

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

**MICROSTRUCTURES ET PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES D'ALLIAGES DE
MAGNÉSIUM MIS EN OEUVRE PAR THIXOMOULAGE**

JEAN-FRANÇOIS DIONNE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE

**MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)**

MAI 2007

© Jean-François Dionne, 2007



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: 978-0-494-35678-4

Our file Notre référence

ISBN: 978-0-494-35678-4

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

Ce mémoire intitulé:

MICROSTRUCTURES ET PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES D'ALLIAGES DE
MAGNÉSIUM MIS EN ŒUVRE PAR THIXOMOULAGE

présenté par: DIONNE Jean-François

en vue de l'obtention du diplôme de: Maîtrise ès sciences appliquées

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

M. TURENNE Sylvain, Ph.D., président

M. AJERSCH Frank, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. BROCHU Mathieu, Ph.D., membre

«La sagesse commence dans l'émerveillement.»

«Tout ce que je sais, c'est que je ne sais rien.»

– Socrate

REMERCIEMENTS

Premièrement, je tiens à remercier le Professeur Frank Ajersch de m'avoir pris sous son aile et de m'avoir fait confiance pour contribuer au démarrage du projet de thixomoulage. Je le remercie également pour tout le savoir qu'il m'a transmis, tant académique qu'au niveau humain. Il est à mes yeux un modèle, un mentor, une personne que j'admire et en qui j'ai énormément d'estime. Je suis fier d'avoir participé à l'avancement de ses travaux et je ne garderai que de bons souvenirs de mon passage dans son équipe.

Je veux également remercier le Professeur Sylvain Turenne pour l'éveil de ma passion pour la solidification, la fonderie et de ce qui s'y rattache. Merci, surtout, pour une discussion en particulier qui a fait naître l'idée du développement du chapitre 4.

Un grand merci aux professeurs du programme de génie des matériaux. La formation qu'ils m'ont dispensé a été de la plus grande qualité. Ils ont tous contribué au bagage de connaissances que j'ai accumulé au cours des 7 dernières années et je les remercie pour leurs efforts quotidiens à s'assurer que nous réussissions au meilleur de nos capacités. Vous méritez bien plus que ce qui arrive au programme en ce moment.

Merci à mon collègue Faouzi avec qui j'ai travaillé et appris beaucoup de choses surtout dans le laboratoire. Merci également à Fred, Myriam et Aurélie, mes colocataires de bureau, avec qui j'ai eu d'innombrables discussions qui nous ont fait perdre passablement de temps. Par contre, elles nous ont permis d'apprendre entre autres choses, ce qu'est la ferrite bêta. Ils ne nous l'enseignent pas celle là!

Un énorme merci à nos techniciennes, ô combien précieuses, Josée et Carole. Merci pour les millions de scans/photos et pour les heures passées à arranger nos montages et nous aider dans nos travaux pratiques. Merci pour les petites discussions "hors école" qui nous font changer d'air.

Merci à mes parents et à mon petit frère sans qui je ne serais pas là et de qui je reçois énormément d'amour. Vous m'avez encouragé depuis ma tendre enfance et forcé à

étudier pour rapporter des résultats. Vous m’avez aussi appris que “Quand on veut, on peut!” Eh bien, ma réussite vous est dédiée! Merci aussi pour le soutien, et la compréhension d’oublier parfois une date importante lors de périodes plus difficiles, non pas qu’elles perdaient de l’importance à mes yeux, mais bien que les choses s’empilent rapidement dans ma petite tête.

Merci à ma moitié d’orange, l’amour que je suis allé cueillir au beau milieu du vieux continent. Eliane, tu m’as supporté dans mes moments les plus bas et tu as su m’encourager pour que je surmonte les obstacles les plus difficiles. Merci.

Finalement, un grand merci à GMag International, Husky Injection Molding Systems et le CRSNG pour leur support financier.

RÉSUMÉ

Le thixomoulage est un procédé de mise en oeuvre du magnésium à l'état semi-solide (i.e. œuvrant entre le liquidus et le solidus) à haute cadence de production. La matière première se présente sous forme de copeaux qui sont presque totalement fondus puis injectés à très grande vitesse dans un moule.

Ce travail de maîtrise a pour objectifs de comprendre comment les paramètres d'opération d'une presse industrielle de thixomoulage influencent les propriétés mécaniques des pièces produites, et de faire avancer les connaissances sur les procédés de mise en forme des métaux à l'état semi-solide. L'alliage de référence qui est utilisé pour les études de solidification est le AZ91D. Il est ensuite comparé au AM60 et à une série d'alliages à haute résistance au fluage.

Des essais de refroidissement continu sont réalisés en laboratoire sur l'alliage AZ91D pour comprendre comment la turbulence influence la microstructure. De plus, des essais d'injections à l'état liquide de spirales de coulabilité sur une presse industrielle de thixomoulage sont analysés pour mieux comprendre les phénomènes thermiques et hydrodynamiques dans le moule. Ces deux types d'essais montrent d'une part, la globulisation de la structure de croissance avec l'intensification de l'agitation et, d'autre part, la compétitivité entre les mécanismes de germination et de croissance. Un nouveau développement est proposé pour expliquer comment la turbulence agit sur la cinétique de solidification. Il repose sur la combinaison d'un critère de stabilité d'interface et d'un coefficient de diffusion modifié.

Des éprouvettes de traction sont également mises en oeuvre à l'aide de la presse industrielle de thixomoulage sous différentes conditions de vitesses et de fraction de solide. Les vitesses d'injections rapides donnent généralement les meilleures propriétés mécaniques, alors que ces dernières décroissent généralement avec l'augmentation de la fraction de solide. L'alliage AZ91D a les meilleures propriétés mécaniques avec environ 7-8% de fraction de solide où il présente un allongement maximal de 8%.

L'alliage AM60 présente ses propriétés maximales à la fraction de solide la plus basse testée, soit à 3-4% avec un l'allongement de 14%. Les alliages à haute résistance au fluage ont été beaucoup plus difficiles à mouler à cause des limites de températures d'opérations de la presse de thixomoulage.

ABSTRACT

Thixomolding[®] is a high speed semi-solid process for making magnesium parts where magnesium chips are partially molten (between the liquidus and solidus temperatures) and injected at high velocity into a mold.

The objectives of this master's project are to understand how the processing parameters affect the mechanical properties of thixomolded components and to advance the knowledge on semi-solid metal processing using this technology. The alloy studied as a reference for the understanding the solidification aspects is AZ91D. This alloy is then compared with AM60 and a series of alloys developed for high temperature creep resistance.

Continuous cooling solidification tests were performed in lab on AZ91D under different conditions to study the evolution of the microstructure. Flow spirals were then thixomolded at a temperature just over the liquidus to investigate the thermal and hydrodynamic phenomena during moulding. These two solidification tests show the spheroidization of the solidifying particles with increased turbulence. It was also observed that there is a competition between the nucleation and growth mechanisms during solidification. An innovative development is proposed to explain how turbulence can modify the kinetics of solidification by combining an interface stability criterion with a "new expression" for the diffusion coefficient.

Tensile test-bars were also thixomolded at different injection velocities and solid fractions. Higher velocities generally yield higher mechanical properties but they generally decrease with increasing solid fraction. The best combination of properties for the AZ91D alloy was achieved at 7-8 percent solid fraction, yielding a maximum elongation of 8%. In the case of the AM60 alloy, the best properties were obtained at the lowest solid fraction tested of 3-4%, with an elongation of 14%. The creep resistant alloys were much more difficult to mold because of the temperature limitation of the thixomolding machine.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE	iv
REMERCIEMENTS	v
RÉSUMÉ	vii
ABSTRACT	ix
TABLE DES MATIÈRES	x
LISTE DES FIGURES	xiii
LISTE DES TABLEAUX	xviii
LISTE DES NOTATIONS ET DES SYMBOLES	xix
LISTE DES ANNEXES	xxii
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	4
1.1 Mise en contexte	4
1.2 Évolution des concepts sur la solidification non-dendritique	4
1.3 Principes fondamentaux de la solidification	7
1.3.1 Condition thermodynamique de la solidification	7
1.3.2 Germination	10
1.3.3 Croissance	12
1.3.4 Surfusion structurale	13
1.4 Caractéristiques des alliages de magnésium utilisés	18
1.4.1 Alliages conventionnels	20

1.4.2	Alliages à haute résistance au fluage	21
1.5	Le procédé de thixomoulage	22
1.5.1	Formation de la structure globulaire	24
1.5.2	Paramètres d'opérations	24
1.5.3	Propriétés mécaniques	25
1.6	Autres procédés à l'état semi-solide	27
CHAPITRE 2 MÉTHODE EXPÉRIMENTALE		30
2.1	Fonderie en laboratoire	30
2.2	Thixomoulage	32
2.2.1	Spirales de coulabilité	33
2.2.2	Éprouvettes de traction	34
2.3	Propriétés mécaniques	35
2.4	Préparation métallographique	36
2.5	Analyse d'image	37
CHAPITRE 3 RÉSULTATS ET ANALYSES		39
3.1	Rhéocoulées en laboratoire	39
3.2	Spirales de coulabilité	39
3.2.1	Écoulement et dispersion de la fraction de solide	39
3.2.2	Évolution morphologique de la fraction de solide	46
3.3	Éprouvettes de traction	47
3.3.1	Caractéristiques d'injection	47
3.3.2	Ségrégation de la fraction de solide	52
3.3.3	Propriétés mécaniques	57
3.3.3.1	Alliage AZ91D	57
3.3.3.2	Alliage AM60	59
3.3.3.3	Alliages à haute résistance au fluage	61
3.3.3.4	Généralités	63

CHAPITRE 4	DISCUSSION GÉNÉRALE	65
4.1	Stabilité de l'interface solide/liquide	65
4.2	Effets de la convection	68
4.3	Évolution de la morphologie de solidification	70
CONCLUSION		74
RÉFÉRENCES		78
ANNEXES		83

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1	Viscosité apparente d'un alliage Al-6.5Si avec 40% de fraction de solide et ayant différentes microstructures [9]	6
Figure 1.2	Représentation bi-dimensionnelle de la structure du liquide à un instant t illustrant la présence d'agrégats compacts [19]	8
Figure 1.3	Formation d'un germe solide au sein du liquide [19]	9
Figure 1.4	Variation de l'enthalpie libre associée à la formation d'un agrégat sphérique de rayon r [19]	10
Figure 1.5	Taille comparative de germes homogène et hétérogène qui ont atteint le rayon critique r^* [19]	11
Figure 1.6	Flux de chaleur et distribution de la température pour les solidifications colonnaire (a et c) et equiaxe (b et d) [25] . . .	13
Figure 1.7	Diagramme d'équilibre Al-Mg calculé avec FactSage [26] . . .	14
Figure 1.8	Équilibre solide/liquide: composition chimique du premier solide à se former	15
Figure 1.9	Profils thermiques réel et de liquidus dans le liquide devant l'interface solide/liquide en solidification directionnelle [25] . .	16
Figure 1.10	Changements de morphologies de solidification liés à la surfusion structurale plus ou moins importante [27]	17
Figure 1.11	Gradients thermiques réels et de liquidus devant un front de solidification (modifiée de [19])	19
Figure 1.12	Schéma d'une machine de Thixomoulage fabriquée par Husky [31]	23
Figure 1.13	Variation de la distance entre les bras secondaires des dendrites en fonction du temps de solidification [25]	27
Figure 1.14	Propriétés mécaniques et distance entre les bras secondaires des dendrites d'un alliage coulé en fonction de la distance de la paroi [25]	28

Figure 1.15	Schéma d'une machine de moulage à double vis d'extrusion [23]	29
Figure 1.16	Maître-cylindres de freins fabriqués par thixo-forgeage [41] . .	29
Figure 2.1	Schéma du montage de viscosimétrie pour l'étude de croissance en laboratoire.	30
Figure 2.2	Photo de la presse de thixomoulage à l'Institut des Matériaux Industriels (IMI-CNRC) de Boucherville	32
Figure 2.3	Schéma du moule avec ses inserts	33
Figure 2.4	Exemples de tests de fluidité utilisés en remplissage rapide (a) et en remplissage lent (b), dimensions en mm [27]	35
Figure 2.5	Dimensions pour les éprouvettes de traction fabriquées par coulée sous pression [44]	36
Figure 3.1	Évolution de la morphologie de la fraction solidifiée de AZ91D à différentes vitesses d'agitation: a. 64 RPM, b. 128 RPM, c. 256 RPM et d. 512 RPM. (50X, barette 400 μm)	40
Figure 3.2	Évolution des facteurs de forme des particules solides avec l'accroissement de la vitesse d'agitation lors de la solidification.	40
Figure 3.3	Spirale de coulabilité produite par thixomoulage et identifica- tion des coupes pour observations métallographiques.	41
Figure 3.4	Évolution de la microstructure le long de la spirale de coulabil- ité: distance séparant l'attaque de la section observée a. 10 cm, b. 70 cm, c. 100 cm, d. 148 cm.	42
Figure 3.5	Représentation schématique de l'écoulement soumis à l'accélération centripète dans une spirale.	43
Figure 3.6	Évolution de la fraction de solide mesurée avec un logiciel de traitement de l'image.	44
Figure 3.7	Position de la fraction solide dans les sections transversales de la spirale de coulabilité.	45

Figure 3.8	Évolution de la taille moyenne et du facteur de forme F_2 des particules le long de la spirale.	46
Figure 3.9	Modélisation numérique du remplissage de la barre de traction: 7,6 ms (a.) et 9,2 ms (b.) après le début de l'injection [46]. . .	49
Figure 3.10	Éprouvette de traction partiellement remplie montrant le remplissage torsadé.	50
Figure 3.11	Capture d'écran du panneau de contrôle de la machine de thixomoulage illustrant un exemple de graphe d'injection. . .	51
Figure 3.12	Variations des propriétés de l'alliage AZ91 en fonction de la vitesse du piston d'injection.	51
Figure 3.13	Micrographies de l'alliage AZ91D injecté à 580°C et à différentes vitesses d'injection: a. 0,1 m/s (Section 13 de la figure 3.14), b. 0,5 m/s (Section 11 de la figure 3.14) et c. 4,0 m/s (Section 11 de la figure 3.14).	52
Figure 3.14	Représentation de l'axe de coulée et identification des sections observées.	53
Figure 3.15	Variation de la fraction de solide le long de l'axe de coulée pour deux éprouvettes, injection à 580°C ($f_s \approx 32\%$).	55
Figure 3.16	Décalage de la fraction de solide dans la section réduite des éprouvettes de traction produites par thixomoulage par rapport aux valeurs du diagramme d'équilibre Al-Mg.	55
Figure 3.17	Micrographies du “ <i>plug catcher</i> ” illustrant l'accumulation de particules de solide.	56
Figure 3.18	Limite conventionnelle d'élasticité et résistance à la traction de l'alliage AZ91D en fonction de la fraction de solide.	58
Figure 3.19	Allongement à la rupture de l'alliage AZ91D en fonction de la fraction de solide.	59

Figure 3.20	Limite conventionnelle d'élasticité et résistance à la traction de l'alliage AM60 en fonction de la fraction de solide.	60
Figure 3.21	Allongement à la rupture de l'alliage AM60 en fonction de la fraction de solide.	61
Figure 3.22	Micrographies des sections réduites d'éprouvettes de traction d'alliages à haute résistance au fluage montrant l'appauvrissement en aluminium par l'ajout de terres-rares: a. AE63 et b. AJ62.	62
Figure 4.1	Perturbation de l'interface solide/liquide	66
Figure 4.2	Taux de développement d'une perturbation à une interface en état de surfusion structurale [25]	67
Figure 4.3	Évolution du nombre de Sherwood en fonction de la vitesse terminale de la particule et de son diamètre ($D = 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{s}$)	70
Figure 4.4	Simulation des sauts des atomes par une méthode Monte-Carlo, la probabilité des longs sauts est augmentée de (a) vers (c) [14]	72
Figure 4.5	Simulation de la morphologie de solidification en fonction de la vitesse de croissance V et de la vitesse du fluide v_∞ [15]	73
Figure 4.6	Globulisation de la phase primaire pour différents taux de cisaillement (vitesse d'agitation) dans le liquide, (a) $\dot{\gamma} = 0 \text{ s}^{-1}$, (b) $\dot{\gamma} = 41 \text{ s}^{-1}$, (c) $\dot{\gamma} = 3625 \text{ s}^{-1}$ [14]	73
Figure I.1	Diagramme d'équilibre Al-Mg [49]	83
Figure I.2	Diagramme d'équilibre Mg-Zn [49]	83
Figure I.3	Diagrammes d'équilibre Al-Ba et Mg-Ba [49]	84
Figure I.4	Diagrammes d'équilibre Al-Ca et Mg-Ca [49]	84
Figure I.5	Diagrammes d'équilibre Al-Ce et Mg-Ce [49]	85
Figure I.6	Diagrammes d'équilibre Al-Gd et Mg-Gd [49]	85
Figure I.7	Diagrammes d'équilibre Al-La et Mg-La [49]	86
Figure I.8	Diagrammes d'équilibre Al-Sr et Mg-Sr [49]	86
Figure I.9	Diagrammes d'équilibre Al-Y et Mg-Y [49]	87

