant laquelle la vitesse de cisaillement est faible.

Sur la figure 3.48, le passage de la microstructure de l'état dendritique à l'état rhéocoulé, et ce pour une même contrainte initiale  $\sigma_o$ , fait chuter la viscosité apparente d'un ordre de grandeur. Cette chute de la viscosité instantanée de l'alliage rhéocoulé, pour une fraction solide locale  $f_{sl}$  quasiment égale au centre, voir tableau 3.44 et 3.45 est due à la petite surface spécifique que présente la phase solide  $\alpha(\text{Mg})$ . Ce faible empilement de particules solides n'équivaut pas en résistance au squelette formé par le

réseau de dendrites en particulier au coeur des pastilles forgées, ce qui prouve qu'à ce niveau de contrainte la morphologie initiale des particules est le facteur déterminant pour une fractions solide locale égale.

Les sauts de viscosités instantanées observés sur toutes nos figures sont dûs aux sauts de la vitesse instantanée de déformation  $\dot{\epsilon}$ . Ce paramètre nous donne une estimation quantitative de l'évolution de la répartition des particules solides durant le forgeage ; nous n'avons pas pu mettre en évidence ce constat en prenant des échantillons d'alliages forgés à des intervalles de temps régulièrement espacés, cependant nous pouvons affirmer qu'avec ces résultats la construction du réseau lors du forgeage passe par différentes étapes durant lesquelles les particules s'arrangent et entrent en collision et donnent à la viscosité instantanée l'allure observée sur nos courbes.

En utilisant le modèle newtonien pour calculer la viscosité instantanée à l'instant  $t$ , la variation de la viscosité des alliages, les équations 1.19 à 1.25 semblent bien mettre en évidence le caractère pseudo-plastique des alliages, ainsi que la vitesse à laquelle la viscosité apparente diminue. Une pente légèrement plus élevée en valeur absolue dans le cas de l'alliage dendritique montre que la dissociation est plus importante que dans une structure rhéocoulée.

La même étude a été réalisée en comparant les alliages rhéocoulés AZ91D et AJ62x, ayant des fractions solides  $f_s$  de 37% et 30% respectivement, et forgés sous une contrainte  $\sigma_o=40$  kPa. Sur la figure 3.49 nos résultats nous ont montré qu'à un tel niveau de cisaillement, le comportement de l'alliage AJ62x - pourtant non-rhéocoulé - manifeste la même viscosité instantanée que l'alliage AZ91D rhéocoulé sous les mêmes conditions. Hormis que nous n'ayons pas eu accès au calcul en détail de la fraction solide dans le cas de l'alliage AJ62x avec le Logiciel F\*A\*C\*T, il n'en demeure pas moins que nos observations de la structure montrent une fraction solide initiale proche de 30%. En observant la figure 3.49, l'effet de la morphologie des particules est négligeable devant celui de leurs tailles. L'alliage AJ62x est dendritique mais manifeste un comportement identique à celui de l'alliage AZ91D rhéocoulé, grâce au diamètre



moyen des particules qui est inférieur à celui de l'alliage AZ91D. Apparemment, un essai de forgeage de l'alliage AJ62x rhéocoulé à fraction solide égale fournira des viscosités plus basses, ce qui confirme l'intérêt porté à l'utilisation de cette alliage. Nous pouvons même suggérer que les viscosités de l'alliage AZ91D rhéocoulé à une fraction solide  $f_s=37\%$ , telles que schématisées à la figure 3.49, peuvent être atteintes par l'alliage AJ62x rhéocoulé ayant une fraction solide plus élevée, ce qui pourrait faire l'objet d'une étude particulière dans le cas du forgeage de cet alliage aux hautes fractions solides.

D'un autre côté, le forgeage de l'alliage AZ91D contenant 45% de fraction solide et forgé sous une même contrainte initiale  $\sigma_o=40$  kPa manifeste une légère augmentation de la viscosité instantanée, telle que montrée sur la figure 3.50, mais cette fraction solide ne s'avère pas assez élevée pour augmenter la viscosité de manière significative. Le rôle de la morphologie de la phase solide semble être le paramètre qui domine le comportement rhéologique des alliages AZ91D pour les fractions solides comprises entre 37% et 45%, car une fraction solide élevée  $f_s=45\%$  mais globularisée rapproche la courbe  $\text{Log}(\mu)=f(\text{Log}(\dot{\gamma}))$  de celle du même alliage contenant une fraction solide  $f_s$  plus faible.

L'évolution marquée de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement indique que le modèle newtonien utilisé ne rend pas compte du comportement des gelées. Les changements structuraux qui ont lieu pendant le forgeage dépendent fortement du cisaillement imposé et jouent un rôle déterminant quant à la consistance locale (cœur, milieu et périphérie) et générale de la pastille forgée. Ce résultat a été également confirmé par Laxmanan [34] dans ses travaux sur l'alliage Sn-15%Pb, voir figure 1.66. Des figures 3.48 à 3.50, nous remarquons que les pentes des courbes  $\text{Log}(\mu)=f(\text{Log}(\dot{\gamma}))$  sont plus abruptes lors du forgeage des alliages dendritiques et que l'alliage AZ91D rhéocoulé à une fraction solide  $f_s=37\%$  montre une viscosité identique à celle de l'alliage AJ62x à  $f_s=30\%$  dendritique pour une contrainte initiale  $\sigma_o=40$  kPa. Nous en déduisons une compétition entre la morphologie de la struc-

ture pour une fraction solide élevée d'un côté, et la taille des particules à plus basse fraction solide d'un autre, pour fournir le même comportement en forgeage.

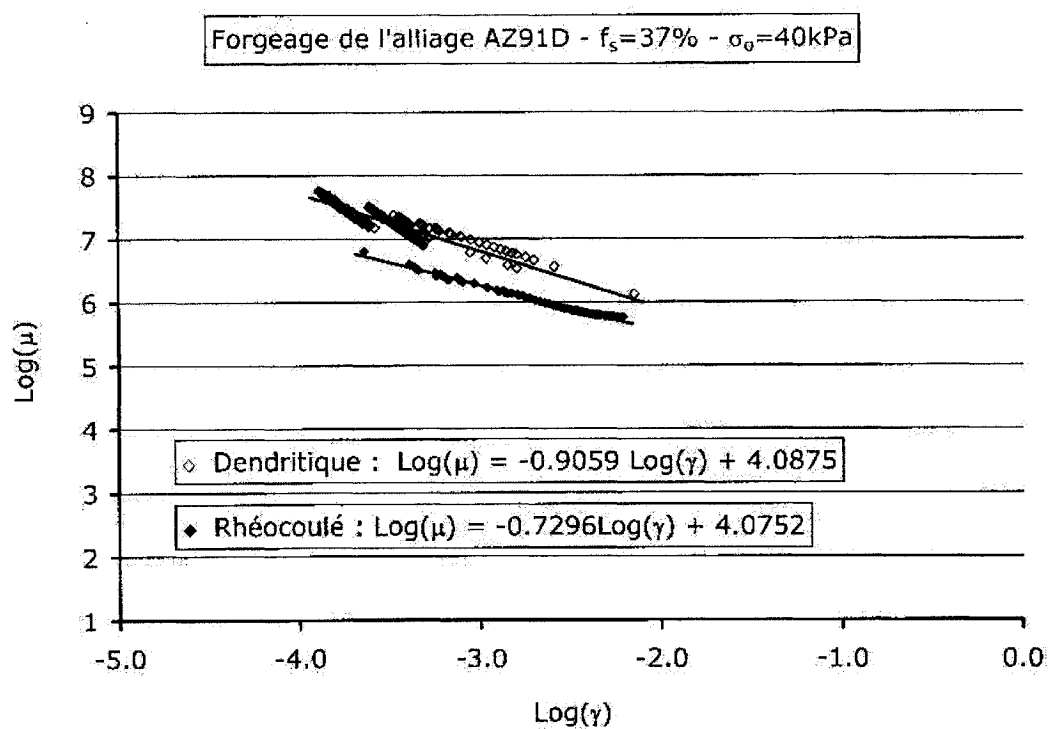


Figure 3.48 - Évolution de la viscosité instantanée en fonction de la vitesse de cisaillement pour l'alliage AZ91D à  $f_s=37\%$  à deux états : dendritique et rhéocoulé pour une contrainte initiale  $\sigma_{01}=40\text{Pa}$ . (Cas du modèle newtonien)

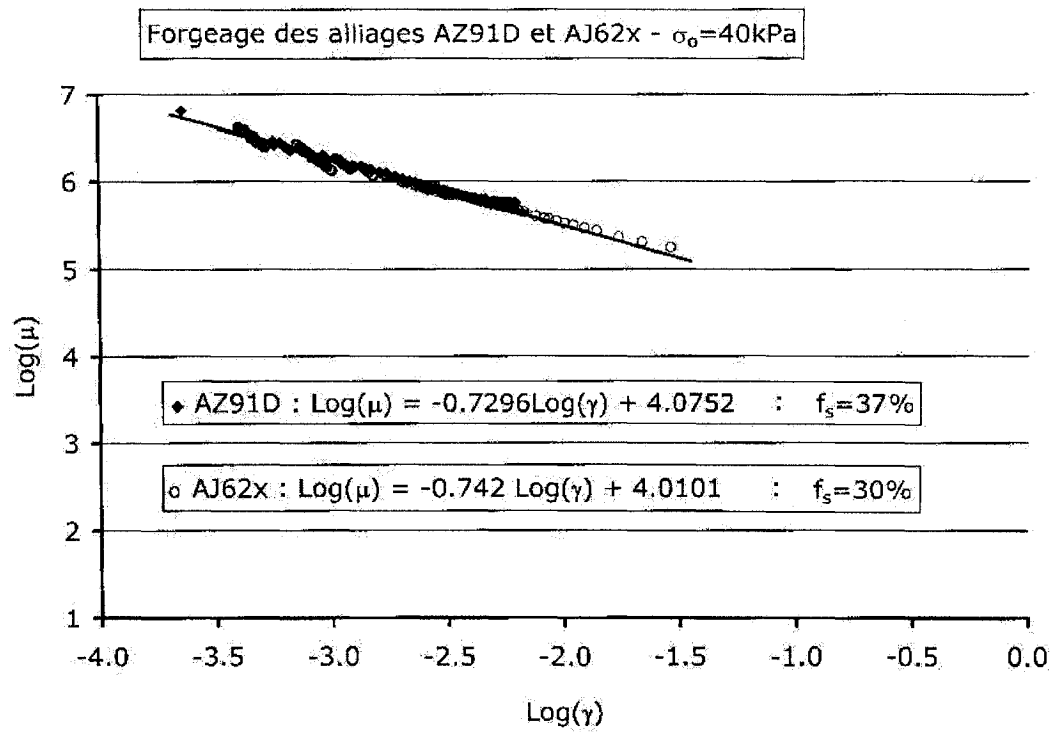


Figure 3.49 - Évolution de la viscosité instantanée en fonction de la vitesse de cisaillement pour les alliages AZ91D à  $f_s=37\%$  et AJ62x à  $f_s=30\%$ , forgés sous  $\sigma_o=40 \text{ kPa}$  (cas du modèle newtonien).