Figure I.10	Diagrammes d'équilibre Al-Yb et Mg-Yb [49]	87
-------------	--	----

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1	Teneurs en éléments d'alliage (% massique) des nuances commerciales de magnésium [28]	21
Tableau 1.2	Propriétés mécaniques de l'alliage AZ91 pour différents procédés de fonderie – Moule en sable et moule permanent: état T4; Coulée sous pression (CSP) et thixomoulage: état brut de fonderie	26
Tableau 3.1	Propriétés mécaniques des alliages à haute résistance au fluage mis en forme par thixomoulage.	62
Tableau 3.2	Propriétés comparatives pour l'alliage AZ91.	63
Tableau 3.3	Propriétés comparatives pour l'alliage AM60.	63
Tableau 3.4	Propriétés comparatives des alliages AJ62, AE63 et MRI-153.	64

LISTE DES NOTATIONS ET DES SYMBOLES

d :	Diamètre
f :	Facteur de friction
f_s :	Fraction volumique de solide
r :	Rayon
k :	Coefficient de partage de l'alliage binaire ($k = C_s/C_l$)
k_{tm} :	Coefficient de transfert de masse
m :	Pente du liquidus d'un diagramme d'équilibre binaire
v :	Vitesse du fluide
v_∞ :	Vitesse terminale d'une particule dans un écoulement
x, y, z :	Positions cartésiennes
A :	Allongement à la rupture
C_0 :	Concentration initiale de l'alliage
$C_{1,2\text{ et }3}$:	Constantes quelconques
C_l :	Concentration en soluté dans le liquide
$C_{l,c}$:	Gradient de concentration critique en soluté dans le liquide
C_p :	Chaleur spécifique
C_s :	Concentration en soluté dans le solide
D :	Coefficient de diffusion
D_{eff} :	Coefficient de diffusion effectif
F :	Facteur de forme
L :	Longueur du tube
$L_{v,f}$:	Chaleur latente volumique de fusion
N_A :	Nombre de particules
P :	Périmètre
R_e :	Limite conventionnelle d'élasticité
R_h :	Rayon hydraulique moyen

R_m :	Résistance à la traction
Re :	Nombre adimensionnel de Reynolds
S :	Surface
S_V :	Densité volumique de surface d'interface solide/liquide
Sc :	Nombre adimensionnel de Schmidt
Sh :	Nombre adimensionnel de Sherwood
T_f :	Température de fusion (K)
T_l :	Profil de température de liquidus dans le liquide devant l'interface solide/liquide
$T_{l,c}$:	Gradient de température critique de liquidus
T_r :	Gradient réel de température dans le liquide
V :	Vitesse d'avancement de l'interface solide/liquide
γ_{SL} :	Tension de l'interface solide/liquide
ε :	Amplitude des l'oscillations des perturbations de l'interface solide/liquide
λ :	Longueur d'onde des l'oscillations des perturbations de l'interface solide/liquide
μ :	Viscosité
π :	Constante de proportionnalité entre le périmètre et le diamètre d'un cercle 3,1416
ρ :	Densité
ω :	Période des oscillations des perturbations de l'interface solide/liquide
Γ :	Coefficient de Gibbs-Thompson ($= \gamma_{SL}/\Delta s_f$)
Δs_f :	Entropie volumique de fusion

ΔG_r :	Variation de l'enthalpie libre associée à la formation d'une germe de taille r
ΔG_v :	Variation de l'enthalpie libre associée à la création de volume
ΔH_f :	Chaleur latente de fusion
ΔP :	Différence de pression
ΔT :	Surfusion (différence entre la température de fusion et la température réelle)
Φ :	Degré de surfusion

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE I	DIAGRAMMES D'ÉQUILIBRE	83
ANNEXE II	CALCULS MATHÉMATIQUES	88
II.1	Chaleur de solidification pour le calcul de l'espacement des bras de dendrites secondaires	88
II.2	Longueur de la spirale	89

INTRODUCTION

Suite à l'ouverture des marchés liée à la mondialisation, la compétitivité des entreprises est devenue un enjeu majeur afin d'assurer leur survie. Certaines ont su maximiser les économies tout en assurant la constance de la qualité alors que d'autres, qui n'ont pas fait preuve de prévoyance, sont tombées au front avec l'arrivée des nouveaux bassins de production. La situation nécessite d'autant plus d'intérêt puisqu'un nouveau facteur entre en jeu: l'environnement. Il faut donc que l'industrie actuelle se modernise et fasse preuve d'ingéniosité pour économiser l'énergie tant dans les étapes de production, qu'au niveau des consommateurs.

L'industrie d'aujourd'hui se doit alors de miser sur des technologies de pointe. La fabrication de composants plus légers tout en ayant de bonnes propriétés mécaniques est maintenant devenue un facteur clé dans le développement des produits, notamment dans le domaine des transports. Dans cette perspective d'unir légèreté et résistance, les alliages à l'état semi-solide peuvent jouer un rôle prépondérant. Cette technologie permet de faire des économies énergétiques considérables parallèlement à un impact positif sur la qualité des produits finis. Ainsi, les produits sont de meilleure qualité et coûtent moins cher à fabriquer.

Au fil des temps, bon nombre de découvertes ont été fortuites ou, simplement, le résultat d'observations méticuleuses. Le cas des alliages métalliques à l'état semi-solide est en effet la combinaison des deux. Au début des années '70, une équipe du MIT découvre que si un alliage métallique liquide est agité lors de sa solidification, la structure conserve une bonne fluidité même à des fractions de solide de l'ordre de 50%. Le phénomène, très subtil au départ, a tout de même débouché sur un nouvel axe de recherche qui, depuis, a pris beaucoup d'ampleur. En effet, les caractéristiques microstructurales de ces métaux permettent de les mettre en forme à des températures

entre le liquidus et le solidus. Ils peuvent ainsi se comporter comme des solides et/ou des liquides selon le besoin.

Bien qu'ils ne remplaceront probablement jamais tous les procédés de mise en oeuvre, les avantages d'opérer à l'état semi-solides peuvent être considérables dans certaines applications. En opérant sous le liquidus, ils permettent d'économiser de l'énergie en fonderie puisqu'il n'est pas nécessaire de faire fondre tout le métal. En opérant au-dessus du solidus, ils permettent de diminuer les forces de déformation pour les procédés tels le forgeage, l'extrusion ou le laminage. Également, dans les deux cas, des économies sont réalisées pour l'outillage qui est moins sollicité et nécessite donc moins d'entretien (matrices, moules, rouleaux, etc.).

Les procédés à l'état semi-solide se divisent en deux catégories selon la façon qu'est obtenue la pâte métallique. Si le métal est entièrement fondu puis refroidi à la température fixant la fraction de solide, on qualifie le procédé de "rhéo". Par ailleurs, si le métal ne fond jamais entièrement, on le dit de type "thixo". Ainsi, il est possible de retrouver des expressions telles "rhéocoulée" ou "thixoforgeage".

Un de ces procédés à l'état semi-solide est le thixomoulage. C'est un procédé d'injection de magnésium développé par la compagnie Thixomat (MI, USA). Deux fabricants sont licenciés pour produire des presses industrielles de thixomoulage: Husky Injection Molding Systems (Husky) et Japan Steel Works (JSW). Ces presses sont destinées à assurer de très hautes cadences de production, elles permettent de fabriquer de pièces ayant une excellente stabilité dimensionnelle et ne nécessitant que quelques opérations de finition. L'intérêt de l'industrie envers ce procédé est donc très important. En contrepartie, les presses d'injection demandent des investissements énormes qui doivent rapidement être rentabilisés. Ainsi, la recherche fondamentale sur le procédé est rare puisqu'elle nécessite d'interrompre les cycles de production. Pour palier ce manque, l'École Polytechnique de Montréal a récemment acquis une

telle machine pour la consacrer presque entièrement à la recherche.

Les objectifs de ce projet de maîtrise sont de poser les premiers fondements de connaissances sur la technologie du thixomoulage et de comprendre les mécanismes de base sur lesquels miser pour les travaux à venir. Ceci englobe surtout de déterminer l'influence des paramètres d'opération de la machine sur les microstructures et les propriétés mécaniques des pièces moulées. Aussi, plus globalement, il est souhaitable de pouvoir contribuer à l'avancement des connaissances sur les technologies des métaux à l'état semi-solide, plus particulièrement sur la formation de la structure non-dendritique.

Le premier chapitre dresse un portrait de la technologie des alliages à l'état semi-solide en commençant par un historique de la technologie. Ensuite il est question de solidification, un aspect fondamental pour comprendre l'obtention d'une structure idéale à l'état semi-solide à partir du liquide. Ceci découle sur les différents alliages de magnésium utilisés et les caractéristiques de ces derniers. Finalement, ce premier chapitre se termine sur les procédés de thixomoulage et de fabrication à l'état semi-solide. Le deuxième chapitre concerne la méthodologie, il décrit les appareils et montages utilisés et les conditions sous lesquelles il a été possible d'obtenir les résultats. Le troisième illustre les résultats obtenus et présente les analyses qui en découlent. Les aspects de solidification et de caractéristiques mécaniques sont au coeur de l'analyse. Le quatrième chapitre, quant à lui, propose sur la base des observations faites, un nouveau formalisme pour expliquer la croissance non-dendritique. Puis viennent, finalement, les conclusions et les recommandations d'axes vers lesquels orienter les futurs travaux de recherche sur le thixomoulage à l'École Polytechnique.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1 Mise en contexte

Les procédés à l'état semi-solide sont, par définition, l'élaboration entre le liquidus et le solidus des alliages métalliques. Les diagrammes d'équilibre, bien qu'ils soient indispensables pour nous indiquer les températures d'opération, ne peuvent nous donner que la nature chimique et les proportions des phases en présence à l'équilibre. Or la morphologie de la phase primaire, qui a une grande influence sur les propriétés mécaniques et de mise en œuvre, n'est pas décrite dans de tels diagrammes. Ainsi, la formation de la structure doit être contrôlée en complémentarité à la fraction de solide pour s'assurer de tirer le plus grand profit des caractéristiques des alliages à l'état semi-solide.

La formation de la structure semi-solide se fait via deux routes. La première depuis l'état liquide et, la seconde, depuis le solide. Dans le premier cas, l'agitation du bain de métal liquide modifie la cinétique à l'interface solidifiée, il s'agit des procédés "rhéo". Dans le deuxième cas, les mécanismes sont d'origine thermo-mécaniques et misent sur la refonte des joints de grains issus de la recristallisation [1], ce sont les procédés dits "thixo".

1.2 Évolution des concepts sur la solidification non-dendritique

Dans sa revue, Fan arrive à la conclusion que tout mécanisme pour expliquer les microstructures semi-solides doit traiter de deux aspects: d'une part l'affinement

de la taille des grains et, d'autre part, la transition morphologique [2]. Alors que le premier se trouve à être du domaine de la germination, le second concerne la structure en croissance et le mûrissement.

Les premiers à proposer un modèle phénoménologique sont les pères du semi-solide au MIT: Flemings et ses collaborateurs [3, 4, 5, 6, 7, 8]. Lors de leurs essais sur la fissuration à chaud, ils ont observé qu'un mélange métallique conserve une excellente fluidité même à des températures plus basses que le liquidus. Suite à ce résultat surprenant, ils ont conduit une multitude de tests pour constater que la morphologie de la phase solide se globulise avec l'intensification de l'agitation lors du refroidissement, et qu'une morphologie plus globulaire diminue la viscosité apparente pour une même fraction de solide. La figure 1.1 montre ces variations de viscosité avec le taux de cisaillement et la morphologie des particules. Ainsi, le mélange solide-liquide dont les particules sont sphéroïdales s'écoule beaucoup plus facilement que lorsque les particules sont de type "rosette". Les caractéristiques rhéologiques de ces mélanges ou gelées semi-solides, sont la combinaison d'une variation de la viscosité en fonction du taux de cisaillement (comportement pseudoplastique) et d'une variation en fonction du temps d'application de ce taux de cisaillement (thixotropie).

Le moyen par lequel les pères des métaux à l'état semi-solide expliquent la présence de globules est la maturation des cristaux équiaxes par la minimisation de l'énergie d'interface qui favorise un arrondissement avec le temps. Par contre, ce mécanisme n'explique pas l'augmentation de la quantité de grains dans la masse solidifiée avec agitation. Flemings suggère alors quelques voies à explorer pour adresser ce problème [9]. Les mécanismes les plus prometteurs sont le détachement des bras secondaires par refusion des racines due à la saturation en soluté, ou le détachement des bras secondaires pliés sous l'influence du mouvement du liquide [10]. Il a été montré, pour ce dernier cas, que le liquide pouvait exercer un moment de flexion suffisamment grand pour générer des dislocations. L'empilement de ces dislocations

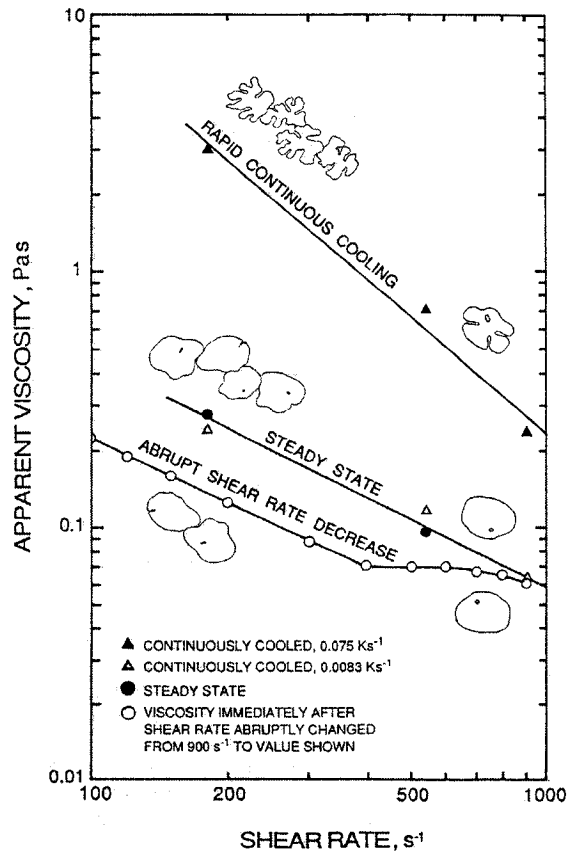


Figure 1.1 Viscosité apparente d'un alliage Al-6.5Si avec 40% de fraction de solide et ayant différentes microstructures [9]

peut créer une désorientation cristallographique suffisamment grande pour permettre de générer une nouvelle interface solide/liquide. Peu importe la nature des grains, ces deux voies ont le potentiel d'augmenter la quantité de grains qui évolueront vers un morphologie sphéroïdale par la diminution d'énergie de surface. Globalement, ces mécanismes dépendent de la génération de dendrites colonnaires qui vont se briser sous quelconque effet. Malgré leur simplicité, ces modèles n'arrivent toutefois pas à adresser la formation de rosettes et de globules sphéroïdaux que l'on peut retrouver sous certaines conditions opératoires; les changements de phases rapides des procédés actuels ne laissant que peu de temps à la globulisation naturelle de se manifester.

Les travaux de Fan sur le rhéomoulage à vis double (*twin screw rheomoulding*, TSRM) montrent que, même au tout début de la solidification sous forte convection, il est possible de n'observer que des globules sphéroïdaux [11]. C'est cette constatation qui a motivé Fan à proposer que le mécanisme de globulisation soit davantage axé sur la croissance d'une part, et sur la germination d'autre part. Suivant les modèles analytiques de stabilité d'interfaces proposés par Vogel et Cantor en 1977 [12, 13], les recherches se sont tournées vers les simulations numériques pour tenter de voir comment la convection peut influencer la morphologie de croissance. Plusieurs méthodes numériques sont utilisées en faisant surtout appel à la stochastique ou à une couche limite de diffusion [14, 15, 16, 17, 18]. Les simulations montrent bien le phénomène de globulisation de particules avec l'intensification de l'agitation mais il manque toujours une explication plus fondamentale du phénomène.

1.3 Principes fondamentaux de la solidification

Le phénomène de la solidification passe par trois grandes étapes: l'agglomération des atomes, la formation d'un germe stable et, finalement, la croissance de ce germe. Chacun de ces aspects est décrit dans cette section pour arriver à la compréhension de la globulisation.

1.3.1 Condition thermodynamique de la solidification

La solidification est un phénomène physico-thermo-chimique du passage de l'état liquide vers l'état solide de la matière. Cette définition peut paraître simpliste mais, en fait, elle lie l'aspect physique du passage d'un état vers l'autre à la force qui incite le phénomène à se produire: le potentiel thermo-chimique. Cette force motrice est la différence d'enthalpie libre entre les deux états. Ainsi, la transformation sera d'autant

plus favorisée à mesure que la différence d'enthalpie libre sera grande entre l'état solide et liquide. La nature étant “paresseuse”, elle suit généralement les principes de la thermodynamique qui veut qu'elle tente par tous les moyens de minimiser sa propre énergie. Ainsi, à une température plus basse que le point de fusion, l'enthalpie libre du solide est inférieure. Au-dessus du point de fusion, c'est celle du liquide qui est inférieure.

La transition de l'état liquide vers l'état solide ne se fait pas sans heurts. En effet, il y a une séquence d'événements qui mènent à la formation de solide et chaque étape freine le processus. L'agitation atomique dans le liquide fait en sorte qu'à chaque instant, les atomes entrent en collision les uns avec les autres. À mesure que la température diminue, l'intensité de ces agitations diminue également. Ainsi, quelques atomes peuvent éventuellement se trouver, pendant un très bref instant, dans une configuration compacte formant un agrégat, ou *cluster* en anglais, tel que représenté par les cercles rayés à la figure 1.2. De tels agrégats ne sont cependant pas éternellement stables, c'est à dire qu'il y a un mécanisme qui permet de déterminer s'ils sont suffisamment grand pour que les atomes restent “accrochés” les uns aux autres ou, s'ils sont trop petits et vont tout simplement se dissocier.

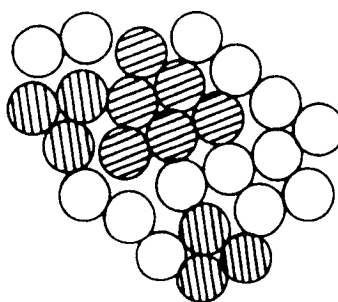


Figure 1.2 Représentation bi-dimensionnelle de la structure du liquide à un instant t illustrant la présence d'agrégats compacts [19]

Ce mécanisme est une condition de stabilité thermodynamique, c'est à dire que le

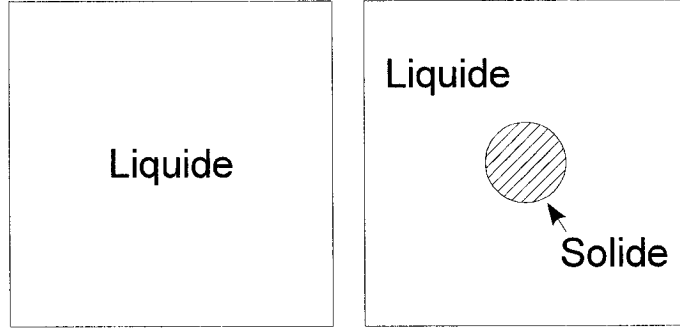


Figure 1.3 Formation d'un germe solide au sein du liquide [19]

système tendra à toujours minimiser son énergie. Considérons un certain volume de liquide au sein duquel se forme un agrégat organisé d'atomes tel qu'illustré à la figure 1.3. En formant un tel agrégat, il y a création de surface et une transformation de volume. La création de surface demande de l'énergie alors que la transformation du volume en libère. Ces deux composantes sont respectivement proportionnelles aux puissances carrée et cubique du rayon de l'agrégat. Lorsque la variation de volume n'arrive pas à fournir suffisamment d'énergie pour compenser la demande de la surface, l'agrégat se dissocie et “refond”. Par contre, si la variation de volume fournit plus d'énergie que nécessaire à la création de surface, l'agrégat est plus stable et devient un germe de solide. L'expression de la variation de l'enthalpie libre associée à la formation d'un agrégat de taille r au sein du liquide peut s'exprimer de la façon suivante, et représentée à la figure 1.4:

$$\Delta G_r = 4\pi r^2 \gamma_{SL} - \frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_v \quad (1.1)$$

Cette fonction présente un maximum à atteindre pour que l'agrégat soit stable et reste regroupé. Sur la figure 1.4, il s'agit de r^* . Passé cette limite inférieure, l'agrégat est stable et devient ainsi un germe solide. L'expression qui régit le rayon critique dépend de la tension de surface γ_{SL} , de la température absolue de fusion du métal en

question T_f , la chaleur latente volumique de fusion $L_{v,f}$ et de la surfusion ΔT :

$$r^* = \frac{2\gamma_{SL}T_f}{L_{v,f}\Delta T} \quad (1.2)$$

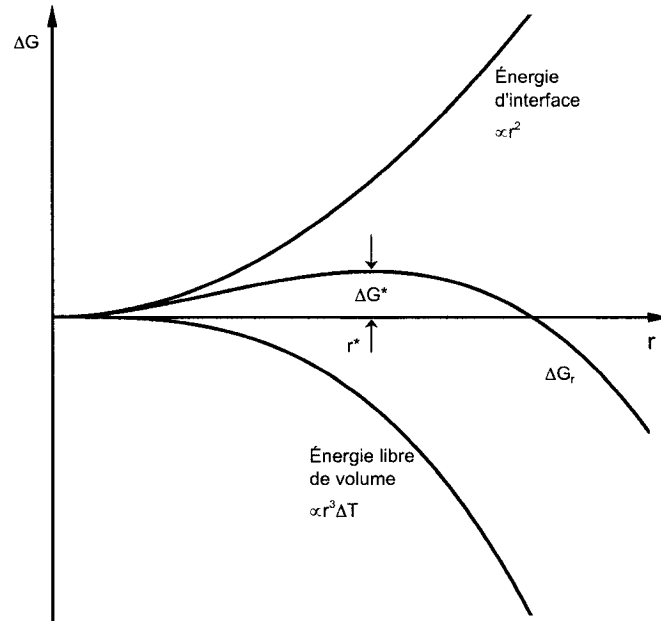


Figure 1.4 Variation de l'enthalpie libre associée à la formation d'un agrégat sphérique de rayon r [19]

1.3.2 Germination

Lorsque les valeurs de certains métaux sont rapportées dans l'équation de 1.2, il faut que l'agglomérat soit considérablement grand pour devenir un germe. Pour de faibles surfusions cela se traduit par des agglomérats dont le rayon est de l'ordre de plusieurs dizaines, voire centaines de microns! Ceci représente des millions d'atomes, or il est fréquent de retrouver des germes et même des grains (germes qui on crût) beaucoup plus petit. Dans les faits, il y a deux types de germination: l'une dite homogène et l'autre, hétérogène. Ce qui distingue les deux c'est que le premier type,

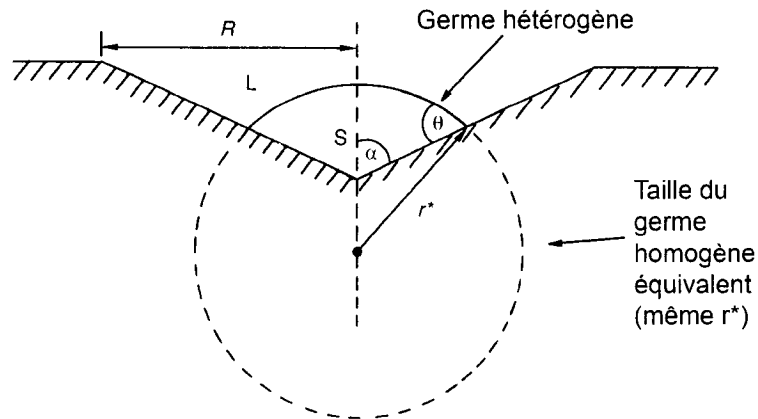


Figure 1.5 Taille comparative de germes homogène et hétérogène qui ont atteint le rayon critique r^* [19]

la germination homogène, se produit au sein du liquide, alors que la germination hétérogène se produit au contact du liquide et d'une interface solide déjà présente dans le liquide (p.ex. inoculant, moule, corps étranger, inclusion, oxyde, etc.).

Lorsque qu'un liquide entre en contact avec un solide, ce dernier se fait plus ou moins bien mouiller par le liquide en fonction de la tension de surface qui s'équilibre aux frontières des différents états. Ainsi, on dit qu'un liquide "mouille" bien un solide (ou sa propre phase solide) si l'angle de contact au joint liquide-solide-"X" (où X est l'inoculant, le moule, etc.) est inférieur à 90 degrés. Un faible angle de mouillage facilite la germination en venant diminuer la valeur de ΔG^* de la figure 1.4. La façon par laquelle la germination sur un solide étranger ou non est facilitée est illustrée à la figure 1.5. Ainsi, en diminuant l'angle α , le rayon critique est conservé même si la quantité de matière nécessaire diminue elle aussi puisque l'angle de mouillage reste inchangé. Plus la quantité de matière est petite, plus la probabilité est grande que ces atomes soient, pendant un très court laps de temps arrangés en un agrégat dense dans le fond de la cavité, augmentant ainsi la probabilité de former des germes.

Dans les procédés semi-solides passant par la phase liquide (procédés rhéo-), l'effet de l'agitation sur la germination est mal connu. Plusieurs chercheurs [20, 21, 22] ont observé de légères fluctuations en changeant le niveau de convection sans toutefois entrer dans des régimes turbulents. Parallèlement, d'autres recherches en régime turbulent [11, 23, 24, 14] montrent que la germination n'est que très peu influencée par une forte convection. L'expression mathématique de ce taux de germination contient un terme exponentiel qui se manifeste très brusquement et qui dépend surtout de paramètres reliés à la fréquence de vibration des atomes, l'énergie d'activation de la diffusion dans le liquide, la surface du germe critique, l'enthalpie libre critique de germination et la température [19]. Cette constatation permet de croire que la globulisation est un phénomène lié davantage à la croissance qu'à la germination.

1.3.3 Croissance

Le mode de croissance est principalement dicté par l'orientation de l'extraction de chaleur. On distingue donc la croissance colonnaire de la croissance équiaxe. Dans le premier cas, l'extraction de la chaleur se fait en sens opposé à la croissance via le solide (p. ex. à la paroi d'un moule, techniques Bridgman ou Czochralski). Dans le cas équiaxe, l'extraction de la chaleur est dans le même sens que la croissance, c'est à dire que la chaleur est extraite via le liquide. La figure 1.6 représente bien les différences entre les deux modes de croissance et la direction relative des flux de chaleur respectifs (q).

L'apparition de solide est due, tel que présenté dans la section précédente, à la stabilité de la phase solide par rapport au liquide. Une façon de synthétiser l'information sur la stabilité des phases d'un mélange de deux éléments est de représenter les domaines d'existence des phases en fonction de la température et de la composition chimique par un diagramme d'équilibre tel qu'illustré à la figure 1.7. Sur de tels diagrammes, on

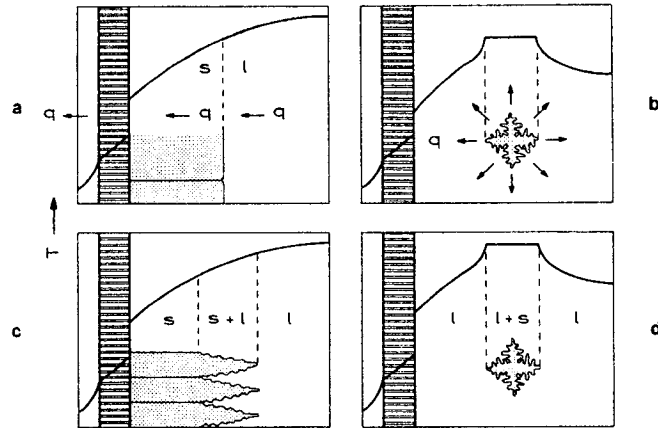


Figure 1.6 Flux de chaleur et distribution de la température pour les solidifications colonnaire (a et c) et equiaxe (b et d) [25]

remarque qu'à une température constante les solides en équilibre avec le liquide n'ont pas la même concentration (figure 1.8). Donc afin de se former, les germes de solide doivent se "débarrasser" des atomes en trop en les rejetant à l'extérieur du volume en transformation. Avec l'avancement de la croissance, il y a création d'un empilement de soluté devant l'interface qui viendra jouer un rôle capital sur la morphologie du solide, tant en croissance colonnaire que équiaxe.

1.3.4 Surfusion structurale

Les alliages commerciaux contiennent en général une multitude d'éléments chimiques en différentes proportions afin d'améliorer leurs propriétés par rapport aux métaux purs. Les proportions massiques sont tout aussi variées, ainsi les alliages métalliques peuvent ne contenir que quelques pour cents jusqu'à plusieurs dizaines de pour cents en masse d'éléments d'alliages. Or, cette variation chimique influence grandement la cinétique et les relations entre les différents mécanismes en jeu lors de la solidification. À titre d'exemple, la figure 1.6 illustre, en plus des deux types de croissance, la

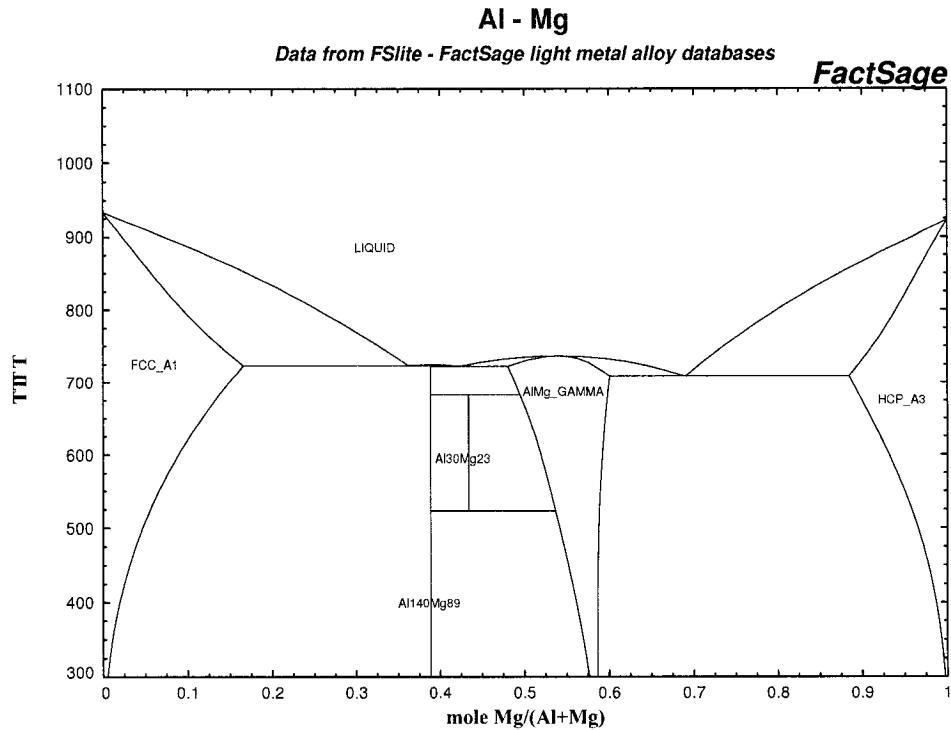


Figure 1.7 Diagramme d'équilibre Al-Mg calculé avec FactSage [26]

différence entre les métaux purs (a et b) et les alliages métalliques (c et d). Cette différence est peut-être subtile à première vue mais elle est capitale du point de vue des propriétés qui en découlent.