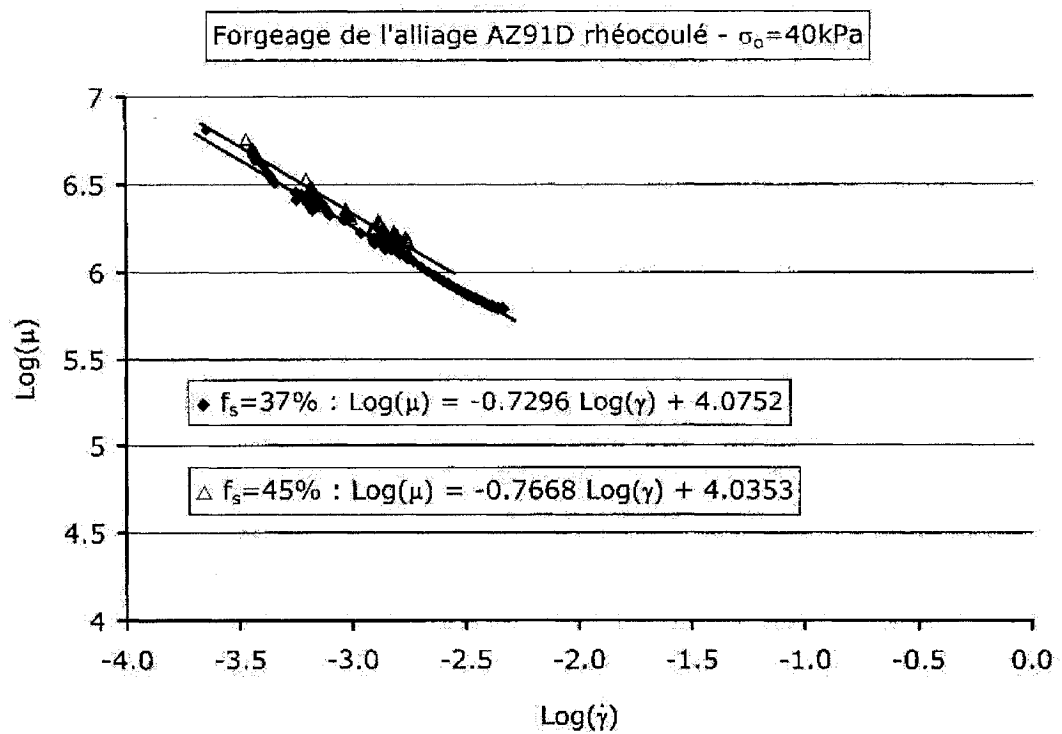


Figure 3.50 - Comparaison entre les viscosités instantanées en fonction de la vitesse de cisaillement pour l'alliage AZ91D rhéocoulé, forgé sous  $\sigma_o=40\text{ kPa}$  et à deux fractions solides : 37% et 45% (cas du modèle newtonien).

### 3.6.2 Le modèle à loi de puissance

Tel que décrit dans la section 1.6.3.2, le modèle à loi de puissance est largement utilisé dans l'étude rhéologique des matériaux à comportement pseudo-plastique. Dans ce modèle, nous prenons les données du forgeage à partir du moment où la vitesse de déformation est très faible, soit pour des temps de déformation que nous avons choisis supérieurs à 4 minutes. Les valeurs expérimentales des paramètres du modèle newtonien pour différentes conditions opératoires sont dressées dans le tableau 3.3, en comparant ceci aux valeurs obtenus sur le composite Gra-Ni®:

Tableau 3.3 - Comparaison entre les valeurs expérimentales des paramètres  $m$  et  $n$  calculées pour différents alliages.

Alliage	Microstructure	$f_s(\%)$	$\sigma_o(\text{kPa})$	$m$	$n$
AZ91D	Rhéocoulé	37	40	$26.2 \times 10^3$	0.239
AZ91D	Rhéocoulé	45	40	$39.5 \times 10^3$	0.273
AJ62x	Solidifié	30	40	$29.2 \times 10^3$	0.275
Gra-Ni® [30]	Rhéocoulée	42(totale)	20	$1.35 \times 10^5$	0.480

En comparant ce comportement avec celui obtenu pour des vitesses de cisaillement  $\dot{\gamma}$  plus élevées, telles que celles mentionnées dans la rhéométrie Couette, voir section 3.3, nous remarquons une discontinuité dans l'évolution de la viscosité sur une gamme de vitesses de cisaillement  $\dot{\gamma}$  comprises entre  $\text{Log}(\dot{\gamma})=-4$  et  $\text{Log}(\dot{\gamma})=2$ . Ce constat a été également noté lors du forgeage de l'alliage Sn-15%Pb [34] ainsi que le composite Gra-Ni® [29]. Comme mentionné dans la littérature, [29] et [34], la validité du modèle à loi de puissance s'avère efficace dans un domaine précis de vitesse de cisaillement, voir figure 3.51. Les données manquantes de l'intervalle  $[\text{Log}(\dot{\gamma})=-2, \text{Log}(\dot{\gamma})=1]$  pourraient être obtenues en forgeant les pastilles sous des charges supérieures à celles utilisées durant cette étude. Cependant, les courbes  $\text{Log}(\mu)=f(\text{Log}\dot{\gamma})$  de la figure 3.51

montrent bien l'effet de la morphologie de la structure, elle-même dépendante de la vitesse de cisaillement imposée, sur la rhéologie générale de l'alliage AZ91D, avec une évolution de la viscosité apparente plus marquée en rhéométrie Couette puisque le cisaillement est plus intense.

En comparant nos données avec celles obtenues en forgeant le composite Gra-Ni<sup>®</sup>, l'effet des particules de renfort sur la rhéologie Couette est mise en évidence sur la figure 3.51 pour des vitesses de cisaillement élevées ; la viscosité apparente du Gra-Ni<sup>®</sup> pour une fraction solide totale égale à  $f_s=42\%$  apparaît plus faible que celle de l'alliage AZ91D ayant une fraction solide  $f_s=37\%$ . Cependant, et pour des vitesses de cisaillement plus faibles, le forgeage du Gra-Ni<sup>®</sup> semble donner une viscosité légèrement plus élevée, probablement due au fait que durant le forgeage l'empilement des particules de phase solide ainsi que des particules de renfort dans le Gra-Ni<sup>®</sup> est plus dense que celui de l'alliage AZ91D.

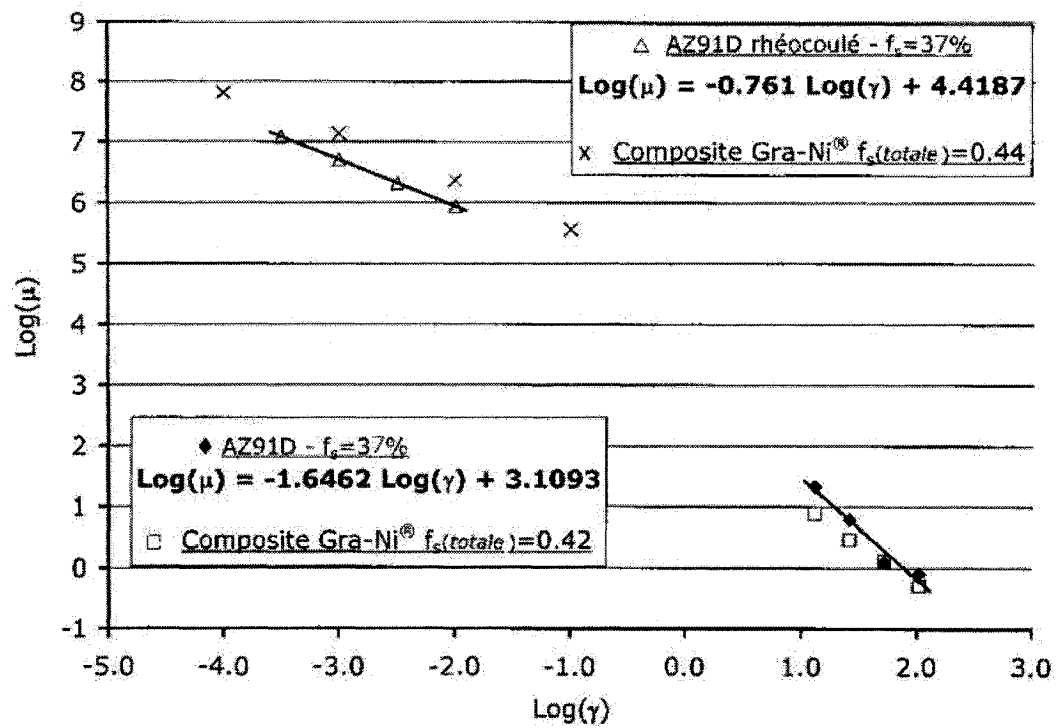


Figure 3.51 - Évolution du comportement de l'alliage AZ91D à différentes vitesse de cisaillement, comparée à celle du Gra-Ni<sup>®</sup> [30].

## CONCLUSION

L'objectif de cette étude a été de déterminer les caractéristiques rhéologiques à différentes vitesses de cisaillement des alliages de magnésium tels que le AZ91D et le AJ62x à des fractions solides  $f_s$  variables.

Le comportement des alliages de magnésium à l'état semi-solide a été étudié en comparant celui des alliages d'aluminium tels que le A356 et le composite Gra-Ni® en exploitant les mêmes conditions opératoires. Nous avons porté une attention particulière à l'évolution des propriétés rhéologiques des alliages de magnésium AZ91D et AJ62x, tout en observant les changements structuraux qui ont eu lieu durant les traitements thermomécaniques dans le cas de la rhéométrie Couette, ainsi que l'état de la microstructure dans l'ensemble de la pièce traitée dans le cas du forgeage au four à plateaux parallèles.

Les régimes choisis durant cette étude ont ciblé les réponses rhéologiques des alliages de magnésium, selon l'historique thermo-mécanique imposé. En rhéométrie Couette, nous nous sommes résolus à respecter la limite du rhéomètre imposée par l'angle de torsion de l'agitateur ( $5^\circ$ ), ce qui nous a obligés à respecter une fraction solide limite quand l'alliage était brassé à faibles vitesses de cisaillement.

Dans le cas du refroidissement continu qui est certes l'essai de base dans toute étude rhéologique des alliages et des composites, la viscosité apparente s'est avérée dépendante de la vitesse de refroidissement  $\dot{T}$  et de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ . La croissance exponentielle de la viscosité en fonction de la température a été mise en équation selon le modèle de Thomas [31], et ce pour différentes vitesses de refroidissement et différentes vitesses de cisaillement.



Dans le régime isotherme et stationnaire, la température a été choisie fixe pour donner une fraction solide intermédiaire, le choix entre différentes vitesses de cisaillement a montré l'étroite dépendance de la viscosité apparente  $\eta$  par rapport à  $\dot{\gamma}$ . Le comportement thixotrope des gelées métalliques rend compte surtout de l'évolution structurale des alliages : d'un état initialement aggloméré, l'éclatement de la structure dépendra de l'intensité du cisaillement ainsi que du temps  $t$  consacré au cisaillement. Le plateau de viscosité  $\eta_e$  atteint après un intervalle de temps pour chaque vitesse de cisaillement est en fait un état d'équilibre dynamique entre l'agglomération due au maintien isotherme et l'éclatement de la structure dû au brassage. Pour des vitesses de cisaillement intenses, l'intervalle de temps nécessaire pour atteindre le plateau sera court. Il en résulte également une réduction de la taille moyenne des particules de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$ . En observant attentivement l'évolution en condition isotherme et stationnaire, la cinétique de dégradation passe par deux étapes :

- une étape durant laquelle la viscosité décroît de manière drastique avec une cinétique de dégradation primaire élevée;
- l'étape suivante, fort dépendante de la précédente, amorcera le plateau de viscosité durant lequel les cinétiques d'agglomération et de dissociation sont compensées.

Les deux points précédents n'ont pas été observés dans les travaux précédant cette étude, car le modèle thixotrope entrepris tenait compte d'une seule cinétique de dégradation, soit d'une seule constante de dissociation. En prenant la courbe qui montre l'évolution de la viscosité apparente en fonction du temps pour une température  $T$  et une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  données, soit en régime isotherme et stationnaire, les observations sur la structure de l'alliage AZ91D montrent un degré d'agglomération en début du plateau de viscosité différent de celui observé en fin de ce plateau. Le modèle de Mada et Ajersch [41] pourrait donc être complété en mentionnant deux

cinétiques de dissociation  $K_{D1}$  et  $K_{D2}$ , selon que nous soyons en début ou en fin du plateau de viscosité. Ces deux cinétiques seraient fonction de la vitesse de cisaillement imposée.

Cette étude s'est consacrée à une fraction solide intermédiaire,  $f_s=37\%$ , calculée à l'aide du logiciel F\*A\*C\*T dans les conditions hors-équilibre telles que décrites par nos essais. Notons qu'une erreur de près de 5% peut-être observée dans le calcul de la fraction solide  $f_s$  par ce logiciel. Pour des valeurs plus faibles de la fraction solide, nous n'aurions pas pu observer une telle décomposition car la structure, même à l'état dendritique, aurait été considérée comme éclatée. Quant aux fractions solides supérieures à 37%, la limite du rhéomètre en régime isotherme et à vitesse de cisaillement constante aura déjà été atteinte en phase initiale de dissociation, selon le protocole expérimental que nous avons adopté.