La solidification produit un solide dont la concentration est plus faible que le liquide duquel il est issu. Les flèches de la figure 1.8 montrent bien ce phénomène. En d'autres mots, on "consomme" du solvant en transformant le liquide en solide. Ceci revient à dire que le liquide s'appauvrit en solvant, donc que le liquide se concentre en soluté. Même si le diagramme d'équilibre prévoit que le solide s'enrichisse graduellement avec la diminution de la température et l'avancement de la solidification, il est tout de même raisonnable de supposer que cette homogénéisation se fait sur une échelle de temps beaucoup plus grande que la période de temps lors des étapes de mise en œuvre industrielles. Ce rejet forme alors un enrichissement de soluté devant l'interface

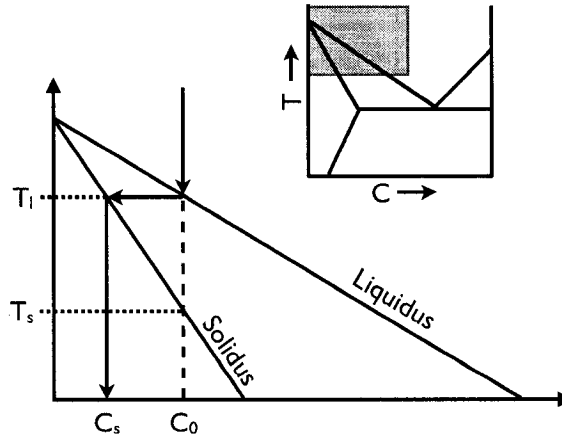


Figure 1.8 Équilibre solide/liquide: composition chimique du premier solide à se former

solide/liquide qui doit être normalement équilibrée par le mécanisme de diffusion dans le liquide. Or l'interface avance à un rythme plus grand que ce que la diffusion peut accommoder et continue de rejeter du soluté, créant ainsi un empilement solutal. Cet empilement s'intensifie à l'interface solide/liquide et diminue graduellement vers la masse (*bulk*) du liquide créant un gradient de concentration en soluté. L'expression du gradient de concentration à l'interface ($x = 0$) est donnée par l'équation suivante [25]:

$$\left(\frac{dC_l}{dx} \right)_{x=0} = \frac{dC_{l,c}}{dx} \equiv C_{l,c} = -\frac{VC_0(k^{-1} - 1)}{D} \quad (1.3)$$

où V est la vitesse de propagation de l'interface solide/liquide, C_0 est la concentration nominale de l'alliage, k est le coefficient de partage ($k = C_s/C_l$) et D est le coefficient de diffusion du soluté dans le solvant à l'état liquide. Ce gradient est aussi appelé gradient critique de concentration.

En combinant la valeur du gradient critique de concentration en soluté devant l'interface solide/liquide avec la pente du liquidus du diagramme d'équilibre approprié (figure 1.9), il est possible de tracer un profil de température de liquidus (T_{liq}) devant

l'interface dans le liquide. Cette température sera plus basse où la concentration en soluté est élevée et augmentera avec la diminution de la concentration vers la masse du liquide. En multipliant l'expression du gradient de concentration devant l'interface solide/liquide par la pente du liquidus ($-m$, supposé linéaire), on obtient le gradient critique de température du liquidus devant l'interface.

$$\frac{dT_{l,c}}{dx} \equiv T_{l,c} = \frac{mVC_0(k^{-1} - 1)}{D} \quad (1.4)$$

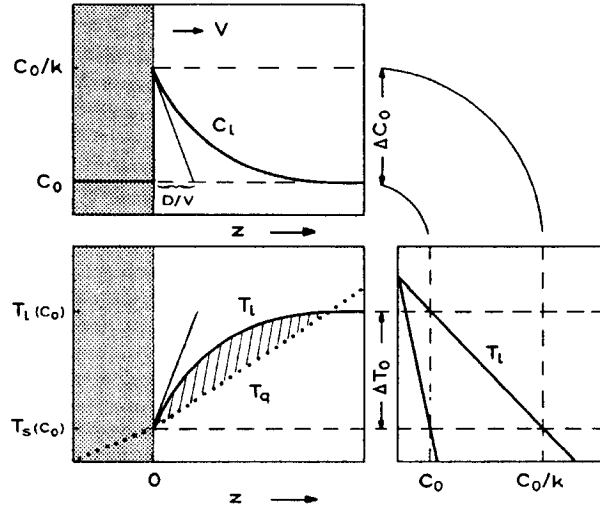


Figure 1.9 Profils thermiques réel et de liquidus dans le liquide devant l'interface solide/liquide en solidification directionnelle [25]

C'est en comparant ce gradient critique de température de liquidus dans le liquide, avec le gradient thermique réel (T_r) à l'interface solide/liquide qu'il sera possible de prédire la morphologie que prendra le solide. Dans le cas de la solidification directionnelle, l'extraction de la chaleur se fait par le solide qui peut être, par exemple, la surface d'un moule. La grandeur de ce gradient thermique sera positive vers la masse du liquide ($T_{r,col} > 0$). Si le gradient thermique réel est supérieur au gradient critique de liquidus, l'interface est stable et une croissance planaire sera observée.

Par contre, si le gradient thermique réel passe sous le gradient critique de liquidus, le liquide est dit en état de “sursaturation structurale” et l’interface solide/liquide est instable. Selon les cas, différentes morphologies seront observées tel qu’illustré à la figure 1.10.

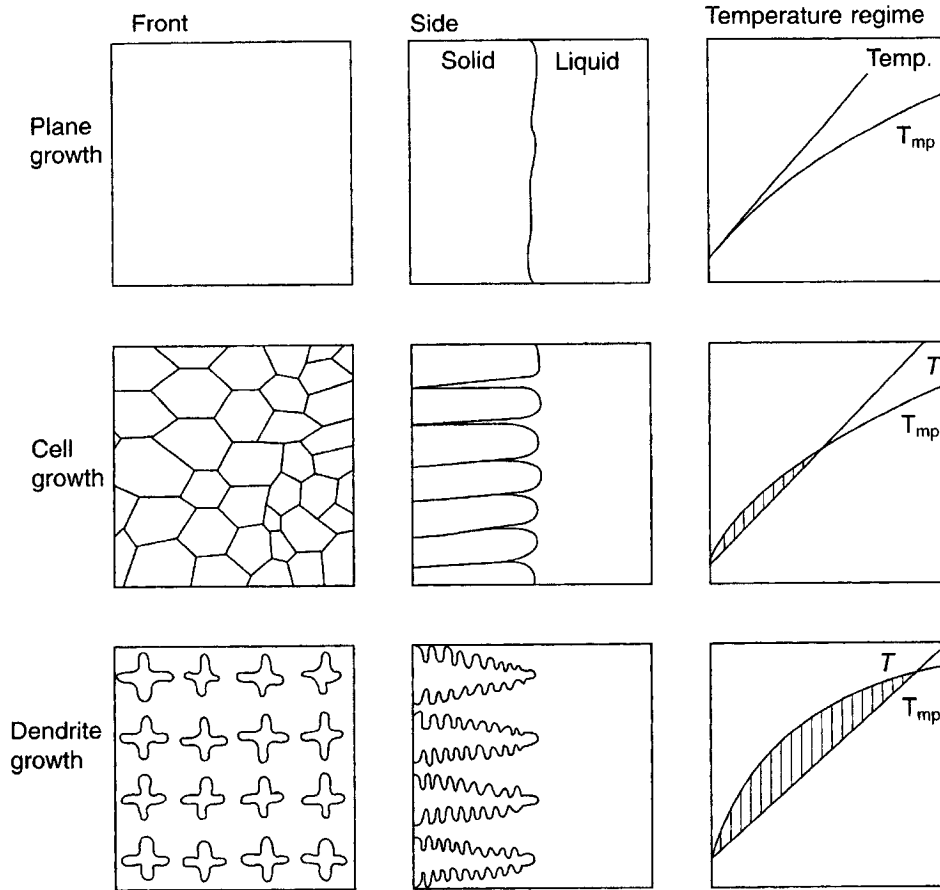


Figure 1.10 Changements de morphologies de solidification liés à la sursaturation structurale plus ou moins importante [27]

La différence entre le gradient critique de liquidus et le gradient thermique réel se nomme le degré de sursaturation (Φ). Mathématiquement, cette grandeur est exprimée de la façon suivante:

$$\Phi = T_{l,c} - T_r \quad (1.5)$$

Globalement, si le degré de surfusion est positif, le liquide est en état de surfusion et rend l'interface instable. À l'opposé, si le degré de surfusion est négatif, l'interface est stable. Cette instabilité de l'interface peut donner une certaine appréciation de la morphologie de croissance. Ainsi, un grand degré de surfusion positif produira une morphologie de type dendritique (figure 1.10 bas) et un moins grand degré de surfusion positif mènera à une morphologie davantage de type cellulaire (figure 1.10 milieu). Enfin, si le degré de surfusion est nul ou négatif, une interface plane devrait être conservée (figure 1.10 haut).

Dans le cas de la solidification équiaxe, il n'y a pas autant de latitude. En effet, à la figure 1.6 (page 13) on remarque que l'extraction de la chaleur dans le cas de la solidification équiaxe se fait via le liquide. Le gradient thermique réel à l'interface solide/liquide d'un grain équiaxe ($T_{r,eq}$) est donc toujours négatif et cela se traduit par un degré de surfusion qui sera toujours positif. Une fois superposés comme à la figure 1.11, les différences entre les gradients thermiques réels et de liquidus des deux cas sont plus appréciables.

Puisque le degré de surfusion est toujours grandement positif dans le cas de la solidification équiaxe, l'interface est instable due à la grande surfusion structurale et forme des grains à morphologie dendritique. Comment expliquer alors la morphologie globulaire obtenue lors de la solidification équiaxe avec une forte agitation? Une nouvelle approche est développée dans la discussion générale de cet ouvrage.

1.4 Caractéristiques des alliages de magnésium utilisés

Les avantages des procédés à l'état semi-solide sont liés à la présence d'une seconde phase lors de la mise en oeuvre. En contrôlant la morphologie et la fraction volumique des phases, il est possible d'optimiser les propriétés mécaniques. Pour y arriver, il

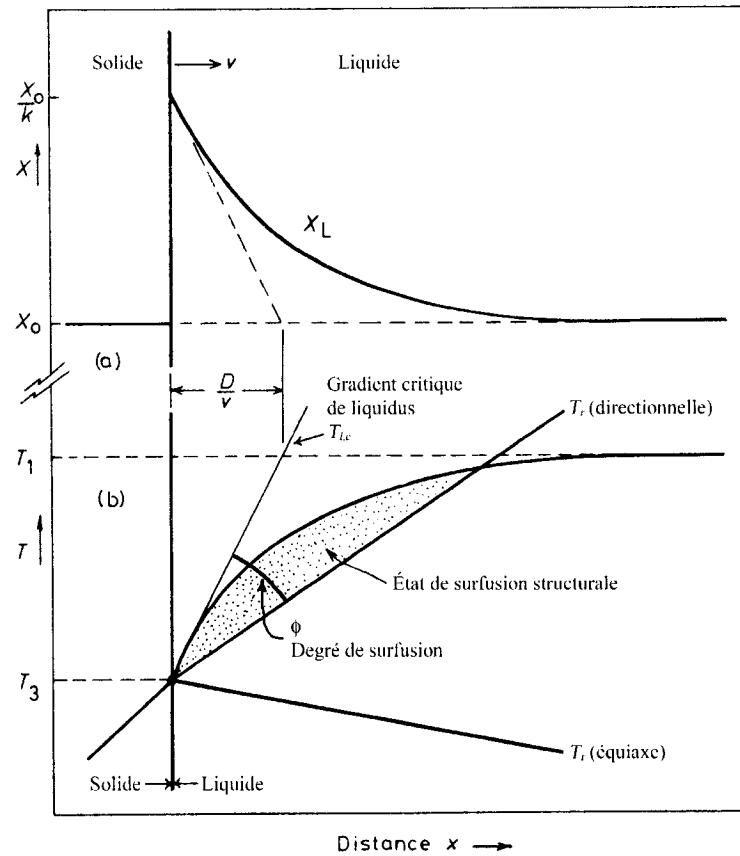


Figure 1.11 Gradients thermiques réels et de liquidus devant un front de solidification (modifiée de [19])

faut que les alliages se prêtent bien au contrôle de la fraction volumique de solide, c'est à dire qu'il faut qu'une faible variation de la température entraîne une faible variation de la fraction de solide. Ce principe peut paraître simple à première vue mais le contrôle de température est un aspect des plus déterminant dans les procédés semi-solide et, de surcroît, très difficile à maîtriser. Ainsi, il est primordial que les légères fluctuations de température, qui sont inévitables à l'échelle des procédés, aient le moins d'impact possible sur l'évolution de la fraction de solide.

La caractéristique qui doit être satisfaite par les différents alliages utilisés, ou qui sont en développement, est l'intervalle de solidification. Cette grandeur est la différence de

température entre le liquidus et le solidus de l'alliage utilisé. En utilisant la règle des segments inverses au liquidus, la fraction de solide est nulle alors qu'au solidus, elle est de 100%. Toutes les autres valeurs de fractions de solide se trouvent donc entre ces températures limites. Agrandir cet intervalle permet plus de souplesse quant à l'obtention d'une valeur bien précise de fraction de solide. Bien que les thermocouples peuvent facilement avoir une précision de l'ordre du dixième de degré, s'assurer que la température dans un procédé de fonderie varie de moins de 1 degré est tout un défi. Il est donc primordial que les alliages destinés à être mis en œuvre à l'état semi-solide aient un intervalle de solidification le plus grand possible.

L'intervalle de solidification dépend de la composition chimique et des caractéristiques de mélange de l'alliage. En effet, les mélanges à faible solubilité ou présentant une démixtion des liquides ne sont pas propices à la technologie semi-solide. Ainsi, dans le cas d'un alliage binaire à un seul point eutectique, la différence entre le liquidus et le solidus est très faible près des éléments purs et augmente avec l'addition de soluté. L'intervalle sera également influencé par la composition de l'eutectique. Il faut donc trouver un compromis entre la facilité de mise en œuvre dictée par la chimie, et les propriétés qui en découlent.

1.4.1 Alliages conventionnels

Les alliages de magnésium utilisés en thixomoulage sont les mêmes que ceux utilisés en coulée sous pression. Les plus populaires sont les alliages AZ91D, AM60 et AM50. Les deux premières lettres de la désignation de l'alliage indiquent les deux éléments principaux d'alliage et les deux chiffres, leur teneur massique respective. Les compositions chimiques des alliages mentionnés sont données dans le tableau 1.1. Ces alliages sont essentiellement composés de 5 à 9% d'aluminium, d'environ 0,5% de manganèse et de moins de 1% de zinc.

Tableau 1.1 Teneurs en éléments d’alliage (% massique) des nuances commerciales de magnésium [28]

Alliages	Al	Mn	Zn	$T_{liquidus}$	ΔT
AM50	4,4-5,4	0,26-0,6	0,22	621°C	68°C
AM60	5,5-6,5	0,24-0,6	0,22	616°C	75°C
AZ91D	8,3-9,7	0,15-0,5	0,35-1,0	596°C	125°C

ΔT : intervalle de solidification ($T_{liquidus} - T_{solidus}$)

L’aluminium et le zinc entrent en solution solide dans le magnésium, augmentant ainsi la limite conventionnelle d’élasticité (R_e) et la résistance à la traction (R_m). Par contre, ces deux éléments réduisent l’allongement à la rupture. De plus, le zinc augmente la microporosité. Le manganèse, quant à lui, joue un rôle important dans la résistance à la corrosion en neutralisant les éléments nocifs à cette propriété comme le fer, le nickel et le cuivre. La variante “D” de l’alliage AZ91 est la quatrième nuance de la série. Elle est dite de “haute pureté” en ayant de très faibles tolérances en Fe, Ni, et Cu par rapport aux versions qui l’ont précédé (A, B et C). Les diagrammes d’équilibre Al-Mg et Mg-Zn se trouvent à l’annexe I.