Dans le cas où la vitesse de cisaillement varie de façon discontinue en condition isotherme (*Step Change*), les observations faites sur la structure de l'alliage AZ91D brassé à une vitesse de cisaillement allant jusqu'à  $536 \text{ s}^{-1}$  révèlent un comportement pseudo-plastique plus prononcé que dans le cas de l'étude faite sur le composite Gra-Ni<sup>®</sup> brassé à une vitesse de cisaillement ne dépassant pas  $104 \text{ s}^{-1}$ . Notons que dans le cas du Gra-Ni<sup>®</sup>, une teneur de près de 10% de particules de renfort était ajoutée pour ainsi élever la fraction solide totale à  $f_s=40\%$ . Les courbes qui montrent l'évolution de la viscosité instantanée en fonction de la vitesse de cisaillement confirment ce résultat. La morphologie globulaire des particules  $\alpha(\text{Mg})$  de l'alliage AZ91D ainsi que leur taille moyenne  $D_m$  rend compte de l'effet du cisaillement intense sur le comportement rhéologique. Il faut toutefois mentionner que la vitesse de cisaillement prise comme référence durant le régime est assez élevée,  $\dot{\gamma}_{ref}=134\text{s}^{-1}$  et qui confère déjà à la structure une allure de rosette. Nous n'avons pas pu élever le cisaillement à des valeurs supérieures à  $536\text{s}^{-1}$ , dû à la limite de stabilité de la lecture du rhéomètre.

Le dernier protocole expérimental envisagé en rhéométrie Couette a été de comparer le comportement rhéologique de l'alliage AZ91D à celui du composite GrA-Ni<sup>®</sup> 6S3G lors du régime isotherme et transitoire de manière continue. Nous savions que les particules de renfort du composite freinent la reconstruction de la structure, cependant la quantité de renfort utilisée élève la viscosité apparente du composite à l'état semi-solide, vu l'ajout de particules solides à la fraction solide déjà présente. De plus, en maintenant un temps de repos, la boucle d'hystérésis est plus large dans le cas de l'alliage que dans le cas du GrA-Ni<sup>®</sup>. Ce résultat confirme que les particules de renfort du composite limitent le caractère thixotrope général de la structure.

Durant les essais de forgeage (déformation aux plateaux parallèles) des alliages AZ91D et AJ62x, la faible vitesse de cisaillement due aux faibles masses appliquées sur les pastilles cylindriques laissait montrer une ségrégation plus ou moins importante, dépendant de la masse appliquée, ainsi que de l'état initial de la structure : il est clair que le réseau de dendrites canalise la phase liquide du centre vers la périphérie des pastilles, alors que la structure globulaire paraît mieux distribuée une fois l'essai de forgeage complété. Cependant, pour une charge plus élevée, la distribution de la phase solide  $\alpha(\text{Mg})$  au sein de l'échantillon semble plus régulière quelque soit la morphologie de la structure initiale. En augmentant la fraction solide, le phénomène de ségrégation de l'alliage AZ91D rhéocoulé diminue durant le forgeage compte tenu de la morphologie globulaire de la structure ainsi que de la diminution de la friction entre celles-ci.

La déformation des alliages est fortement dépendante de l'état initial de la structure. Le tassement des particules de la fraction solide  $\alpha(\text{Mg})$  n'est pas clairement observé dans les alliages rhéocoulés qui laissent voir, à de faibles charges appliquées, une meilleure distribution des phases solide et liquide, et par conséquent une meilleure déformabilité.

Les essais de forgeage réalisés sur l'alliage AJ62x dendritique ont fourni une distribution de la fraction solide typique de celle de l'alliage AZ91D dendritique traité dans les mêmes conditions. Cependant, la déformation  $\epsilon$  est plus élevée que dans le cas de l'alliage AZ91D, puisque le modificateur de structure, en l'occurrence le strontium Sr, n'a certes pas contribué à globulariser la phase solide  $\alpha(\text{Mg})$  mais plutôt à réduire la taille des particules. Dans le cas de l'alliage AJ62x rhéocoulé, une déformation plus élevée est observée, comparativement à l'alliage AZ91D forgé dans les mêmes conditions. Pour une forte contrainte de cisaillement initiale, nous nous retrouvons avec des régions riches et d'autres pauvres en phase solide. Cependant, il faut noter que durant notre analyse microstructurale, les observations ont été réalisées aux cœur, milieu et périphérie des pastilles forgées, en fin de processus de forgeage. Une analyse plus rigoureuse conduirait à comparer les différents échantillons à des distances égales à partir du centre de chaque pastille écrasée.

Notons finalement que dans le cas de la caractérisation rhéologique effectuée en forgeage à l'état semi-solide des alliages de magnésium, les échantillons cylindriques ne remplissent pas la totalité du volume entre les plateaux parallèles et que les frictions entre les plateaux du four et l'échantillon sont négligeables.

Le processus de mise en forme des alliages de magnésium à l'état semi-solide doit impérativement passer par une étude globale des paramètres mis en jeu. La caractérisation rhéologique qui est suivie de l'interprétation structurale que nous avons développées dans cette étude rendent compte des interférences et des relations microstructures/macropriétés tant recherchées par les études aujourd'hui pour proposer cette nouvelle vision comme alternative aux procédés classiques de mise en forme. Le thixomoulage® qui s'opère à des vitesses d'injection plus élevées est l'un de ces procédés qui fournissent en même temps le cisaillement qui globularise et affine la structure.

## RECOMMANDATIONS

Durant la seconde partie de cette étude, nous avons mentionné l'effet de la contrainte initiale  $\sigma_o$  ainsi que de la morphologie de la structure des alliages sur la distribution des particules de phase solide durant le forgeage.

Pour les travaux futurs, nous proposons une approche plus détaillée pour mieux comprendre la distribution de la viscosité locale au cœur et à la périphérie, soit en exploitant le protocole expérimental adopté durant le forgeage, que nous intégrerons dans l'étude rhéologique que nous avons effectuée en rhéométrie Couette. Pour cela :

1. des pastilles cylindriques de l'alliage AZ91D seront forgées comme dans la présente étude, voir figure [I.1];
2. l'analyse d'image effectuée avec le logiciel Clemex® sur les échantillons forgés fournira les valeurs des phases solides locales  $f_{sl}$  du centre à la périphérie, voir figure [I.2];
3. à partir des valeurs des fractions solides locales (cœur, milieu et périphérie) des pastilles forgées, nous déterminerons grâce au logiciel F\*A\*C\*T la composition chimique du système Mg-Al-Zn qui donne à la température T de l'essai de forgeage la fraction lue par l'analyseur d'image, voir figure [I.3];
4. la caractérisation rhéologique des ces nouveaux alliages peut être réalisée à l'aide du rhéomètre de Couette en utilisant de faibles vitesses de cisaillement telles que celles obtenues au rhéomètre à plateaux parallèles.

Cette caractérisation rendra compte de l'évolution locale, donc réelle, de la viscosité des alliages mises en forme à l'état semi-solide, et pour des faibles vitesses de cisaillement.

## RÉFÉRENCES

- [1] Spencer D.B., Mehrabian R. and Flemings M.C. (1972). "Rheological Behavior of Sn-15 Pct Pb in the Crystallization Range". Metallurgical Transactions, 3, 1925-1932.
- [2] Joly P.A. and Mehrabian R. (1976) "Rheology of a Partially Solid Alloy". Journal of Materials Science, 11(8), 1393-1418.
- [3] Flemings M.C. (1991). "Behavior of Metals and Alloys in the Semi-Solide State". Metallurgical Transactions 22A, 957-981.
- [4] A. Vogel A, Doherty R.D. and Cantor B. (1979). "Stir-Cast Microstructure and Slow Crack Growth". Solidification and Casting of Metals, 518-525.
- [5] Pasternak L., Decker and Kilbert R. (1992). "Semi-Solid Production Processing of Magnesium Alloys by Thixomolding®". Processing of the Second International Conference on the Processing of the Semi-Solid Alloys and Composites. TMS, Cambridge, June 10-12, 159-169.
- [6] Frederick P.S. and Bradley N.L. (1988). "Injection Molding Magnesium Alloys". Advanced Materials & Processes Inc. Metal Progress, 10/88, 53-56.
- [7] Lagrené G. (2000). "Fonderie et moulage des alliages de magnésium". Techniques d'ingénieurs. M3640(MC3), 1-12.

- [8] Carnahan R., Harthaway R.M., Kilbert R., Pasternak L. and Rohatgi P. (1992). "Thixomolded™ Magnesium : Mechanical and Microstructural Property Dependency on Process Parameter Variations". in *Light Metals Processing and Applications*, 325-335.
  - [9] Tissier A., Apelian D. and Pegazoni G. (1990) - Journal of Materials Sciences (25). pp.1834.
  - [10] Kirkwood D.H. (1994). "Semi-Solid Metal Processing". International Materials Reviews, 39(5), 173-189.
  - [11] Turng L.S. and Wang K.K. (1991). "Rheological Behavior and Modelling of Semi-Solid Sn-15%Pb Alloy". Journal of Materials Science, 26(8), 2173-2183.
  - [12] Pötch G and Michaeli W. (1995). "Injection Molding". Hanser, New York.
  - [13] Cheng D.C.H. and Evans F. (1965). "Journal of Applied Physics", 16, 1599-1617.
  - [14] Lapassin R., Papo A. and Rajgeli S. (1983). "The Phenomenological Description of the Thixotropic Behavior of Fresh Cement Pastes". Rheological Acta 22, 410-416.
  - [15] Mada M. et Ajersch F. (1996). "Rheological Model of Semi-Solid A356-SiC Composite Alloys. PartI : Discussion of Agglomerate Structures during Shear". Materials Science and Engineering A, 212(1), 157-170.
  - [16] Lieder P.J. and Bird R.B. (1974). "Squeezing Flow between Parallel Disks. I. Theoretical Analysis". Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals, 13, 342-346.
  - [17] Turenne S., Legros N., Laplante S. and Ajersch F. (1999). "Mechanical Behavior of Aluminium Matrix Composite during Extrusion in the Semi-Solid State". Metallurgical and Materials Transactions 30A, 1137-1146.
-

- [18] Secordel P., Lavalette E. and Leroy F. (1992) "Experimental Extrusion Test to Study the Rheological Behavior of Semi-Solid Steels". Proceedings of the 2<sup>nd</sup> International Conference on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites. 306-315.
- [19] Saha P.K. (2000) "Aluminium Extrusion Technology". ASM International.
- [20] Yoshida C., Moritaka M., Shinya S., Yahata S., Takebayashi K. and Nanba A. (1993). "Semi-Solid Forging of Aluminium Alloy". Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, Cambridge (USA), pp.95-102.
- [21] Gschneidner K.A. Jr et Beaudry B.J. (1990). "Properties and Selection : Non-Ferrous alloys and Pure Metals". Metals Handbook 9<sup>th</sup> Ed., (2), 770-771.
- [22] Mihriban P., Labelle P. and Argo D. (2003). "Magnesium Die Casting Alloy AJ62x with Superior Creep Resistance, Ductility and Die Casting", 49-54
- [23] Urbance R.J., Fied F., Kirchain R., Roth R. and Clark J. P. (2002). "Market Model Simulation : The Impact of Decreased Automobile Inherent in Magnesium", Journal of Metals, 58(8), 25-33.
- [24] Luo Alan A. (2000). "Materials Comparison and Potential Applications of Magnesium in Automobile", Magnesium Technology, Ed. Kaplan H.I., Hryn J. and Clow B., The Minerals, Metals and Materials Society, 89-98.
- [25] Han Q., Kenik E.A., Agnew S.R., Viswanathan and S. (2001). "Solidification Behavior of Commercial Magnesium Alloys", Magnesium Technology, Ed. Hryn J., 81-86.
- [26] Liu Zi-Kui (2000). "Design Magnesium Alloys : How Computational Thermodynamics Can Help", Magnesium Technology, ed. Kaplan H.I., Hryn J. and Clow B., The Minerals, Metals and Materials Society, 191-198.



- [27] Luo A., (1996). "Understanding the Solidification of Magnesium Alloys", *Proceedings of the International Magnesium Conference*, Manchester (UK), Apr. 10-12, p449-464.
- [28] Fredriksson H. (1988). "Interpretation and Use of Cooling Curves (Thermal Analysis)", *Metals Handbook*, 15, 182-185.
- [29] Azzi L. (2001). "Caractérisation rhéologique des gelées semi-solides des Alliages Al-Si renforcés", Thèse de doctorat (Ph.D.), École Polytechnique de Montréal, Montréal.
- [30] Azzi L., Ajersch F. and Stephenson T.F. (2000). "Rheological Characteristics of Semi-Solid Gra-Ni<sup>®</sup> Composite Alloy". *Proceedings of the Sixth International Conference on the Processing of the Semi-Solid Alloys and Composites TMS. Florence(Italy)*, 527-532.
- [31] Thomas D.G. (1965). "Transport Characteristics of Suspension : VIII. A note on the Viscosity of Newtonian Suspensions of Uniform Spherical Particles", *Journal of Colloid Science*, 20, 267-277.
- [32] Walukas D.M., Vining R.E., LeBeau S.E., Taniguchi N., Prewitt N.D. and Decker R.F. (2001). "Effect of Process Variables in Thixomolding<sup>®</sup>", Ed. Tsutsui Y., Kiuchi M. and Ichikawa K., *Proceeding of the 7th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*, Tsukuba(Japan), 101-106.
- [33] Czerwinski F., Pinet P.J. and Overbeeke J. (2001). "The Influence of Primary Solid Content on the Tensile Properties of a Thixomolded AZ91D Magnesium Alloy", *Magnesium Technology 2001*, Ed. Hryn J., 99-102.
- [34] Laxmanan V. and Flemings M.C. (1980). "Deformation of Semi-Solid Sn-15Pct Pb Alloy", *Metallurgical Transactions*, 11A, 1927-1937.
- [35] Emley E.F. (1966). "Principles of Magnesium Technology". Pergamon Press, NY.

- [36] Murray J.L. (1986). "Al-Mg (Aluminium-Magnesium) Binary Alloy Phase Diagram", ASM Int., Metals Park, OH(USA) 1, 129.
- [37] Suéry M. (2002). "Mise en forme des alliages à l'état semi-solide". Ed. Hermes, Paris.
- [38] Kang C.G., Choi J.S. and Kim K.H. (1999). "The Effect of Strain Rate on Macroscopic Behavior in the Compression Forming of Semi-Solid Aluminum Alloy", Journal of Materials Processing Technology, 88, 159-168.
- [39] Nafisi S., Lashkari O., Ghomashchi R., Langlais J. and Kulunk B. (2005). "The SEED Technology : A New Generation in Rheocasting", Light Metals Conference. Ed. Martin J.P., The Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, Calgary, Alberta(Canada), 359-371.
- [40] Moon H.K. (1990). Ph.D. Thesis. Massachusetts Institute of Technology. Cambridge, MA.
- [41] Mada M. (1992). "Propriétés rhéologiques de l'alliage AL-6%Si à l'état semi-solide renforcé par des particules de SiC", Thèse de Doctorat (Ph.D.), École Polytechnique de Montréal, Montréal.
- [42] Scott J.R. Trans. IRI 1932 vol 8 p481.
- [43] Dinsdale A.T. (1991). "SGTE Data for Pure Elements". Calphad, 15(4), 317-425.
- [44] Redlich O. and Kister A. (1948). "Algebraic Representation of Thermodynamic Properties and the Classification of Solutions". Industrial & Engineering Chemistry, 40(2), 345-348.
- [45] John S. and Dahle Mise en forme des alliages a l'état semi-solide

- [46] Gunasekera J.S. (1992). Development of a Constitutive Model of Mushy Materials. Proceedings of the 2<sup>nd</sup> International Conference on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites. pp.211-222.
- [47] Zavaliangos A. et Tzimas E. (1994). "A two phase model of the mechanical behavior of semi-solid metallic at high volume fraction of solid". Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Conference on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, 705-712.
- [48] Yang Y.S. et Tsao G.Y. (1994). "Thixotropic Behavior and Structure Evolution of A356 Alloy in the Semi-Solid State". Scripta Metallurgica et Materialia, 30(12), 1541-1546.
- [49] Dautre D., Hay, G., Wales P., and Gabathuler J-P. (2004). "Seed: A New Process for Semi-Solid Forming". Canadian Metallurgy Quarterly, 43, 265-272.
- [50] Gasior W., Moser Z. and Pstruś J. (1998). "Densities and Molar Volumes of Solid Lithium-Magnesium (Li-Mg) Alloys". Journal of Phase Equilibria 19(6), 568-571.
- [51] Culpin M.F. (1957). "The Viscosity of Liquid Magnesium and Liquid Calcium". Proceedings of the Physical Society, B(70), 1079-1086.
- [52] [http://www.members.tripod.com/Mg/asm\\_prop.htm](http://www.members.tripod.com/Mg/asm_prop.htm)
- [53] [www.thixotech.com](http://www.thixotech.com)
- [54] [www.thixomat.com](http://www.thixomat.com)
- [55] <http://homepage.ntlworld.com/oxfordtours/workitoutnet/castaid/spruecalculator/densmg.htm>

## ANNEXE I

## RECOMMANDATIONS

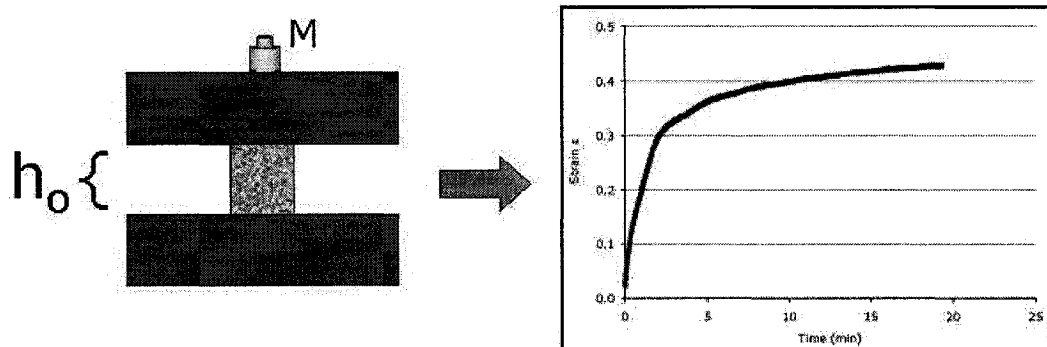


Figure I.1 Recommandation - 1<sup>ère</sup> étape : Forgeage au viscosimètre à plateaux parallèles

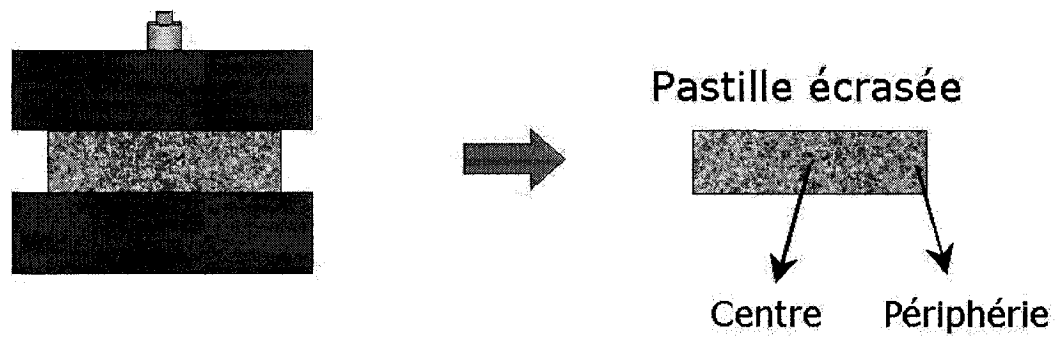


Figure I.2 Recommandation - 2<sup>ème</sup> étape : Analyse microstructurale à l'aide de Clemex®

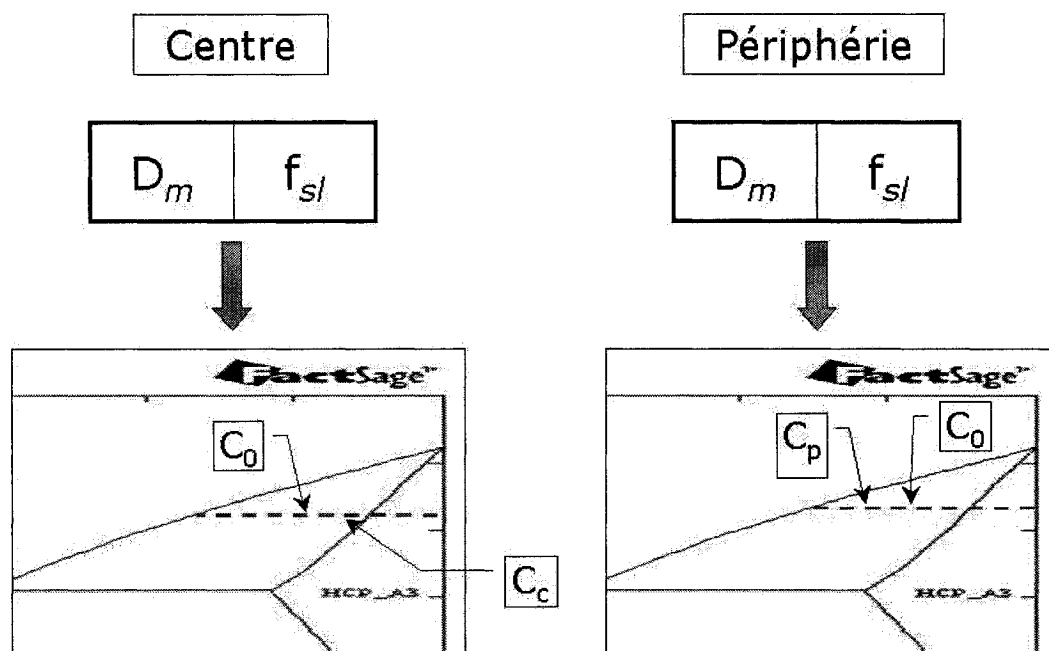


Figure I.3 Recommandation - 3<sup>ème</sup> étape : Élaboration d'alliage ayant les fractions solides trouvées dans l'analyse microstructurale

## ANNEXE II

### DESCRIPTION DES MODÈLES THERMODYNAMIQUES

#### II.1 Cas de l'élément simple

À partir des données thermodynamiques puisées dans la littérature, des diagrammes de phases ont pu être dressés. Selon Dinsdale[43], l'énergie de Gibbs d'un composé pur  $i$ , calculée à partir de son état standard ( $T=298.15K$ ,  $P=1atm$ ), est notée  $GHSER$  et s'écrit :

$$\left. \begin{aligned} GHSER_i &= {}^\circ G_i^\phi(T) - {}^\circ H_i^\phi(298.15K) \\ &= a + bT + cT.LnT + dT^2 + eT^3 + fT^{-1} + gT^7 + hT^{-9} \end{aligned} \right\}$$

où  $\phi$  caractérise l'état standard stable pour l'élément  $i$ . Les première et seconde dérivées de cette fonction sont respectivement l'entropie et la capacité calorifique de l'élément  $i$  à une température  $T$  :

$$S(T) = \frac{\partial(GHSE)}{\partial T}$$

$$C_p(T) = \frac{\partial^2(GHSE)}{\partial T^2}$$

## II.2 Cas du composant binaire

La fonction de Gibbs dans le cas où deux éléments A et B forment une composant binaire  $A_aB_b$  est donnée par l'équation suivante :

$$G_{A_aB_b}^o(T) = aH_A^{o,\phi}(298.15K) - bH_B^{o,\phi}(298.15K) + f(T)$$

où  $f(T)$  est la fonction donnée à l'équation [1] et qui dans le cas du composant binaire sera :

$$\begin{aligned} f(T) &= G_{A_aB_b}^o(T) - aG_A^{o,\phi}(T) - bG_B^{o,\phi}(T) + aGHSE R_A(T) + bGHSE R_B(T) \\ &= \Delta_f G_{A_aB_b}^T + aGHSE R_A + bGHSE R_B \end{aligned}$$

où  $GHSE R$  est la l'énergie de Gibbs associée à la formation du composant  $i$  dans son état stable à une température  $T$ .