1.4.2 Alliages à haute résistance au fluage

Des essais sont en cours pour utiliser les alliages à haute résistance au fluage de Noranda, Norsk-Hydro (NH) et Dead Sea Magnesium (DSM) dont les dénominations sont respectivement AJ, AE et MRI. Les compositions chimiques sont mal cataloguées mais se situent dans les 4 à 7% d’aluminium et 2 à 4% de strontium et/ou terres rares. Noranda utilise le strontium comme modificateur de structure alors que NH et DSM utilisent un mélange de terres rares *mischmetal* (métal mélangé en allemand). Ces mélanges peuvent être composés de différentes teneurs en lanthanides, calcium, yttrium, strontium, etc. L’idée directrice derrière la conception de ces alliages repose sur la nature des intermétalliques qui se forment. Ces éléments ont

en effet l'avantage de former des intermétalliques stœchiométriques très stables avec l'aluminium, comparativement à ceux qu'ils peuvent former avec le magnésium. Cette formation d'intermétalliques permet d'éviter la formation de la phase γ ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$) qui est responsable de la piètre performance en fluage des alliages de magnésium [29, 30].

En regardant de plus près les diagrammes d'équilibre de l'aluminium avec les éléments mentionnés plus haut et les autres éléments de la même famille, on remarque qu'il y a formation d'intermétalliques de type Al_nX_m très stables à haute température (Al_4Ba , Al_2Ca , Al_2Ce , Al_4Sr , Al_2Gd_3 , Al_2Er , Al_2Y , etc.). Ces composés sont beaucoup plus stables que ceux formés avec le magnésium et un indice de cette stabilité est le point de fusion nettement plus élevé avec l'Al qu'avec le Mg. Quelques diagrammes d'équilibre se trouvent à l'annexe I et permettent de comparer la nature des intermétalliques formés avec l'Al et le Mg.

1.5 Le procédé de thixomoulage

Le thixomoulage (*Thixomolding*®) est un procédé d'injection métallique qui est inspiré du moulage des polymères. La grande différence entre les appareils destinés aux polymères et ceux destinés au magnésium est la nécessité de chauffer le métal pour le faire fondre. En effet, les polymères ne nécessitent que rarement de chauffage externe car la dissipation visqueuse, à elle seule, est généralement suffisamment importante pour atteindre les températures d'opération. La presse d'injection est schématisée à la figure 1.12.

La presse est d'abord composée d'un système d'alimentation (*hopper*) des granules de magnésium avec protection gazeuse d'argon à contre courant. Le *hopper* alimente la vis sans fin qui a trois fonctions. La première consiste à faire avancer la charge dans le baril chauffant. La seconde est d'appliquer un cisaillement important sur la

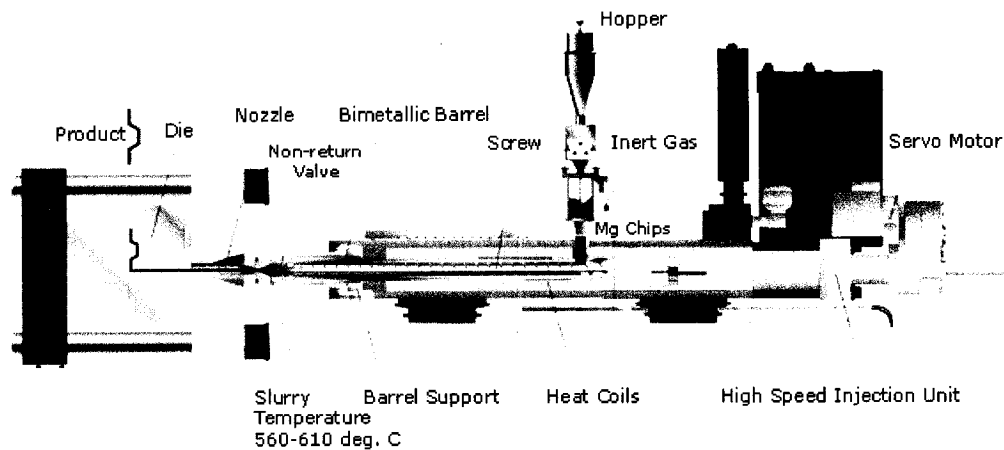


Figure 1.12 Schéma d'une machine de Thixomoulage fabriquée par Husky [31]

masse métallique pour obtenir une structure globulaire, uniformiser la température et uniformiser la chimie. Finalement, elle injecte la masse semi-solide dans le moule à très haute vitesse. La prochaine partie de la machine est le moule ayant la géométrie voulue. Pour terminer, deux bras robotisés saisissent les pièces produites et appliquent l'agent démoulant sur les surfaces du moule lorsque ce dernier est ouvert. Ce procédé de fabrication présente plusieurs avantages sur les procédés de coulée sous pression conventionnels:

- Procédé près des cotes nécessitant peu d'opérations d'usinage post production;
- Températures d'opérations sous le liquidus:
 - Économie d'énergie pour le chauffage du métal (il n'est pas nécessaire de fondre tout le métal);
 - Cadences de production plus élevées (moins grande quantité de chaleur à extraire);
- Retrait de solidification moins important;

- Amélioration des propriétés mécaniques;
- L'atmosphère d'Ar ne présente pas les dangers liés à l'environnement et à la santé du SF_6 .

1.5.1 Formation de la structure globulaire

Dans le procédé de thixomoulage, la structure globulaire est obtenue en faisant refondre partiellement des copeaux ou granules de magnésium jusqu'à la température fixant la fraction solide désirée. Le mécanisme de formation des globules repose sur la taille des dendrites ou des grains du métal initial et de la quantité de déformation plastique qu'a subi le précurseur granulaire. Lors du chauffage, les premières zones à fondre sont celles qui sont les plus riches en soluté et les joints de grains. Il a été démontré que des précurseurs ayant une structure dendritique plus fine et ayant subi un plus grand taux de déformation produisent plus rapidement la structure globulaire [1, 32]. De plus, ces deux mêmes caractéristiques diminuent la taille des particules [33, 34]. Les copeaux utilisés pour le thixomoulage sont généralement obtenus par broyage mécanique de lingots de magnésium de première fusion. La taille des dendrites initiales est donc considérablement élevée et ils contiennent un niveau de déformation plastique satisfaisant induit lors du broyage. À l'apport thermique est ajoutée une vive agitation mécanique fournie par la vis sans fin. Cette agitation a pour effets d'uniformiser les températures et la composition chimique dans la gelée. Ainsi, la globulisation par la réduction de l'énergie de surface est facilitée.

1.5.2 Paramètres d'opérations

Plusieurs paramètres peuvent être contrôlé sur la machine de thixomoulage. Les principaux sont la température du baril d'injection, la vitesse d'injection, la pression

d'injection et la température du moule. La température du baril fixe la fraction de solide primaire lors de l'injection et, de surcroît, les propriétés physiques de la gelée (principalement la viscosité). De plus, le profil de température le long du baril aura une influence significative sur la morphologie du solide à injecter. Le profil de température permet d'obtenir la structure semi-solide de deux façons. La première consiste à faire grimper la température pour fixer la fraction de solide en restant toujours sous la température de liquidus de l'alliage. C'est dans cette perspective qu'a été développée la technologie. La seconde façon consiste à faire fondre complètement les granules puis d'en solidifier une partie. Les deux profils permettent de fixer la fraction de solide mais les mécanismes de formation sont différents. L'un mise sur la fonte du métal alors que l'autre passe par une solidification partielle. Des travaux ont montré que la morphologie obtenue est sensible à ces différences [35]. On obtient ainsi des rosettes en passant par l'état entièrement liquide alors que la structure est davantage globulaire si le profil est entièrement sous le liquidus. Bien que la littérature traite des températures d'injection, les autres paramètres sont souvent laissés dans l'ombre et semblent ne pas susciter d'intérêt.

1.5.3 Propriétés mécaniques

Il a été mentionné que les propriétés des pièces fabriquées par thixomoulage sont supérieures à celles obtenues par coulée sous pression. Afin de bien illustrer ceci, le tableau 1.2 résume les propriétés de différents modes d'élaboration. Néanmoins, ce qui est important à propos des alliages mis en oeuvre à l'état semi-solide est que leurs propriétés sont directement influencées par la fraction de solide. Les résultats de recherches confirment que les propriétés semblent passer par un maximum à environ 5-10% de fraction de solide pour ensuite diminuer avec l'accroissement de la fraction de solide [36, 37, 38].

Tableau 1.2 Propriétés mécaniques de l'alliage AZ91 pour différents procédés de fonderie – Moule en sable et moule permanent: état T4; Coulée sous pression (CSP) et thixomoulage: état brut de fonderie

		Sable [39]	Permanent [40]	CSP [28]	Thixomoulage [38]
R_m	[MPa]	173	234	230	267
$R_{e0,2}$	[MPa]	76	76	160	162
A	[%]	n.d.	7	3	6,2

Dans le cas des alliages corroyés, les propriétés mécaniques sont influencées par la taille de grain. Pour leur part, les alliages de fonderie ont un comportement analogue mais par rapport à la distance entre les bras secondaires des dendrites (*secondary dendrite arm spacing*). Cette distance séparant les bras secondaires est directement reliée au temps de solidification. Ainsi, la diminution du temps de solidification fera diminuer la distance entre les bras secondaires [25]. Selon les procédés et selon la géométrie, l'extraction de la chaleur se fait plus ou moins rapidement au sein de la pièce. Ce phénomène peut donc provoquer une variation des propriétés mécaniques dans une même pièce. La figure 1.13 illustre la variabilité de la distance entre les bras secondaires des dendrites avec le temps de solidification. La figure 1.14 montre la variabilité des propriétés dans l'épaisseur d'une pièce.

Pour expliquer l'amélioration des propriétés mécaniques du procédé de thixomoulage, un simple calcul d'extraction de la chaleur montre que le temps de refroidissement est significativement plus rapide que dans le cas de la coulée sous pression. En effet, la chaleur totale contenue dans la masse injectée par thixomoulage est inférieure par la présence d'une fraction non fondue qui n'a pas de chaleur latente de solidification à extraire. De plus, dans les procédés de fonderie conventionnels, l'alliage liquide est surchauffé pour permettre de remplir convenablement le moule et cette surchauffe représente un surplus de chaleur à évacuer. La distance entre les bras secondaires des dendrites est alors moins grande pour le thixomoulage et, conséquemment, produira

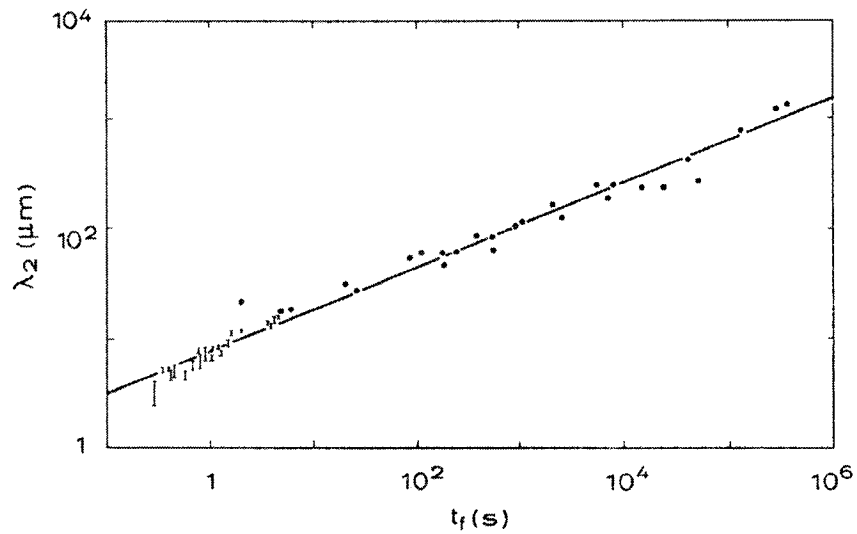


Figure 1.13 Variation de la distance entre les bras secondaires des dendrites en fonction du temps de solidification [25]

de meilleures propriétés mécaniques. Exemple de calcul à l'annexe II.

1.6 Autres procédés à l'état semi-solide

Presque tous les procédés de formage des métaux peuvent être mis en oeuvre à l'état semi-solide. On distingue les procédés faisant intervenir la solidification partielle pour obtenir la structure semi-solide, de ceux qui ne font que fondre partiellement un lopin. Dans les deux cas, les appareils sont moins sollicités et ont donc une durée de vie supérieure, ce qui représente un avantage considérable de cette classe de procédés.

Puisque la viscosité augmente rapidement avec la fraction de solide et qu'il est souhaitable d'avoir de forts taux de cisaillement pour avoir une bonne fluidité, ceci élimine généralement les procédés impliquant la gravité comme force d'opération. En effet, la viscosité peut augmenter suffisamment à de moyennes et grandes fractions de solide, pour rendre impossible le remplissage des plus petites cavités de la pièce ou

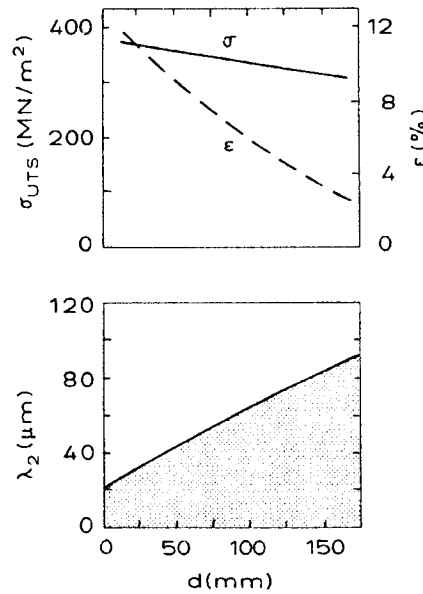


Figure 1.14 Propriétés mécaniques et distance entre les bras secondaires des dendrites d'un alliage coulé en fonction de la distance de la paroi [25]

même bloquer les canalisations de remplissage dans un moule de sable par exemple. Cette caractéristique des gélées semi-solides impose la mise en forme à l'aide de pressions considérables. Ainsi, les gélées semi-solides sont préparées d'une part puis coulées sous pression dans une presse à chambre froide conventionnelle comme, par exemple, à la figure 1.15. Également, la gelée semi-solide peut être déposée dans une matrice fermée puis forgée (*squeeze casting*). D'une façon générale, ces procédés mettent en valeur la "fluidité" de la gelée qui peut rendre l'écoulement un peu plus laminaire, ce qui peut permettre d'éviter certains défauts.

L'autre catégorie de procédés consiste à faire fondre partiellement des lopins et de les déformer comme s'ils étaient complètement solide. Dans ce groupe de procédés on retrouve le forgeage, le laminage et l'extrusion. Dans tous les cas, la présence d'une faible fraction de liquide contribue à faciliter l'écoulement, réduisant considérablement les forces nécessaires à la déformation du métal. Les lopins peuvent déjà avoir une

structure globulaire mais il est préférable, pour des raisons de coûts, d'utiliser des lopins à structures dendritiques fortement déformées mais non-recristallisées. Ces derniers permettent d'éliminer une étape de fonderie tout en obtenant une structure globulaire similaire. De cette façon, bon nombre de pièces d'automobiles sont produites pour différents constructeurs dont des roues et des boîtiers ou cylindres de systèmes de freinage (figure 1.16).

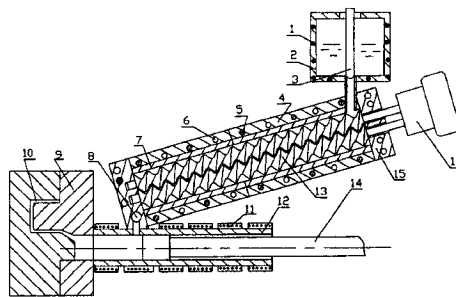


Fig. 1. Schematic illustration of the twin-screw rheomoulding process.
1. Heating elements; 2. crucible; 3. stopping rod; 4. barrel; 5. heating elements; 6. cooling channels; 7. barrel liner; 8. transfer valve; 9. die; 10. mould cavity; 11. heating elements; 12. shot sleeve; 13. twin-screw; 14. piston; 15. end cup; 16. driving system.