## II.3 Cas de solutions diluées

Dans la majorité des cas d'études de solutions, il y a un écart de l'idéalité. Pour ce fait, une énergie additive connue sous le terme d'énergie d'excès doit faire partie intégrante de l'équation générale de l'énergie de Gibbs. Dans le cas d'une solution notée  $\phi$ , l'énergie de Gibbs s'écrit :

$$\Delta G^M = \Delta G^{id} + \Delta G^{xs}$$

où

$$\Delta G^{\phi,id} = RT \sum_i X_i \ln X_i$$



L'idée est en fait de tracer à une température donnée les courbes d'évolution de l'énergie de Gibbs  $G$  en fonction de la fraction molaire  $X$  de chaque constituant dans un système donné, et ceci dans un même diagramme  $G=f(X)$ , puis de repérer les points d'intersection de toutes ces courbes avec une ou plusieurs tangentes communes. Les abscisses de ces points d'intersection sont en fait les compositions des phases à l'équilibre et à une température donnée du système. Dans le cas des solutions substitutionnelles, où l'écart à l'idéalité n'est pas important, l'expression de l'énergie d'excès est bien modélisée par le développement de Redlich-Kister[44] et s'écrit comme suit :

$$G_m^{\phi, xs} = x_i x_j \sum_i L_{i,j}^{\nu, \phi} (x_i - x_j)^\nu$$

où  $L_{ij}$  est le paramètre d'interaction entre les éléments de  $i$  et  $j$  et sont généralement des fonctions linéaires de la température. L'expression générale est donnée par :

$$L_{i,j;i} = y_i' y_j' [a_o + b_o T + c_o T \cdot \ln T (a_1 + b_1 T)(y_i' - y_j')]$$

où le premier terme est l'expression de l'énergie d'excès d'une solution régulière, soit :

$$\Delta G^{xs} = -\omega X_A X_B$$

## II.4 Description de quelques isothermes calculés avec F\*A\*C\*T

### II.4.1 Cas de l'alliage AZ91D avec 9.06%Al et 0.81%Zn (alliage d'étude)

```
(gram) 90.13 Mg + 9.06 Al + 0.81 Zn + 0 Mn =

100.00 gram ( 9.0600 wt.% Al
+ 90.130 wt.% Mg
+ 0.81000 wt.% Zn)
(599.97 C, 1 atm, LIQUID)

+ 0.00000 gram ( 7.1777 wt.% AlVa
+ 92.739 wt.% MgVa
+ 0.83325E-01 wt.% ZnVa)
(599.97 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.81345)

+ 0.00000 gram ( 95.450 wt.% MgAl
+ 4.5497 wt.% MgZn)
(599.97 C, 1 atm, PHI, a=0.41451)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.97248 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.27525E-01

+ 0.00000 gram ( 0.29041 wt.% MgAlAl
+ 14.561 wt.% MgMgAl
+ 0.14307E-01 wt.% MgZnAl
+ 1.6560 wt.% MgAlMg
+ 82.873 wt.% MgMgMg
+ 0.82913E-01 wt.% MgZnMg
+ 0.10054E-01 wt.% MgAlZn
+ 0.51235 wt.% MgMgZn
+ 0.42576E-03 wt.% MgZnZn)
(599.97 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.79359)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.18742E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.98068
Zn 0.57733E-03
-----
Al 0.14342 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.85347
Zn 0.31048E-02

+ 0.00000 gram ( 2.6303 wt.% Al2Va
+ 97.300 wt.% Mg2Va
+ 0.70040E-01 wt.% Zn2Va)
(599.97 C, 1 atm, HCP_A3, a= 1.0000)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(599.97 C, 1 atm, S1, a=0.10259E-23)
```

Figure II.1 - Détermination du liquidus de l'alliage AZ91D de notre étude.

```

(gram) 90.13 Mg + 9.06 Al + 0.81 Zn + 0 Mn =

0.00000 gram ( 25.197 wt.% Al
+ 68.504 wt.% Mg
+ 6.2991 wt.% Zn)
(461.68 C, 1 atm, LIQUID, a= 1.0000)

+ 0.00000 gram ( 22.206 wt.% AlVa
+ 76.968 wt.% MgVa
+ 0.82609 wt.% ZnVa)
(461.68 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.84377)

+ 0.00000 gram ( 82.029 wt.% MgAl
+ 17.971 wt.% MgZn)
(461.68 C, 1 atm, PHI, a=0.76241)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.88488 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.11512

+ 0.00000 gram ( 3.8370 wt.% MgAlAl
+ 75.055 wt.% MgMgAl
+ 0.93671 wt.% MgZnAl
+ 0.73149 wt.% MgAlMg
+ 14.282 wt.% MgMgMg
+ 0.18149 wt.% MgZnMg
+ 0.23597 wt.% MgAlZn
+ 4.6912 wt.% MgMgZn
+ 0.49517E-01 wt.% MgZnZn)
(461.68 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.92514)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.46369E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.94655
Zn 0.70781E-02
-----
Al 0.80814 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.16078
Zn 0.31076E-01

+ 100.00 gram ( 9.0600 wt.% Al2Va
+ 90.130 wt.% Mg2Va
+ 0.81000 wt.% Zn2Va)
(461.68 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(461.68 C, 1 atm, S1, a=0.10207E-07)

```

Figure II.2 - Détermination du solidus de l'alliage AZ91D de notre étude.

```

(gram) 90.13 Mg + 9.06 Al + 0.81 Zn + 0 Mn =

0.00000 gram ( 27.653 wt.% Al
+ 65.081 wt.% Mg
+ 7.2661 wt.% Zn)
(373.98 C, 1 atm, LIQUID, a=0.91236)

+ 0.00000 gram ( 25.477 wt.% AlVa
+ 73.738 wt.% MgVa
+ 0.78513 wt.% ZnVa)
(373.98 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.82314)

+ 0.00000 gram ( 79.991 wt.% MgAl
+ 20.009 wt.% MgZn)
(373.98 C, 1 atm, PHI, a=0.85712)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.87068 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.12932

+ 0.00000 gram ( 3.8105 wt.% MgAlAl
+ 83.657 wt.% MgMgAl
+ 1.2699 wt.% MgZnAl
+ 0.28377 wt.% MgAlMg
+ 6.2182 wt.% MgMgMg
+ 0.96115E-01 wt.% MgZnMg
+ 0.19768 wt.% MgAlZn
+ 4.4107 wt.% MgMgZn
+ 0.56627E-01 wt.% MgZnZn)
(373.98 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a= 1.0000)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.41460E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.94990
Zn 0.86395E-02
-----
Al 0.90078 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.70006E-01
Zn 0.29219E-01

+ 100.00 gram ( 9.0600 wt.% Al2Va
+ 90.130 wt.% Mg2Va
+ 0.81000 wt.% Zn2Va)
(373.98 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(373.98 C, 1 atm, S1, a=0.52129E-05)

```

Figure II.3 - Détermination de la température d'apparition de la phase  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  lors du refroidissement de l'alliage AZ91D de notre étude.

```

(gram) 90.13 Mg + 9.06 Al + 0.81 Zn + 0 Mn =

61.037 gram ( 12.522 wt.% Al
+ 86.225 wt.% Mg
+ 1.2531 wt.% Zn)
(579.00 C, 1 atm, LIQUID)

+ 0.00000 gram ( 9.7044 wt.% AlVa
+ 90.161 wt.% MgVa
+ 0.13482 wt.% ZnVa)
(579.00 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.81926)

+ 0.00000 gram ( 94.348 wt.% MgAl
+ 5.6518 wt.% MgZn)
(579.00 C, 1 atm, PHI, a=0.47982)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.96565 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.34349E-01

+ 0.00000 gram ( 0.59128 wt.% MgAlAl
+ 22.412 wt.% MgMgAl
+ 0.37129E-01 wt.% MgZnAl
+ 1.9549 wt.% MgAlMg
+ 73.957 wt.% MgMgMg
+ 0.12476 wt.% MgZnMg
+ 0.23303E-01 wt.% MgAlZn
+ 0.89771 wt.% MgMgZn
+ 0.12578E-02 wt.% MgZnZn)
(579.00 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.79811)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.24633E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.97440
Zn 0.96719E-03
-----
Al 0.22347 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.77102
Zn 0.55069E-02

+ 38.963 gram ( 3.6368 wt.% Al2Va
+ 96.247 wt.% Mg2Va
+ 0.11586 wt.% Zn2Va)
(579.00 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(579.00 C, 1 atm, S1, a=0.12574E-19)

```

Figure II.4 - Compilation pour l'alliage AZ91D de notre étude à une température  $T=579^{\circ}\text{C}$ .

```

(gram) 90.13 Mg + 9.06 Al + 0.81 Zn + 0 Mn =

62.348 gram ( 12.364 wt.% Al
+ 86.406 wt.% Mg
+ 1.2307 wt.% Zn)
(580.00 C, 1 atm, LIQUID)

+ 0.00000 gram ( 9.5878 wt.% AlVa
+ 90.280 wt.% MgVa
+ 0.13211 wt.% ZnVa)
(580.00 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.81900)

+ 0.00000 gram ( 94.404 wt.% MgAl
+ 5.5958 wt.% MgZn)
(580.00 C, 1 atm, PHI, a=0.47697)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.96600 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.34001E-01

+ 0.00000 gram ( 0.57392 wt.% MgAlAl
+ 21.995 wt.% MgMgAl
+ 0.35639E-01 wt.% MgZnAl
+ 1.9457 wt.% MgAlMg
+ 74.427 wt.% MgMgMg
+ 0.12280 wt.% MgZnMg
+ 0.22503E-01 wt.% MgAlZn
+ 0.87647 wt.% MgMgZn
+ 0.12011E-02 wt.% MgZnZn)
(580.00 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.79783)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.24371E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.97468
Zn 0.94627E-03
-----
Al 0.21918 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.77545
Zn 0.53734E-02

+ 37.652 gram ( 3.5895 wt.% Al2Va
+ 96.297 wt.% Mg2Va
+ 0.11342 wt.% Zn2Va)
(580.00 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(580.00 C, 1 atm, S1, a=0.85910E-20)

```

Figure II.5 - Compilation pour l'alliage AZ91D de notre étude à une température T=580°C.

```

(gram) 90.13 Mg + 9.06 Al + 0.81 Zn + 0 Mn =

63.699 gram ( 12.205 wt.% Al
+ 86.587 wt.% Mg
+ 1.2084 wt.% Zn)
(581.00 C, 1 atm, LIQUID)

+ 0.00000 gram ( 9.4708 wt.% AlVa
+ 90.400 wt.% MgVa
+ 0.12943 wt.% ZnVa)
(581.00 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.81874)

+ 0.00000 gram ( 94.460 wt.% MgAl
+ 5.5401 wt.% MgZn)
(581.00 C, 1 atm, PHI, a=0.47409)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.96635 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.33655E-01

+ 0.00000 gram ( 0.55690 wt.% MgAlAl
+ 21.583 wt.% MgMgAl
+ 0.34197E-01 wt.% MgZnAl
+ 1.9361 wt.% MgAlMg
+ 74.891 wt.% MgMgMg
+ 0.12083 wt.% MgZnMg
+ 0.21721E-01 wt.% MgAlZn
+ 0.85554 wt.% MgMgZn
+ 0.11465E-02 wt.% MgZnZn)
(581.00 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.79756)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.24107E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.97497
Zn 0.92559E-03
-----
Al 0.21494 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.77982
Zn 0.52419E-02

+ 36.301 gram ( 3.5421 wt.% Al2Va
+ 96.347 wt.% Mg2Va
+ 0.11100 wt.% Zn2Va)
(581.00 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(581.00 C, 1 atm, S1, a=0.58382E-20)

```

Figure II.6 - Compilation pour l'alliage AZ91D de notre étude à une température T=581°C.

```

(gram) 90.13 Mg + 9.06 Al + 0.81 Zn + 0 Mn =

65.090 gram ( 12.045 wt.% Al
+ 86.769 wt.% Mg
+ 1.1862 wt.% Zn)
(582.00 C, 1 atm, LIQUID)

+ 0.00000 gram ( 9.3535 wt.% AlVa
+ 90.520 wt.% MgVa
+ 0.12678 wt.% ZnVa)
(582.00 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.81848)

+ 0.00000 gram ( 94.515 wt.% MgAl
+ 5.4848 wt.% MgZn)
(582.00 C, 1 atm, PHI, a=0.47120)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.96669 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.33311E-01

+ 0.00000 gram ( 0.54020 wt.% MgAlAl
+ 21.175 wt.% MgMgAl
+ 0.32801E-01 wt.% MgZnAl
+ 1.9259 wt.% MgAlMg
+ 75.350 wt.% MgMgMg
+ 0.11885 wt.% MgZnMg
+ 0.20957E-01 wt.% MgAlZn
+ 0.83490 wt.% MgMgZn
+ 0.10938E-02 wt.% MgZnZn)
(582.00 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.79730)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.23841E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.97525
Zn 0.90516E-03
-----
Al 0.21076 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.78413
Zn 0.51124E-02

+ 34.910 gram ( 3.4947 wt.% Al2Va
+ 96.397 wt.% Mg2Va
+ 0.10861 wt.% Zn2Va)
(582.00 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(582.00 C, 1 atm, S1, a=0.39453E-20)

```

Figure II.7 - Compilation pour l'alliage AZ91D de notre étude à une température T=582°C.



```

(gram) 90.13 Mg + 9.06 Al + 0.81 Zn + 0 Mn =

53.898 gram ( 13.457 wt.% Al
+ 85.152 wt.% Mg
+ 1.3907 wt.% Zn)
(573.00 C, 1 atm, LIQUID)

+ 0.00000 gram ( 10.398 wt.% AlVa
+ 89.451 wt.% MgVa
+ 0.15159 wt.% ZnVa)
(573.00 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.82078)

+ 0.00000 gram ( 94.004 wt.% MgAl
+ 5.9960 wt.% MgZn)
(573.00 C, 1 atm, PHI, a=0.49653)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.96351 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.36493E-01

+ 0.00000 gram ( 0.70280 wt.% MgAlAl
+ 25.029 wt.% MgMgAl
+ 0.47152E-01 wt.% MgZnAl
+ 1.9981 wt.% MgAlMg
+ 71.025 wt.% MgMgMg
+ 0.13624 wt.% MgZnMg
+ 0.28497E-01 wt.% MgAlZn
+ 1.0315 wt.% MgMgZn
+ 0.16435E-02 wt.% MgZnZn)
(573.00 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.79997)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.26172E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.97273
Zn 0.10980E-02
-----
Al 0.25048 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.74317
Zn 0.63507E-02

+ 46.102 gram ( 3.9197 wt.% Al2Va
+ 95.949 wt.% Mg2Va
+ 0.13110 wt.% Zn2Va)
(573.00 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(573.00 C, 1 atm, S1, a=0.11128E-18)

```

Figure II.8 - Compilation pour l'alliage AZ91D de notre étude à une température T=573°C.

## II.4.2 Cas de l'alliage AZ91D avec 9.7%Al et 1.0%Zn

```

(gram) 89.3 Mg + 9.7 Al + 1.0 Zn + 0 Mn =

100.00 gram ( 9.7000 wt.% Al
+ 89.300 wt.% Mg
+ 1.0000 wt.% Zn)
(595.78 C, 1 atm, LIQUID)

+ 0.00000 gram ( 7.6549 wt.% AlVa
+ 92.241 wt.% MgVa
+ 0.10382 wt.% ZnVa)
(595.78 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.81449)

+ 0.00000 gram ( 94.692 wt.% MgAl
+ 5.3085 wt.% MgZn)
(595.78 C, 1 atm, PHI, a=0.42828)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.96778 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.32216E-01

+ 0.00000 gram ( 0.33636 wt.% MgAlAl
+ 15.883 wt.% MgMgAl
+ 0.19570E-01 wt.% MgZnAl
+ 1.7244 wt.% MgAlMg
+ 81.272 wt.% MgMgMg
+ 0.10196 wt.% MgZnMg
+ 0.13498E-01 wt.% MgAlZn
+ 0.64780 wt.% MgMgZn
+ 0.67506E-03 wt.% MgZnZn)
(595.78 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.79422)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.19875E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.97940
Zn 0.72302E-03
-----
Al 0.15686 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.83920
Zn 0.39360E-02

+ 0.00000 gram ( 2.8163 wt.% Al2Va
+ 97.096 wt.% Mg2Va
+ 0.87618E-01 wt.% Zn2Va)
(595.78 C, 1 atm, HCP_A3, a= 1.0000)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(595.78 C, 1 atm, S1, a=0.76067E-23)

```

Figure II.9 - Détermination du liquidus de l'alliage AZ91D à 9.7%Al et 1.0%Zn.

```

(gram) 89.3 Mg + 9.7 Al + 1.0 Zn + 0 Mn =

0.00000 gram ( 25.820 wt.% Al
+ 66.625 wt.% Mg
+ 7.5549 wt.% Zn)
(447.01 C, 1 atm, LIQUID, a= 1.0000)

+ 0.00000 gram ( 23.658 wt.% AlVa
+ 75.341 wt.% MgVa
+ 1.0012 wt.% ZnVa)
(447.01 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.84635)

+ 0.00000 gram ( 79.388 wt.% MgAl
+ 20.612 wt.% MgZn)
(447.01 C, 1 atm, PHI, a=0.79869)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg      1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al      0.86642 Stoichiometry = 5.0000
Zn      0.13358

+ 0.00000 gram ( 4.0608 wt.% MgAlAl
+ 76.617 wt.% MgMgAl
+ 1.1902 wt.% MgZnAl
+ 0.61665 wt.% MgAlMg
+ 11.613 wt.% MgMgMg
+ 0.18370 wt.% MgZnMg
+ 0.27995 wt.% MgAlZn
+ 5.3683 wt.% MgMgZn
+ 0.70533E-01 wt.% MgZnZn)
(447.01 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.95157)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg      1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al      0.47908E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg      0.94331
Zn      0.87802E-02
-----
Al      0.83224 Stoichiometry = 24.000
Mg      0.13189
Zn      0.35875E-01

+ 100.00 gram ( 9.7000 wt.% Al2Va
+ 89.300 wt.% Mg2Va
+ 1.0000 wt.% Zn2Va)
(447.01 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(447.01 C, 1 atm, S1, a=0.10126E-06)

```

Figure II.10 - Détermination du solidus de l'alliage AZ91D à 9.7%Al et 1.0%Zn.

```

(gram) 89.3 Mg + 9.7 Al + 1.0 Zn + 0 Mn =

0.00000 gram ( 27.227 wt.% Al
+ 64.520 wt.% Mg
+ 8.2525 wt.% Zn)
(391.37 C, 1 atm, LIQUID, a=0.94486)

+ 0.00000 gram ( 25.760 wt.% AlVa
+ 73.272 wt.% MgVa
+ 0.96807 wt.% ZnVa)
(391.37 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.83385)

+ 0.00000 gram ( 77.992 wt.% MgAl
+ 22.008 wt.% MgZn)
(391.37 C, 1 atm, PHI, a=0.86018)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.85648 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.14352

+ 0.00000 gram ( 4.0173 wt.% MgAlAl
+ 81.661 wt.% MgMgAl
+ 1.4336 wt.% MgZnAl
+ 0.34131 wt.% MgAlMg
+ 6.9249 wt.% MgMgMg
+ 0.12379 wt.% MgZnMg
+ 0.25031 wt.% MgAlZn
+ 5.1712 wt.% MgMgZn
+ 0.76783E-01 wt.% MgZnZn)
(391.37 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a= 1.0000)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.44570E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.94548
Zn 0.99454E-02
-----
Al 0.88682 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.78629E-01
Zn 0.34550E-01

+ 100.00 gram ( 9.7000 wt.% Al2Va
+ 89.300 wt.% Mg2Va
+ 1.0000 wt.% Zn2Va)
(391.37 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(391.37 C, 1 atm, S1, a=0.49819E-05)

```

Figure II.11 - Détermination de la température d'apparition de la phase  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  lors du refroidissement de l'alliage AZ91D à 9.7%Al et 1.0%Zn.

```

(gram) 89.3 Mg + 9.7 Al + 1.0 Zn + 0 Mn =

70.513 gram ( 12.265 wt.% Al
+ 86.369 wt.% Mg
+ 1.3655 wt.% Zn)
(580.00 C, 1 atm, LIQUID)

+ 0.00000 gram ( 9.5344 wt.% AlVa
+ 90.319 wt.% MgVa
+ 0.14666 wt.% ZnVa)
(580.00 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.81875)

+ 0.00000 gram ( 93.813 wt.% MgAl
+ 6.1870 wt.% MgZn)
(580.00 C, 1 atm, PHI, a=0.47664)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.96231 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.37685E-01

+ 0.00000 gram ( 0.56607 wt.% MgAlAl
+ 21.821 wt.% MgMgAl
+ 0.39138E-01 wt.% MgZnAl
+ 1.9364 wt.% MgAlMg
+ 74.504 wt.% MgMgMg
+ 0.13607 wt.% MgZnMg
+ 0.24787E-01 wt.% MgAlZn
+ 0.97108 wt.% MgMgZn
+ 0.14731E-02 wt.% MgZnZn)
(580.00 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.79771)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.24230E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.97472
Zn 0.10475E-02
-----
Al 0.21752 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.77653
Zn 0.59555E-02

+ 29.487 gram ( 3.5660 wt.% Al2Va
+ 96.308 wt.% Mg2Va
+ 0.12583 wt.% Zn2Va)
(580.00 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(580.00 C, 1 atm, S1, a=0.72847E-20)

```

Figure II.12 - Compilation pour l'alliage AZ91D à 9.7%Al et 1.0%Zn à une température T=580°C.

### II.4.3 Cas de l'alliage AZ91D avec 8.3%Al et 0.35%Zn

```

(grammar) 91.35 Mg + 8.3 Al + 0.35 Zn + 0 Mn =

100.00 gram ( 8.3000 wt.% Al
+ 91.350 wt.% Mg
+ 0.35000 wt.% Zn)
(605.73 C, 1 atm, LIQUID)

+ 0.00000 gram ( 6.5923 wt.% AlVa
+ 93.372 wt.% MgVa
+ 0.35520E-01 wt.% ZnVa)
(605.73 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.81236)

+ 0.00000 gram ( 97.840 wt.% MgAl
+ 2.1596 wt.% MgZn)
(605.73 C, 1 atm, PHI, a=0.39539)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.98706 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.12937E-01

+ 0.00000 gram ( 0.23992 wt.% MgAlAl
+ 13.017 wt.% MgMgAl
+ 0.54226E-02 wt.% MgZnAl
+ 1.5681 wt.% MgAlMg
+ 84.915 wt.% MgMgMg
+ 0.36021E-01 wt.% MgZnMg
+ 0.38925E-02 wt.% MgAlZn
+ 0.21463 wt.% MgMgZn
+ 0.75622E-04 wt.% MgZnZn)
(605.73 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.79300)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.17351E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.98240
Zn 0.24521E-03
-----
Al 0.12770 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.87101
Zn 0.12954E-02

+ 0.00000 gram ( 2.4056 wt.% Al2Va
+ 97.565 wt.% Mg2Va
+ 0.29719E-01 wt.% Zn2Va)
(605.73 C, 1 atm, HCP_A3, a= 1.0000)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(605.73 C, 1 atm, S1, a=0.72192E-25)

```

Figure II.13 - Détermination du liquidus de l'alliage AZ91D à 8.3%Al et 0.35%Zn.

```

(gram) 91.35 Mg + 8.3 Al + 0.35 Zn + 0 Mn =

0.00000 gram ( 24.915 wt.% Al
+ 72.218 wt.% Mg
+ 2.8672 wt.% Zn)
(487.13 C, 1 atm, LIQUID, a= 1.0000)

+ 0.00000 gram ( 20.304 wt.% AlVa
+ 79.330 wt.% MgVa
+ 0.36512 wt.% ZnVa)
(487.13 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.84240)

+ 0.00000 gram ( 90.710 wt.% MgAl
+ 9.2901 wt.% MgZn)
(487.13 C, 1 atm, PHI, a=0.70119)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.94267 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.57328E-01

+ 0.00000 gram ( 3.5535 wt.% MgAlAl
+ 72.496 wt.% MgMgAl
+ 0.40164 wt.% MgZnAl
+ 0.98333 wt.% MgAlMg
+ 20.023 wt.% MgMgMg
+ 0.11296 wt.% MgZnMg
+ 0.11125 wt.% MgAlZn
+ 2.3067 wt.% MgMgZn
+ 0.10808E-01 wt.% MgZnZn)
(487.13 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.88779)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.44720E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.95212
Zn 0.31605E-02
-----
Al 0.76432 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.22072
Zn 0.14962E-01

+ 100.00 gram ( 8.3000 wt.% Al2Va
+ 91.350 wt.% Mg2Va
+ 0.35000 wt.% Zn2Va)
(487.13 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(487.13 C, 1 atm, S1, a=0.35725E-09)