Figure 1.15 Schéma d'une machine de moulage à double vis d'extrusion [23]

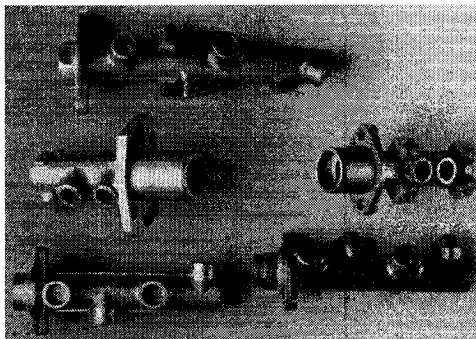


Figure 1.16 Maître-cylindres de freins fabriqués par thixo-forgeage [41]

CHAPITRE 2

MÉTHODE EXPÉRIMENTALE

2.1 Fonderie en laboratoire

L'alliage étudié est le AZ91D dont la composition chimique est donnée dans le tableau 1.1 (page 21). L'objectif en laboratoire est de déterminer l'influence de la turbulence sur la morphologie de solidification. Le montage est essentiellement composé d'un four tubulaire à trois zones de chauffage, d'un moteur pour faire tourner l'agitateur, et d'un système informatisé de contrôle et d'acquisition des données. Ce système est illustré à la figure 2.1.

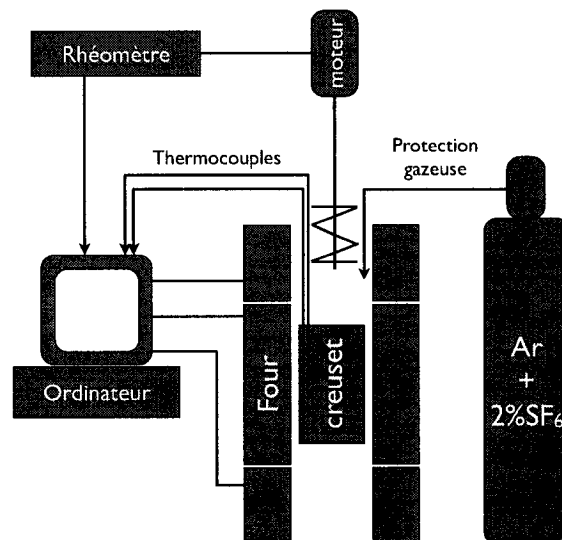


Figure 2.1 Schéma du montage de viscosimétrie pour l'étude de croissance en laboratoire.

L'apport thermique est fourni par une fournaise verticale à trois zones indépendantes de chauffage. On y loge le creuset au niveau de la zone centrale sur un socle en

acier inoxydable. Deux trous sont usinés dans la paroi du creuset pour y insérer les thermocouples de contrôle. Le premier trou est au niveau du fond du creuset et le second, à la mi-hauteur. Ces positions contrôlent respectivement les zones du bas et du milieu de la fournaise. Le creuset est usiné à même une barre de graphite extrudé. Puisque la majorité des métaux, dont le magnésium, ne mouillent pas le graphite, il est possible d'éliminer la germination hétérogène à cette surface. Un système d'acquisition informatisé contrôle le courant d'alimentation à partir des thermocouples insérés dans le creuset et dans la partie du haut du four.

Une fois que le métal est fondu, on y plonge un agitateur. L'agitateur est actionné par le moteur du viscosimètre (*Haake RV12*) à l'aide duquel il est très aisé de varier précisément la vitesse de rotation. C'est en faisant varier cette vitesse que sera modifié le niveau de turbulence dans le liquide. Cet appareil permet également de mesurer le couple mais cette caractéristique n'est pas exploitée dans cette étude.

À l'aide de ce système, il est donc possible de contrôler le refroidissement de la charge métallique et de varier la vitesse de rotation de l'agitateur pour voir l'influence de la turbulence sur la morphologie de croissance. Ainsi, les alliages ont d'abord été fondus puis soumis à un refroidissement continu de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Avant que ne débute la solidification, l'agitateur est plongé dans le bain de métal liquide et tourne à une vitesse différente pour chaque essai. Afin de minimiser l'interaction entre les particules, le refroidissement est interrompu à 592°C , ce qui correspond à une fraction de solide d'environ 15%[42]. Lorsque le creuset atteint donc cette température il est extrait le plus rapidement possible du four puis trempé dans un sceau d'eau froide afin de figer la microstructure. Une décroissance très rapide de la température de la masse métallique minimise une croissance supplémentaire des particules déjà solidifiées et produit une microstructure dendritique fine de ce qui était liquide juste avant la trempe.

2.2 Thixomoulage

Les essais de thixomoulage sont réalisés sur une presse Husky TXH500-M70, ayant une force de fermeture de moule de 500 tonnes. Le temps que dure un cycle entre deux injections est d'environ 20 secondes avec un temps de remplissage d'environ 0,2 seconde. Les fractions de solide visées sont relativement faibles et se situent entre 5 et 10% pour l'alliage AZ91D. La figure 2.2 présente une photo de la machine utilisée.

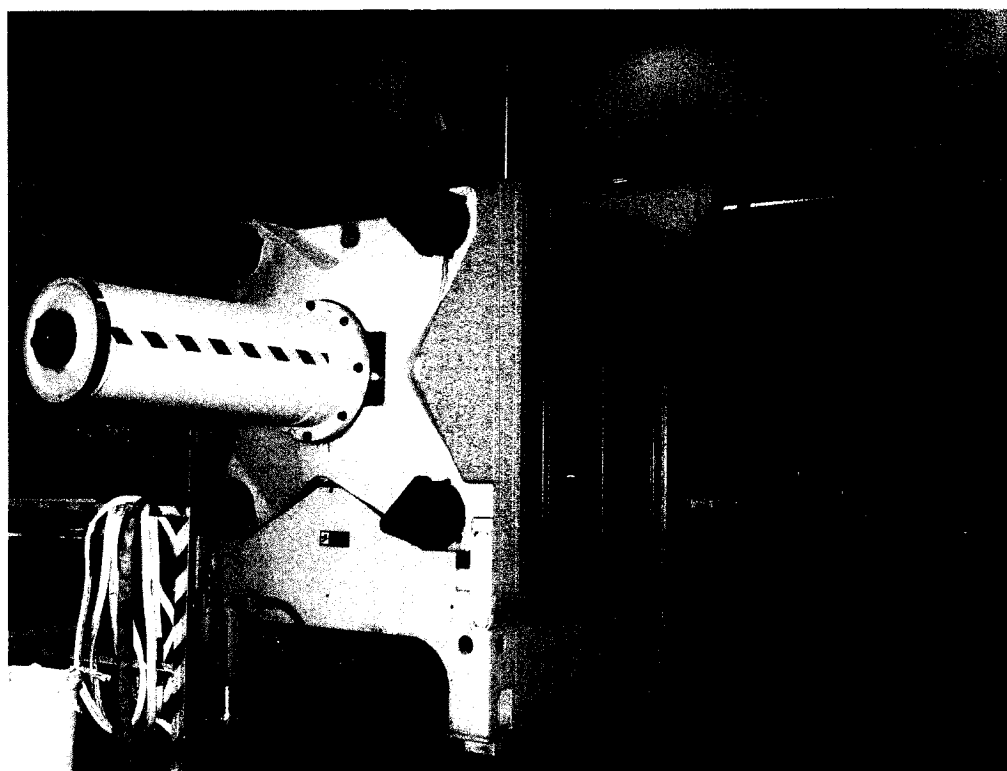


Figure 2.2 Photo de la presse de thixomoulage à l'Institut des Matériaux Industriels (IMI-CNRC) de Boucherville

Le moule qui est monté dans la presse de thixomoulage est modulaire. En effet, il est possible de changer rapidement la géométrie des pièces en ne changeant que des inserts. La figure 2.3 schématise ce genre de moule. Les deux géométries disponibles

permettent de mouler une spirale de coulabilité ou quatre éprouvettes de traction. Le moule est chauffé à 200°C à l'aide d'un système hydraulique externe avec contrôle de température.

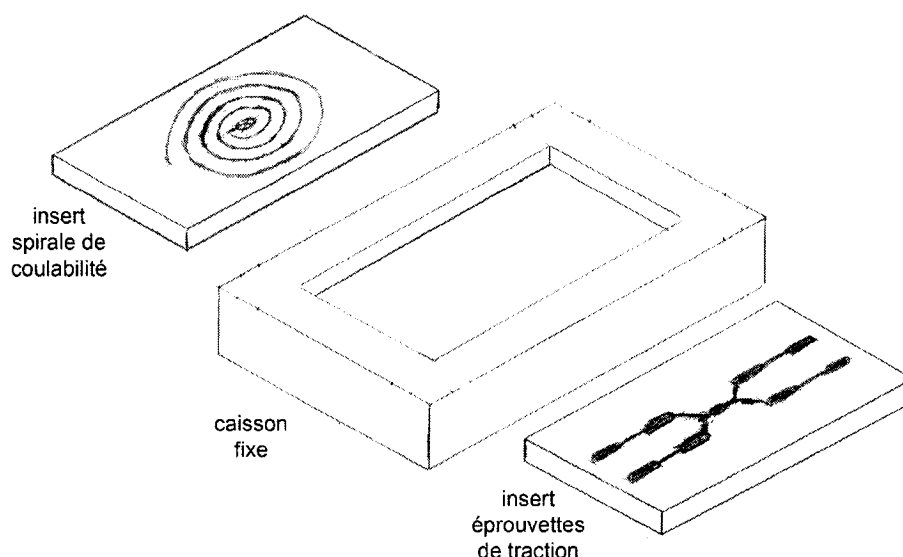


Figure 2.3 Schéma du moule avec ses inserts

2.2.1 Spirales de coulabilité

Les spirales de coulabilité sont traditionnellement utilisées en fonderie pour déterminer la facilité relative de remplissage des cavités entre les différents alliages. Le test s'effectue de deux façons soit en remplissage lent, ou rapide. Dans les deux cas, l'alliage est complètement fondu. Pour l'alliage AZ91D ceci représente une température de 600°C. Le premier cas consiste à pomper, à l'aide d'un vide, du métal liquide à l'intérieur d'un tube placé à l'horizontale. On mesure ensuite la distance parcourue par le métal à l'intérieur du tube et l'on compare les valeurs avec celles des autres alliages. En remplissage rapide, les pressions sont considérablement plus élevées et les longueurs de solidification sont significativement plus importantes. Un design

en spirale a donc été développé afin de diminuer la taille du moule. Les deux cas sont présentés à la figure 2.4. Ces géométries sont intéressantes à exploiter puisqu'elles permettent également de retracer l'évolution de la solidification depuis la germination jusqu'à la croissance. En effet, tout au long de son parcours dans le moule, le métal est graduellement refroidi. La région près de l'injection est le reflet des conditions initiales alors que l'extrémité a subi tout l'historique thermique et hydrodynamique de la géométrie du moule. Une telle spirale a été utilisée pour retracer l'historique thermique et hydrodynamique de remplissage en thixomoulage. Flemings suggère que l'augmentation de la viscosité avec l'apparition graduelle de solide le long des canalisations offre la résistance requise pour arrêter l'écoulement [43]. Un calcul de perte de charge, à l'annexe II, montre qu'il est possible de prévoir la longueur des spirales produites par thixomoulage à partir de paramètres d'injections.

2.2.2 Éprouvettes de traction

Le second insert permet de mouler quatre éprouvettes de traction à la fois. La géométrie des éprouvettes est fixée par la norme ASTM B557M. Les dimensions de l'éprouvette sont données sur la figure 2.5. Dans cette étude, le premier paramètre étudié sera la vitesse d'injection. Des éprouvettes seront donc injectées à différentes vitesses (0.1, 0.5, 1.9 et 4.0 m/s) pour voir l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques qui en découlent. Le second paramètre est la température d'injection. Les températures d'injections seront la température de liquidus puis diminuées par incréments de 5°C jusqu'à ce que le remplissage ne soit plus possible ou de mauvaise qualité. Par exemple, pour l'alliage AZ91D, les températures sont de 595, 590, 585, 580 et 575°C. Puisque la température influence directement la fraction de solide dans la gelée métallique, il sera intéressant de voir l'influence de ce paramètre sur les propriétés mécaniques.

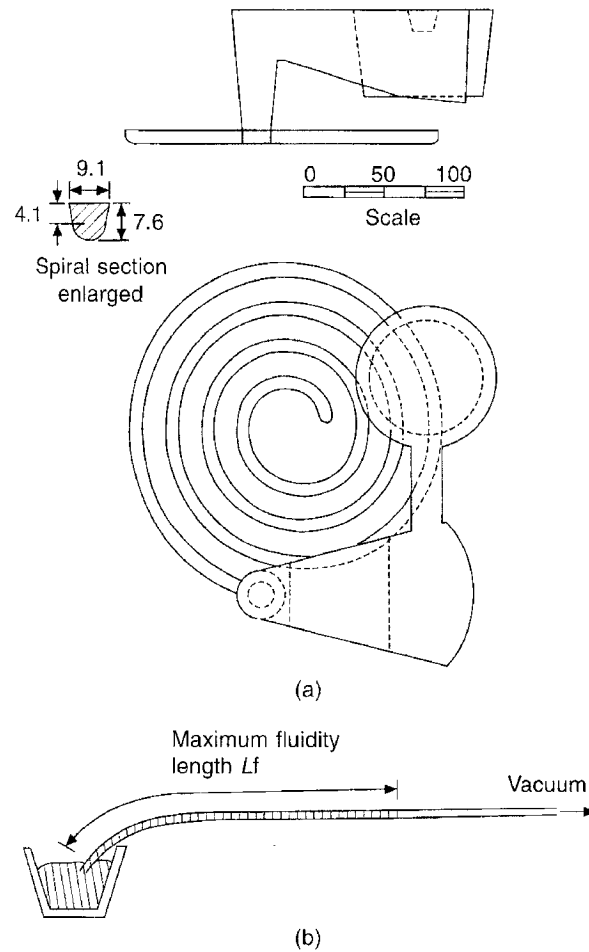
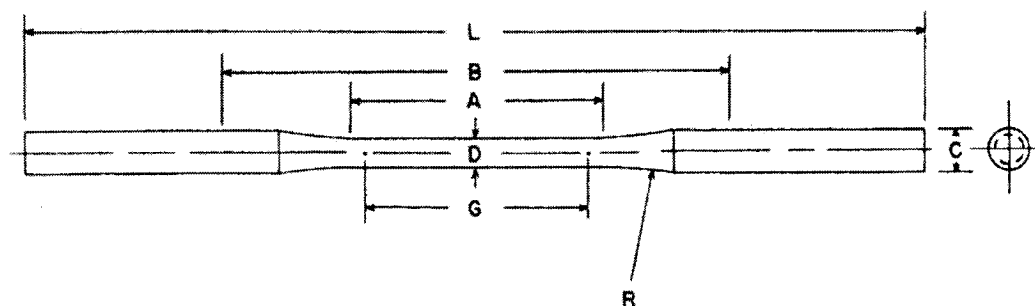


Figure 2.4 Exemples de tests de fluidité utilisés en remplissage rapide (a) et en remplissage lent (b), dimensions en mm [27]

2.3 Propriétés mécaniques

La norme ASTM B557M a été utilisée pour caractériser les propriétés mécaniques en traction des échantillons à température ambiante. Cette norme impose la géométrie des échantillons et les conditions de chargement. Les essais ont été réalisés sur une machine *Instron* servomécanique (modèle 1362) ayant un système d'acquisition et de contrôle *Instron* 8800. La cellule de charge est limitée à 100 kN et l'erreur sur la



	Dimensions [mm]
A – Longueur de la section réduite	75
B – Distance entre les mors (min.)	125
C – Diamètre des bouts (approx.)	10
D – Diamètre de la section réduite	6
G – Longueur entre les repères*	60
L – Longueur totale (min.)	250
R – Rayon du congé (min.)	75

* si l'extensomètre n'est pas utilisé

Figure 2.5 Dimensions pour les éprouvettes de traction fabriquées par coulée sous pression [44]

mesure à 8 kN est d'environ 0,076%. Un extensomètre de 50 mm a été utilisé pour déterminer l'allongement.

2.4 Préparation métallographique

Les échantillons métallographiques sont sectionnés à la tronçonneuse ou à la scie manuelle puis montés dans la résine thermodurcissable Bakelite. Le polissage grossier se fait en affinant graduellement les papiers de 200 à 600 grit en s'assurant d'éliminer les raies de l'étape précédente. Le polissage final se fait en passant directement à la suspension d'alumine 0,05 μm pour obtenir une surface presque miroir.