```

Figure II.14 - Détermination du solidus de l'alliage AZ91D à 8.3%Al et 0.35%Zn.

```

(gram) 91.35 Mg + 8.3 Al + 0.35 Zn + 0 Mn =

0.00000 gram ( 29.724 wt.% Al
+ 66.658 wt.% Mg
+ 3.6186 wt.% Zn)
(349.54 C, 1 atm, LIQUID, a=0.86011)

+ 0.00000 gram ( 25.334 wt.% AlVa
+ 74.327 wt.% MgVa
+ 0.33867 wt.% ZnVa)
(349.54 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.80827)

+ 0.00000 gram ( 88.601 wt.% MgAl
+ 11.399 wt.% MgZn)
(349.54 C, 1 atm, PHI, a=0.83897)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg      1.0000   Stoichiometry = 6.0000
-----
Al      0.92902   Stoichiometry = 5.0000
Zn      0.70975E-01

+ 0.00000 gram ( 3.6201 wt.% MgAlAl
+ 88.019 wt.% MgMgAl
+ 0.67252 wt.% MgZnAl
+ 0.21573 wt.% MgAlMg
+ 5.2353 wt.% MgMgMg
+ 0.40732E-01 wt.% MgZnMg
+ 0.84919E-01 wt.% MgAlZn
+ 2.0984 wt.% MgMgZn
+ 0.13561E-01 wt.% MgZnZn)
(349.54 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a= 1.0000)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg      1.0000   Stoichiometry = 10.000
-----
Al      0.37750E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg      0.95786
Zn      0.43851E-02
-----
Al      0.92863   Stoichiometry = 24.000
Mg      0.57752E-01
Zn      0.13621E-01

+ 100.00 gram ( 8.3000 wt.% Al2Va
+ 91.350 wt.% Mg2Va
+ 0.35000 wt.% Zn2Va)
(349.54 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(349.54 C, 1 atm, S1, a=0.73511E-05)

```

Figure II.15 - Détermination de la température d'apparition de la phase  $\gamma(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  lors du refroidissement de l'alliage AZ91D à 8.3%Al et 0.35%Zn.



```

(gram) 91.35 Mg + 8.3 Al + 0.35 Zn + 0 Mn =

50.586 gram ( 12.801 wt.% Al
+ 86.565 wt.% Mg
+ 0.63472 wt.% Zn)
(580.00 C, 1 atm, LIQUID)

+ 0.00000 gram ( 9.8215 wt.% AlVa
+ 90.111 wt.% MgVa
+ 0.67996E-01 wt.% ZnVa)
(580.00 C, 1 atm, FCC_A1, a=0.82010)

+ 0.00000 gram ( 97.066 wt.% MgAl
+ 2.9341 wt.% MgZn)
(580.00 C, 1 atm, PHI, a=0.47835)
Mole fraction of sublattice constituents in PHI:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 6.0000
-----
Al 0.98237 Stoichiometry = 5.0000
Zn 0.17633E-01

+ 0.00000 gram ( 0.60930 wt.% MgAlAl
+ 22.770 wt.% MgMgAl
+ 0.19234E-01 wt.% MgZnAl
+ 1.9862 wt.% MgAlMg
+ 74.085 wt.% MgMgMg
+ 0.63723E-01 wt.% MgZnMg
+ 0.11983E-01 wt.% MgAlZn
+ 0.45511 wt.% MgMgZn
+ 0.32514E-03 wt.% MgZnZn)
(580.00 C, 1 atm, ALMG_GAMMA, a=0.79836)
Mole fraction of sublattice constituents in ALMG_GAMMA:
Mg 1.0000 Stoichiometry = 10.000
-----
Al 0.24988E-01 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.97452
Zn 0.49322E-03
-----
Al 0.22654 Stoichiometry = 24.000
Mg 0.77067
Zn 0.27858E-02

+ 49.414 gram ( 3.6927 wt.% Al2Va
+ 96.249 wt.% Mg2Va
+ 0.58527E-01 wt.% Zn2Va)
(580.00 C, 1 atm, HCP_A3)

+ 0.00000 gram Al30Mg23_almg<eps>
(580.00 C, 1 atm, S1, a=0.17515E-19)

```

Figure II.16 - Compilation pour l'alliage AZ91D à 8.3%Al et 0.35%Zn à une température T=580°C.

## ANNEXE III

## ANALYSE D'IMAGES AU CLEMEX®

- Chargement d'une image de la région de l'échantillon à analyser, voir figure III.8

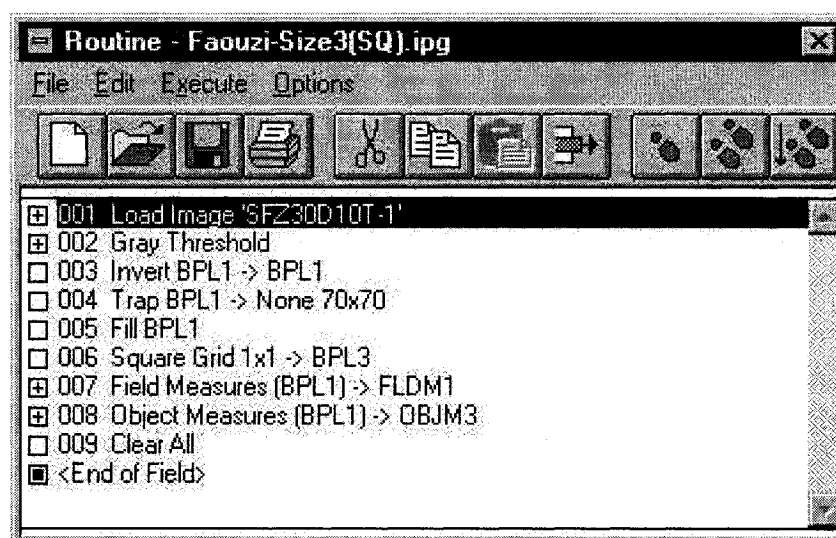


Figure III.1 Chargement de l'image à analyser.

- Isolation des particules de phase primaire  $\alpha(\text{Mg})$  en changeant la couleur de la phase liquide

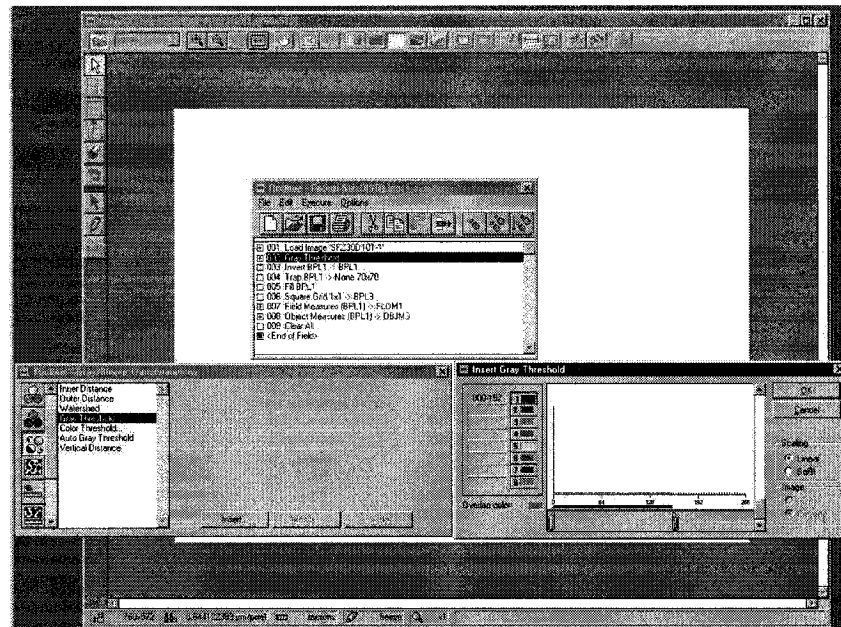


Figure III.2 Changement de couleur de la phase liquide.

- Retour de la couleur de la phase liquide et changement de couleur de la phase solide

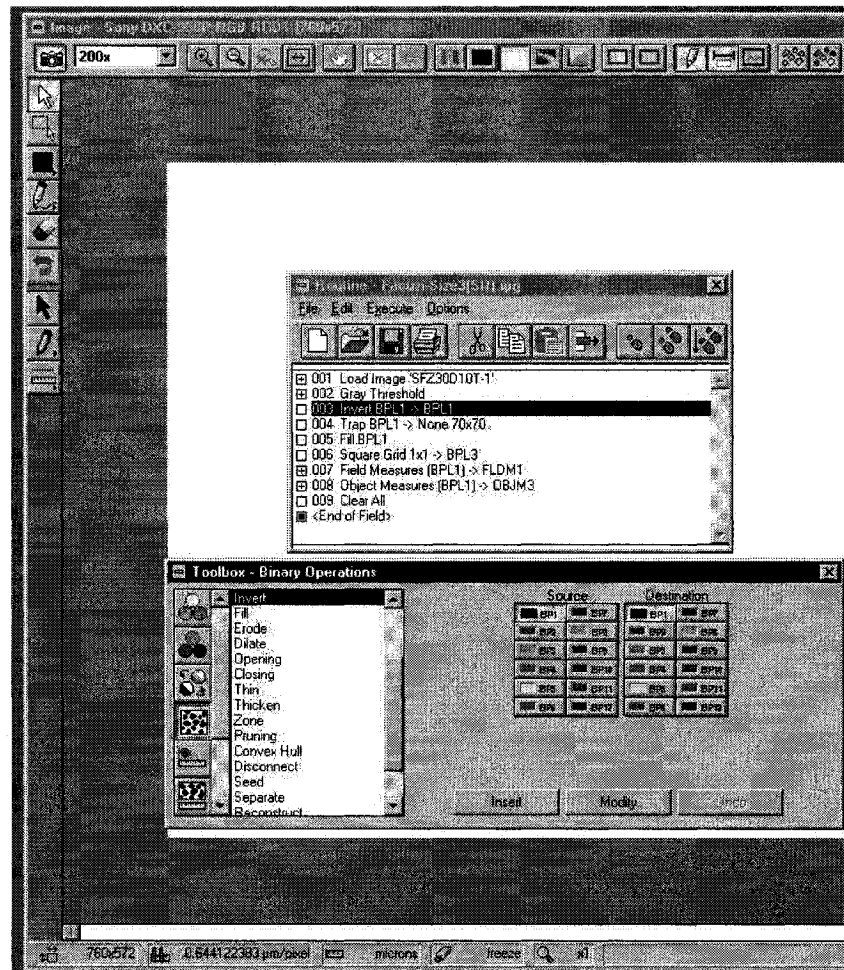


Figure III.3 Inversion des couleurs des phases solide et liquide.

- Mise en quarantaine des particules solides trop petites de la phase liquide

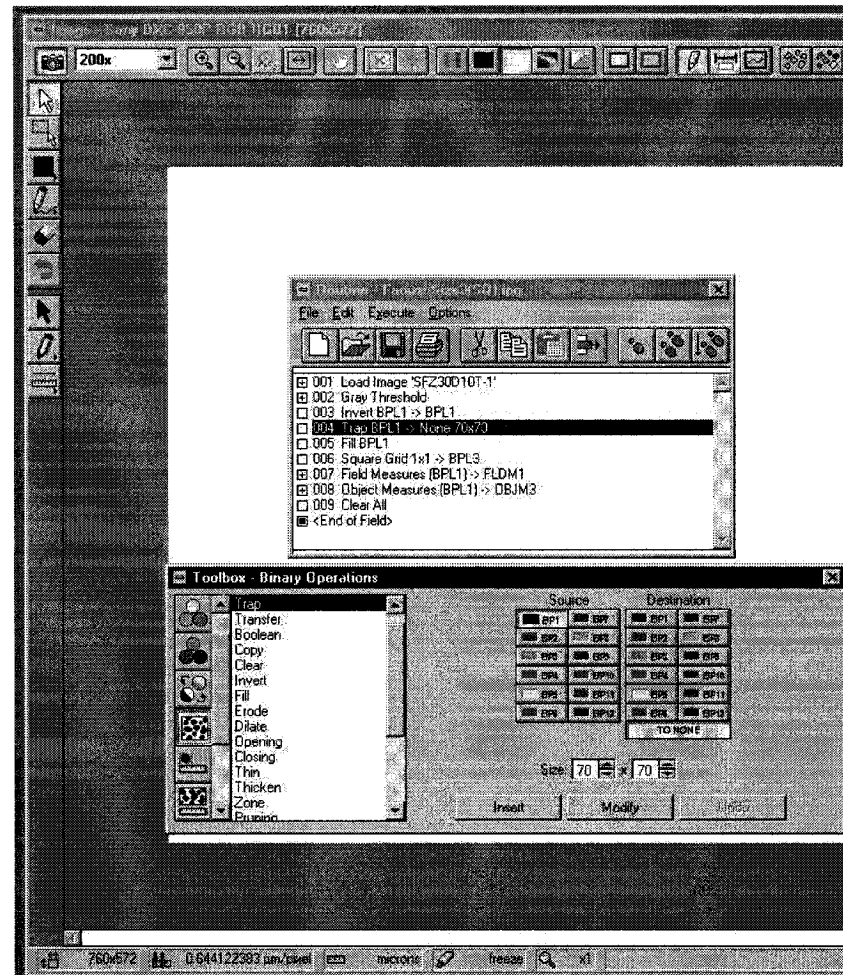


Figure III.4 Suppression des particules de taille négligeable.

- Remplissage du vide dans les particules selectionnées ainsi que du liquide piégé dans la particule même

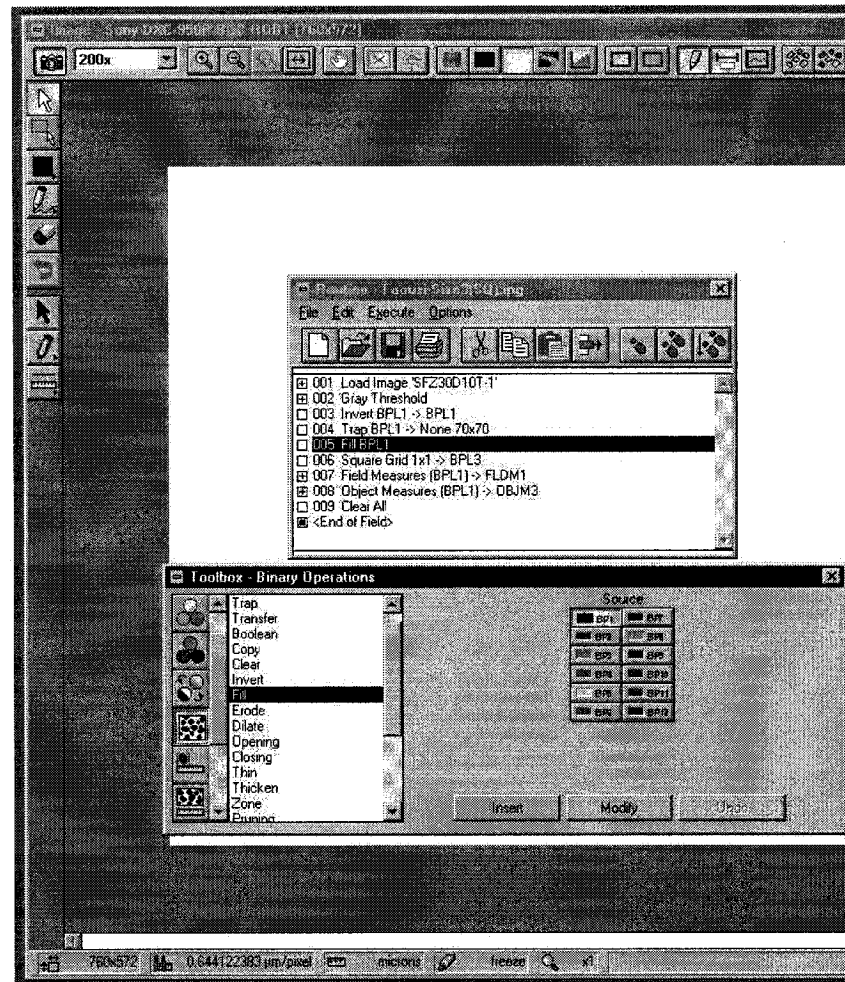


Figure III.5 Remplissage du vide dans la particule solide  $\alpha(\text{Mg})$ .

- Traçage de la zone d'étude, sur laquelle se fera le calcul des paramètres  $D_m$  et  $f_{sl}$

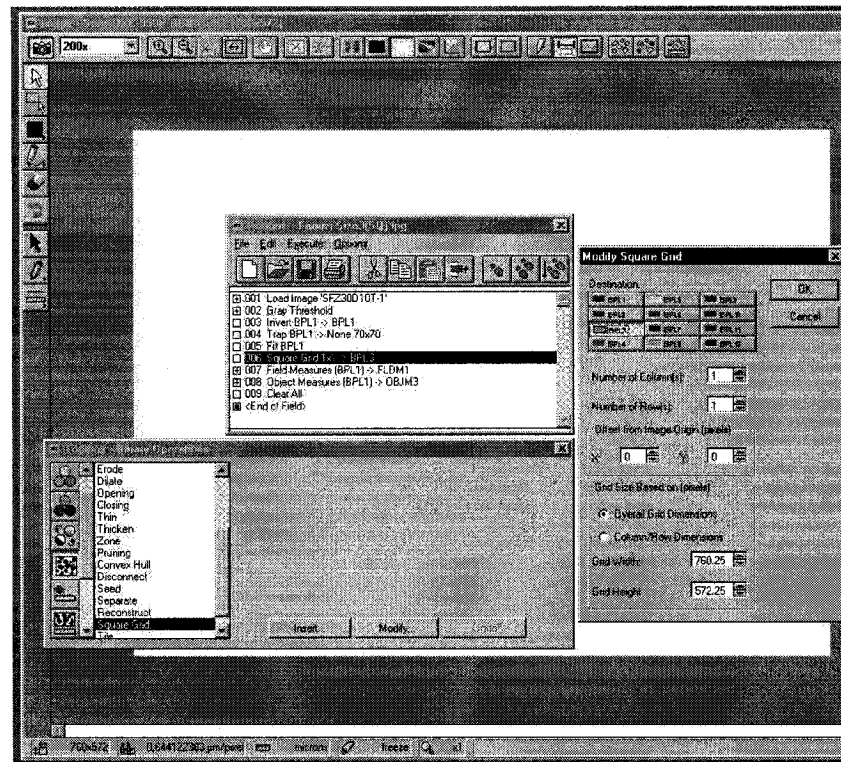


Figure III.6 Traçage de la zone d'étude.

- Choix des paramètres d'études  $D_m$  et  $f_{sl}$

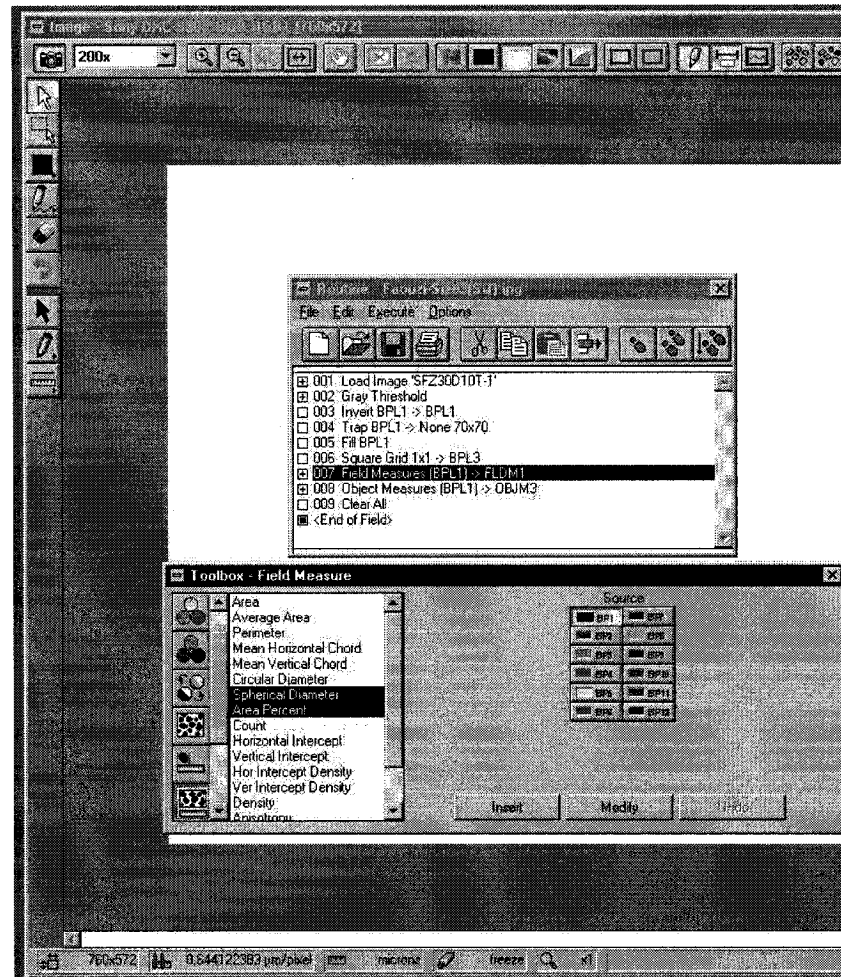


Figure III.7 Choix des paramètres  $D_m$  et  $f_{sl}$ .



- Fin de la routine pour l'image d'études

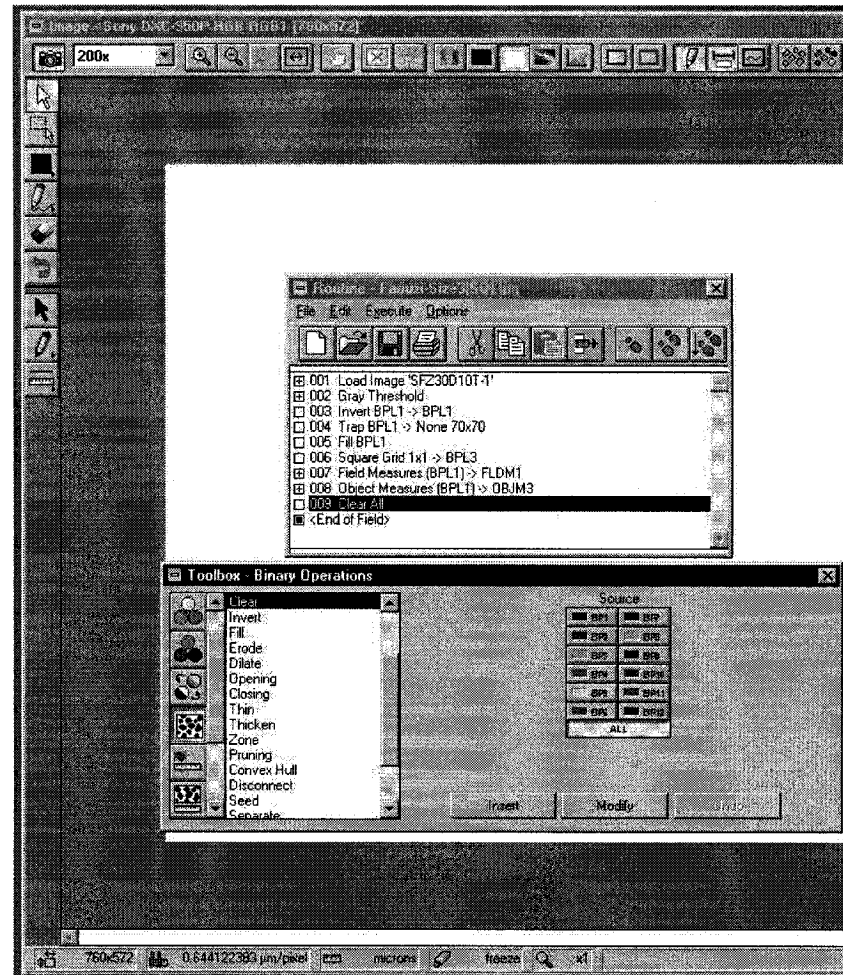


Figure III.8 Fin du programme d'analyse d'image.