L'attaque chimique se fait à l'aide d'un mélange de 2 à 5% d'acide nitrique concentrée dans du méthanol (Nital). Une ouate de coton est d'abord imbibée de ce mélange,

ensuite essorée pour ne pas avoir un trop grand surplus de liquide puis, balayée à plusieurs reprises sur toute la surface de l'échantillon. Ce balayage est poursuivi jusqu'à ce que la fraction de solide paraisse brillante sur un fond mat lorsque l'échantillon est observé à l'œil nu sous une lumière incidente. L'échantillon est alors rincé sous l'eau courante et au méthanol puis, finalement, asséché au jet d'air.

2.5 Analyse d'image

L'analyse microstructurale se fait via un microscope muni d'une caméra vidéo qui permet la capture d'images. Un logiciel d'analyse d'image *Clemex*® y est relié et permet de quantifier divers paramètres géométriques tels les proportions de surface des phases, le diamètre moyen des particules, etc. Cette technique de mesures est limitée à la résolution de l'équipement, aux séries d'étapes de sélection des niveaux de gris des images, et des caractéristiques des surface observées. Par exemple, une attaque chimique trop forte pourrait dissoudre des détail très fins et rendre impossible leur observation.

Afin de quantifier l'évolution de la morphologie des particules, une analyse morphométrique a été réalisée à l'aide d'un logiciel de traitement d'image. Cette évolution peut être quantifiée en obtenant des valeurs de facteur de forme. Deux façons de calculer ce facteur ont été utilisées. Ces mesures permettent de prendre compte de la "rondeur" des particules. La première (Eq. 2.1) a été développée par Loué et Suéry pour tenir compte du fait que plusieurs particules peuvent faire partie du même grain lorsqu'il s'agit de dendrites tronquées par exemple [45]. La seconde formule est simplement le rapport de 4π fois la surface, sur le carré du périmètre.

$$F_1 = \frac{1}{6\pi f_s} \frac{(S_V)^2}{N_A} \quad (2.1)$$

$$F_2 = \frac{4\pi S}{P^2} \quad (2.2)$$

où S_V est la surface d'interface solide/liquide par unité de volume, f_s est la fraction volumique de solide, N_A est le nombre de grains observés, S est la surface de la particule et P est le périmètre de la particule. Ces deux facteurs tendent vers l'infini pour des géométries allongées et chaotiques, alors qu'ils tendent vers 1 pour des particules sphériques. Un point doit être mentionné à propos du facteur de Loué et Suéry, il est en effet sensible à l'ordre de grandeur des mesures utilisées. Le paramètre S_V a une unité de longueur inverse. Dans leur papier [45], le paramètre S_V est en mm^{-1} . Les mesures de S_V utilisées pour calculer F_1 ont donc été converties en mm^{-1} afin de mieux représenter la convergence vers 1 qui est, selon les auteurs, la valeur asymptotique vers laquelle tend le facteur de forme.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS ET ANALYSES

3.1 Rhéocoulées en laboratoire

Les micrographies de la figures 3.1 présentent l'évolution de la morphologie de l'alliage AZ91D avec l'accroissement de l'intensité de l'agitation lors de la solidification. Les différences sont subtiles mais il est tout de même possible d'observer que les globules de solide solidifiés à 512 RPM sont beaucoup moins réticulés qu'à 64 ou 128 RPM. Également, les particules sont mieux dispersées en augmentant la vitesse d'agitation.

Les résultats obtenus pour les deux facteurs de forme sont illustrés à la figure 3.2. Le comportement des deux facteurs montrent une diminution progressive, illustrant la sphéroïdisation des particules. Par ailleurs, la pente du facteur de forme proposé par Loué et Suéry est plus importante. Ceci permet de mieux visualiser la progression de la sphéroïdisation. Ce facteur géométrique peut donc être considéré plus efficace à illustrer la progression de globulisation que le facteur "aire sur périmètre au carré". L'erreur sur les mesures correspond aux écarts types obtenus sur 8 mesures pour chaque échantillon.

3.2 Spirales de coulabilité

3.2.1 Écoulement et dispersion de la fraction de solide

Les spirales de coulabilité ont été injectées à l'état liquide à une température d'environ 600°C, la température de liquidus de l'alliage AZ91D étant environ 595-598°C. Il est

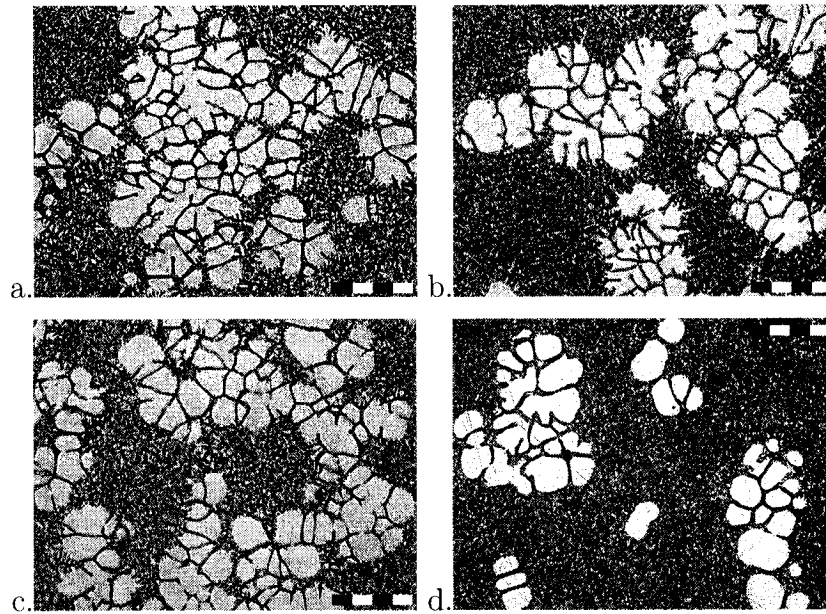


Figure 3.1 Évolution de la morphologie de la fraction solidifiée de AZ91D à différentes vitesses d'agitation: a. 64 RPM, b. 128 RPM, c. 256 RPM et d. 512 RPM. (50X, barette $400\ \mu m$)

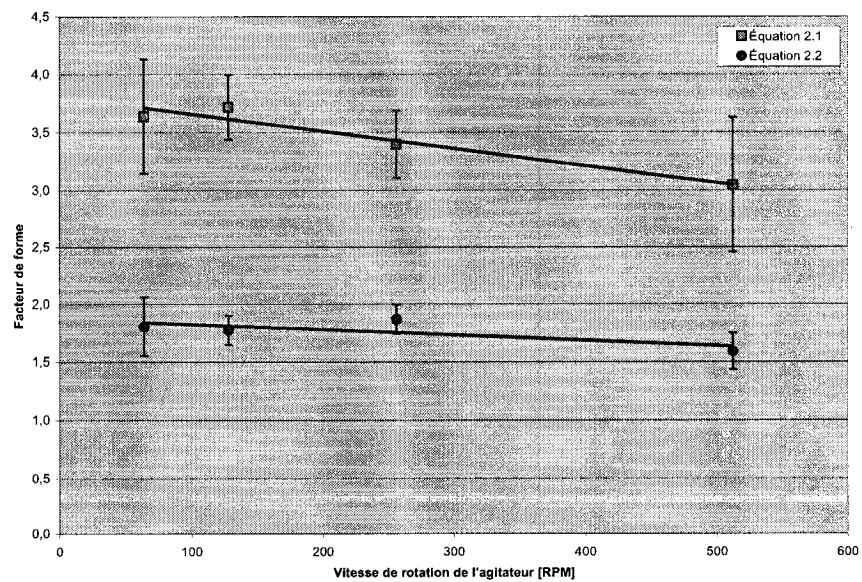


Figure 3.2 Évolution des facteurs de forme des particules solides avec l'accroissement de la vitesse d'agitation lors de la solidification.

alors possible d'observer la progression de la fraction de solide, la taille des globules, la position de la fraction de solide dans chaque section, et le facteur géométrique des particules. Les spirales ont une longueur d'environ 1,5 m lorsqu'injectées à 800 psi et 2 m/s. La figure 3.3 illustre la spirale qui sera sectionnée à tous les 10 cm.

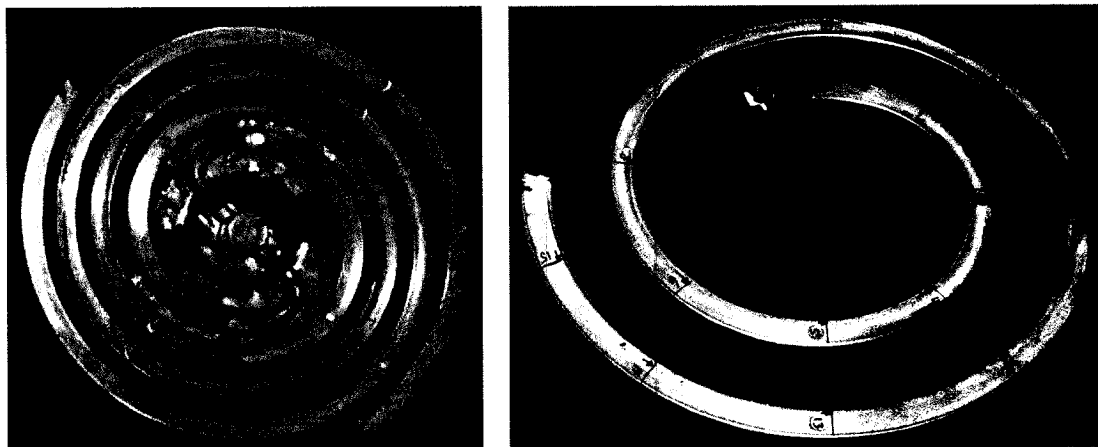


Figure 3.3 Spirale de coulabilité produite par thixomoulage et identification des coupes pour observations métallographiques.

Une fois sectionnée, enrobée, polie puis, attaquée, la spirale révèle l'évolution thermohydrodynamique de la microstructure tout au long de son parcours dans le moule. Les micrographies de la figure 3.4 montrent cette évolution depuis l'attaque de la spirale jusqu'à la limite d'écoulement de la masse dans le moule, 148 cm plus loin. La fraction solide à l'extrémité concorde avec les valeurs de Flemings [43]. Par contre, dans les conditions de cisaillement en thixomoulage, la viscosité est beaucoup plus basse que ce que prétend Flemings et il semble qu'un calcul de perte de charge (annexe II) soit plus approprié pour expliquer l'arrêt de l'écoulement dans la spirale.

On voit sur ces micrographies que la fraction de solide (phase blanche) augmente avec la distance. Ce phénomène s'explique par l'extraction de chaleur qui force la masse de liquide à graduellement se solidifier. On peut également observer sur les micrographies à 70 et 100 cm qu'il se dessine une zone d'écoulement ayant la forme

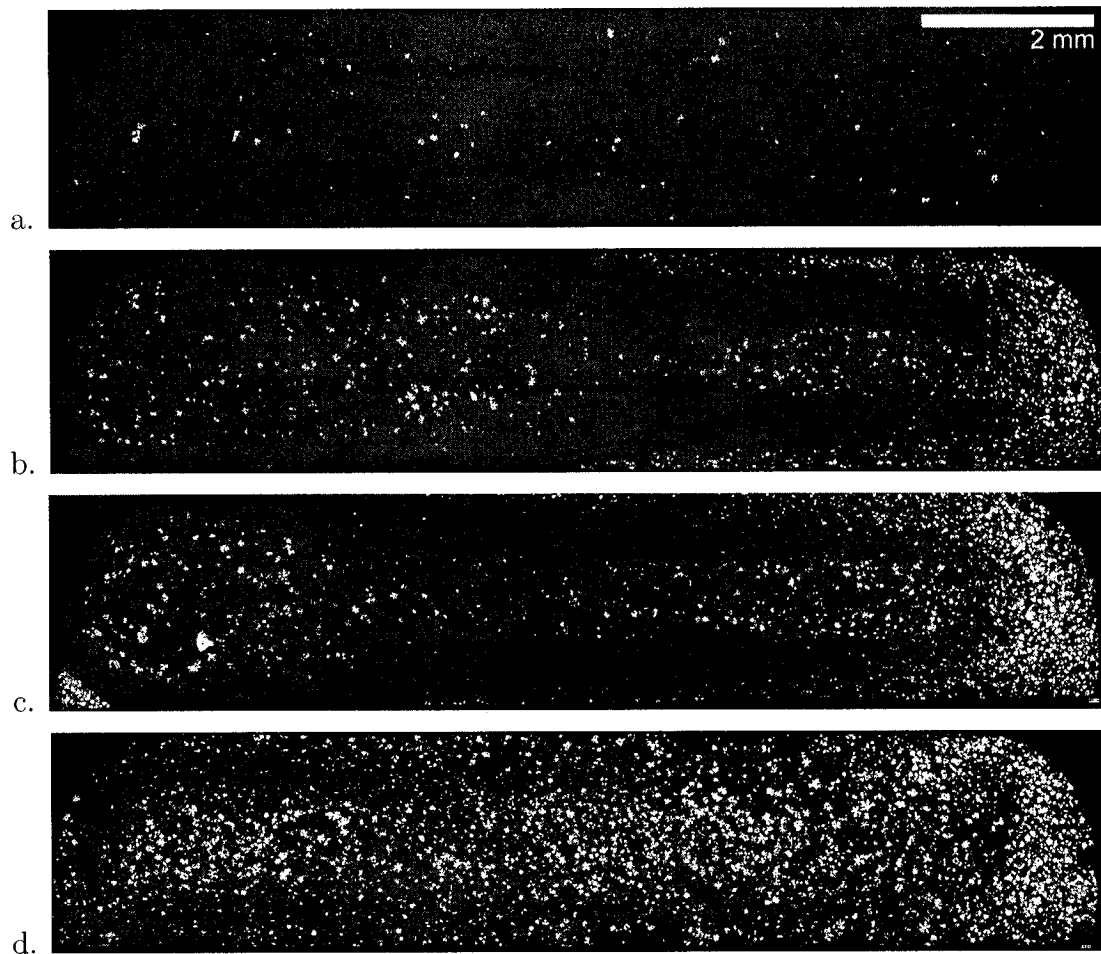


Figure 3.4 Évolution de la microstructure le long de la spirale de coulabilité: distance séparant l'attaque de la section observée a. 10 cm, b. 70 cm, c. 100 cm, d. 148 cm.

d'une goutte allongée dans la moitié gauche des images. Cette silhouette s'est tracée du côté extérieur de la courbure de la spirale indiquant que l'écoulement est fortement influencé par la force centripète. L'écoulement et le remplissage ne se fait donc pas uniformément sur la section de la spirale. Également, il y a une forte porosité sur la dernière section (148 cm) qui est due à la faible pression de compaction qui ne peut

La position des particules est également influencé par l'écoulement. La figure 3.5 schématise l'écoulement de la spirale et comment il se traduit sur une coupe

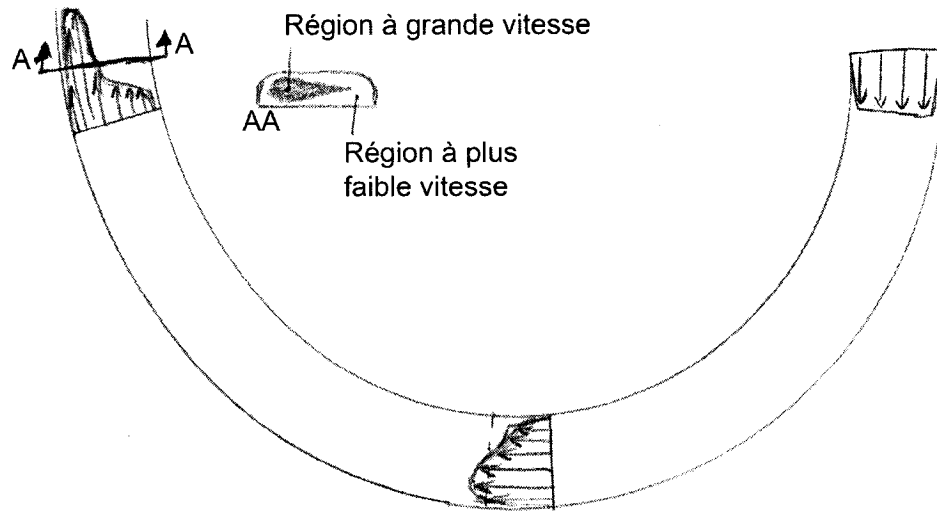


Figure 3.5 Représentation schématique de l'écoulement soumis à l'accélération centripète dans une spirale.

transversale. Il n'existe pas présentement de modèle analytique pouvant expliquer la ségrégation de particules dans des gradients de vitesses variables. Des solutions numériques doivent donc être utilisées pour solutionner de tels problèmes.

Les figures 3.6 et 3.7 montre l'évolution de la fraction de solide telle que mesurée à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images. Les valeurs ont été obtenues en faisant la moyenne des 8 mesures faites sur chaque section et l'erreur correspond à l'écart type des mesures. L'augmentation de l'écart type de la figure 3.6 permet de deviner une dispersion de la fraction de solide observée sur chaque coupe transversale. La figure 3.7 permet quant à elle, d'apprécier l'évolution de cette dispersion sur la longueur de la spirale. Il est également intéressant d'y remarquer que le minimum de fraction de solide se déplace de l'intérieur de la courbure vers l'extérieur. Malheureusement, aucune explication ne peut être proposée à l'instant pour décrire le phénomène.

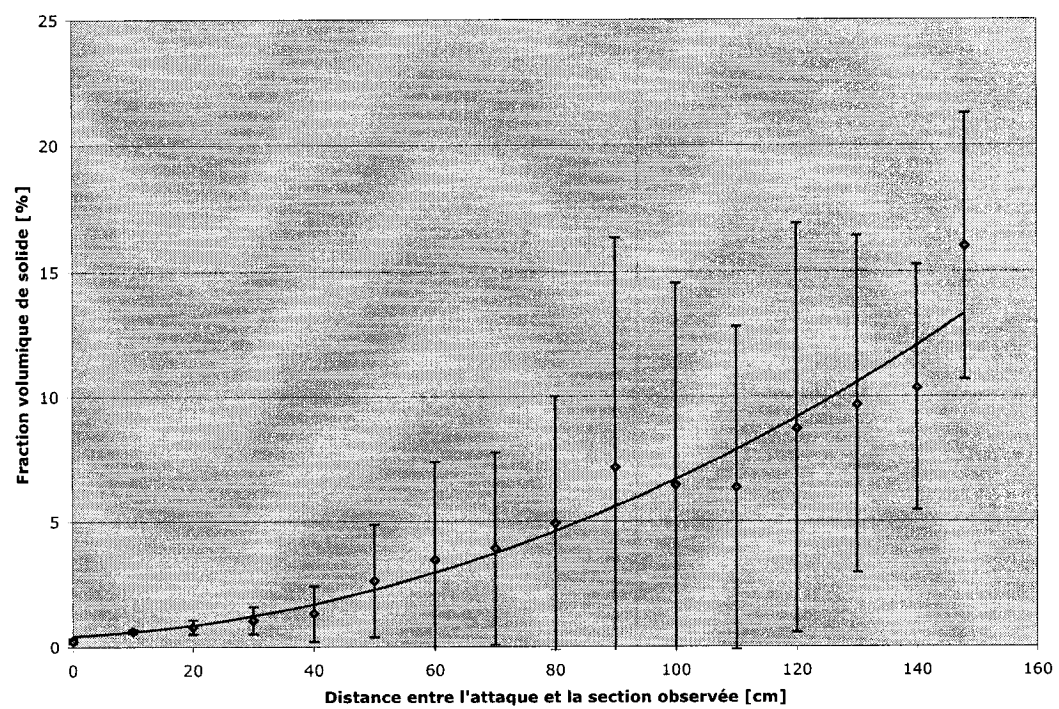


Figure 3.6 Évolution de la fraction de solide mesurée avec un logiciel de traitement de l'image.

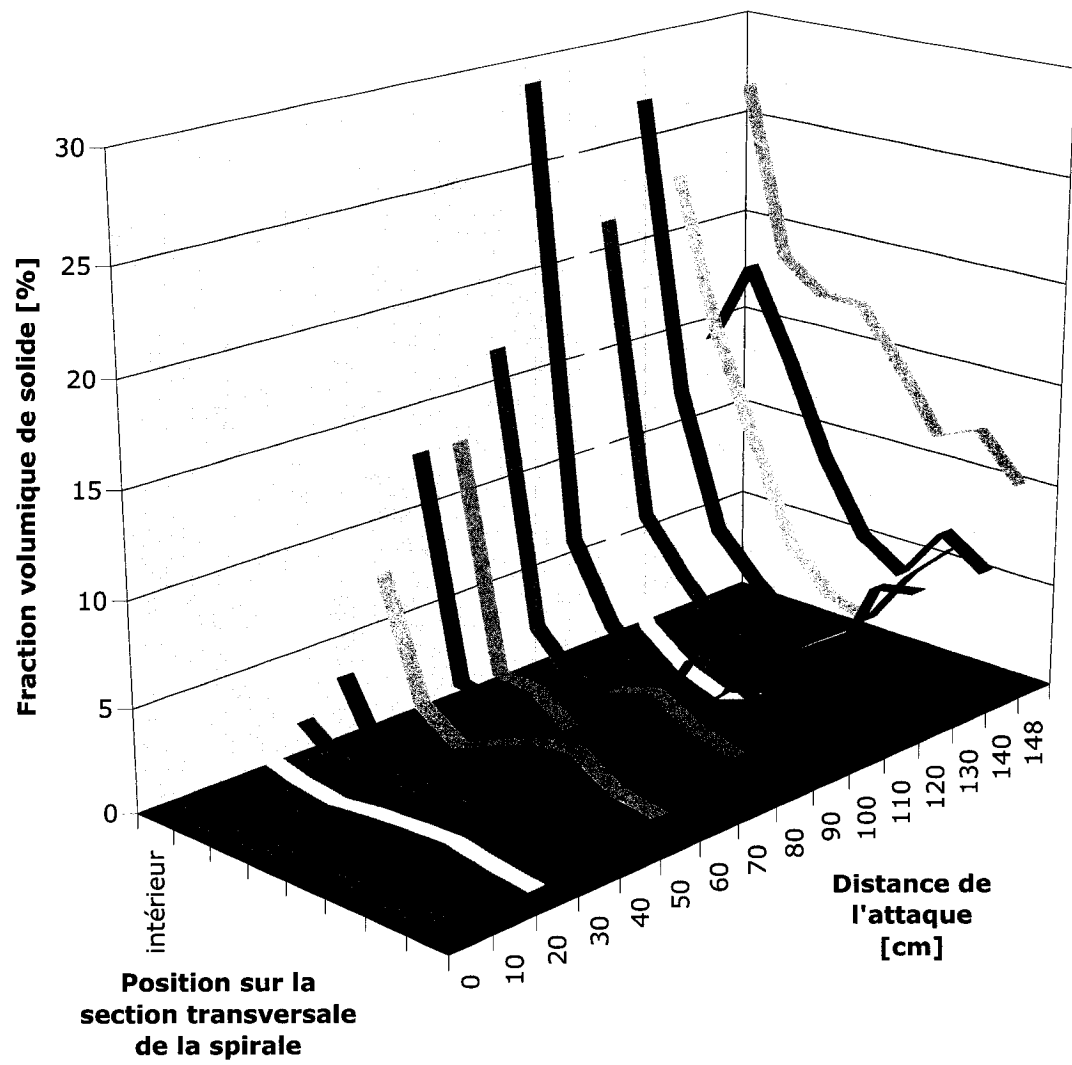


Figure 3.7 Position de la fraction solide dans les sections transversales de la spirale de coulabilité.

3.2.2 Évolution morphologique de la fraction de solide

La figure 3.8 présente l'évolution de la taille moyenne des particules telles que mesurées par analyse d'images, ainsi que le facteur de forme moyen qui leur est associé. Le facteur de forme F_2 (Équation 2.2) est utilisé puisque les différentes particules sont supposées indépendantes. Il est possible d'observer que la taille moyenne et le facteur de forme restent relativement constants tout au long de la spirale.

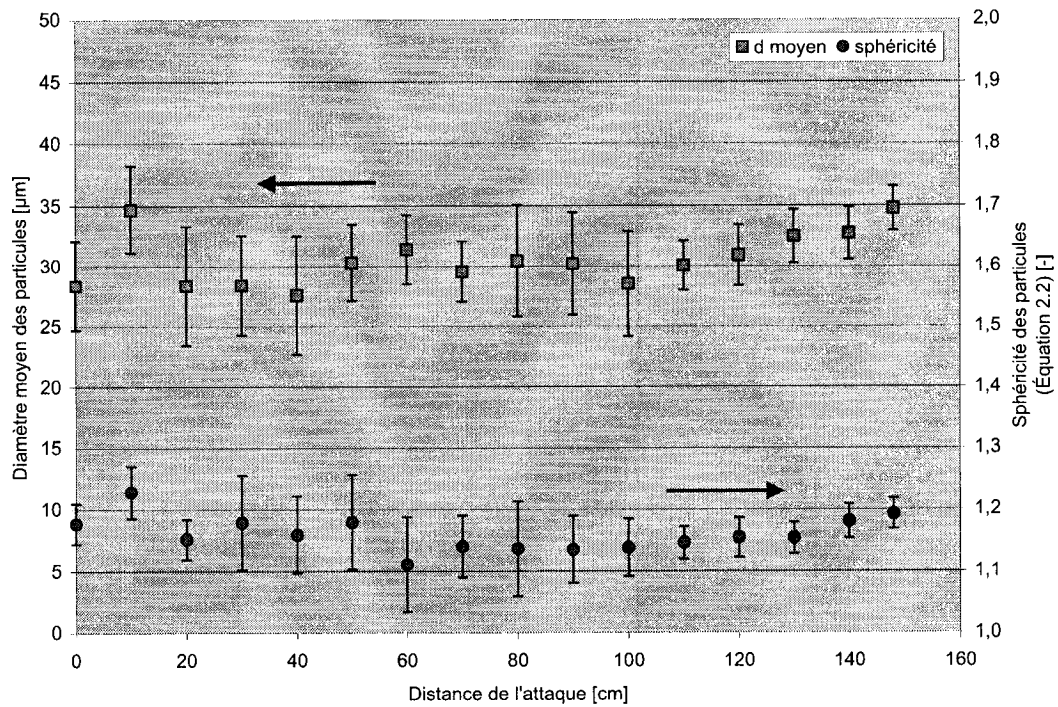


Figure 3.8 Évolution de la taille moyenne et du facteur de forme F_2 des particules le long de la spirale.

La méthode d'analyse microstructurale consiste à polir puis à attaquer chimiquement l'échantillon. Les germes de solide étant très petits (de l'ordre de $10\mu m$ et moins), il est possible qu'ils ne soient pas tous observables d'une part, ou qu'ils aient été dissous par l'attaque chimique d'autre part. Néanmoins, tous ces germes ont le potentiel de croître pour former des grains. À la lumière des résultats de la figure 3.8, il

semble que la croissance des petites particules jusqu'à une taille critique d'environ 30 à 35 μm soit favorisée à l'accroissement de la taille des plus grosses particules déjà présentes. En effet, la fraction de solide augmente avec la distance et le diamètre moyen reste constant. Il faut donc que le nombre de particules soit grandissant pour satisfaire l'équilibre. Il apparaît alors que l'énergie nécessaire à la germination dans un milieu fortement agité est inférieure à la poursuite de l'avancement de la solidification même si les surfusions sont très faibles. Ceci suggère que la turbulence joue également un rôle dans le taux de germination puisque tous les germes qui ont crû pour constituer la fraction de solide à la fin de la spirale n'étaient pas encore formés au début de l'injection où la température était significativement plus élevée. L'expression du taux de germination comporte en effet une partie reliée à la diffusion. Dans le chapitre *Discussion générale*, une nouvelle approche permet d'inclure la turbulence dans une expression de croissance. Il serait donc possible de transposer cette notion aux équations du taux de germination. Cette fusion de concepts de cinétique pourrait mener à une explication plus globale des phénomènes observés lors de la formation de la structure semi-solide depuis l'état liquide.

3.3 Éprouvettes de traction

3.3.1 Caractéristiques d'injection

Il s'est avéré très tôt dans l'apprentissage de l'opération de la machine de thixomoulage que les paramètres d'injection doivent être optimisés avec la géométrie du moule et la température à laquelle le métal est injecté. Les caractéristiques de la géométrie de la pièce ne sont jamais aussi uniformes que pour la spirale ou les barres de traction. Ainsi, les sections transversales de la cavité où s'écoule le métal varient d'un point à l'autre et ceci représente autant de transitions de vitesses d'écoulement et de variations de pression. Le remplissage (pour une seule injection) est donc un

phénomène qui ne devient jamais, à toute fin pratique, en régime permanent. La température d'injection se superpose à ces écoulements très complexes puisque les propriétés d'écoulement du métal sont directement influencées par la température et la fraction de solide. De plus, le long de son parcours dans la cavité, le métal se refroidit assez rapidement en entrant en contact avec le moule "froid". Comme le montre la figure 3.9 obtenue par simulation numérique, le remplissage de l'éprouvette n'est pas intuitif. En effet, avant de bien remplir la section épaisse de l'éprouvette la plus près de l'attaque, le métal s'écoule jusqu'au fond avant de revenir en amont de l'écoulement [46]. De plus, ces résultats numériques sont le reflet du remplissage dans la presse comme peut en témoigner la figure 3.10 qui représente un bout d'éprouvette partiellement rempli [46].

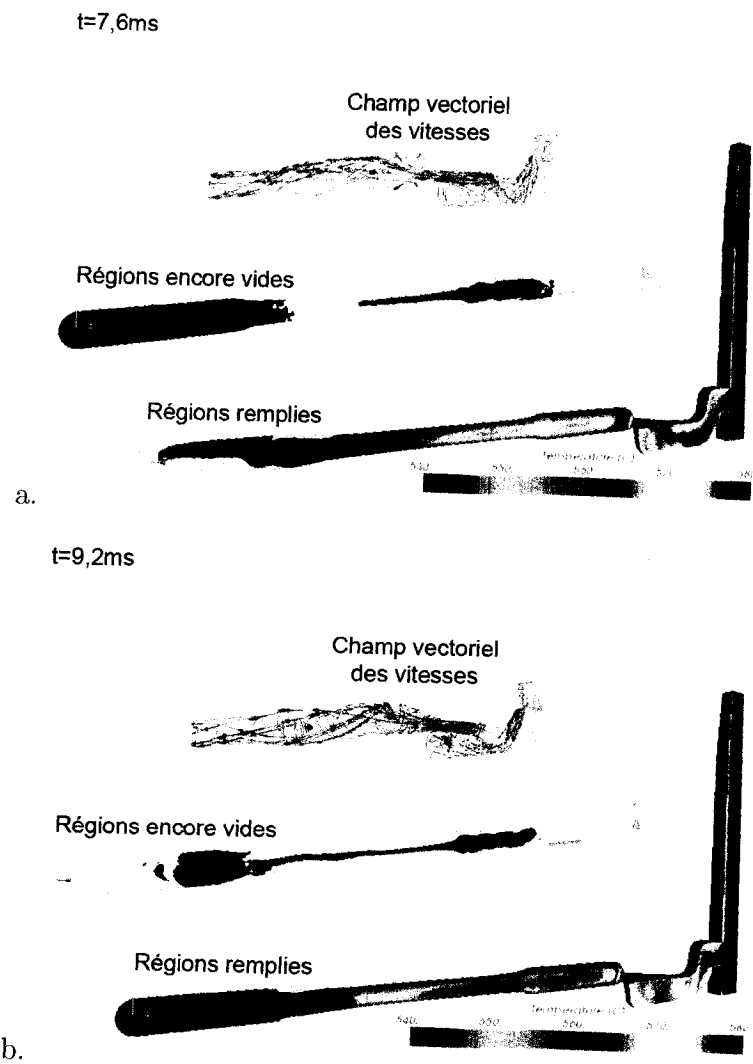


Figure 3.9 Modélisation numérique du remplissage de la barre de traction: 7,6 ms (a.) et 9,2 ms (b.) après le début de l'injection [46].

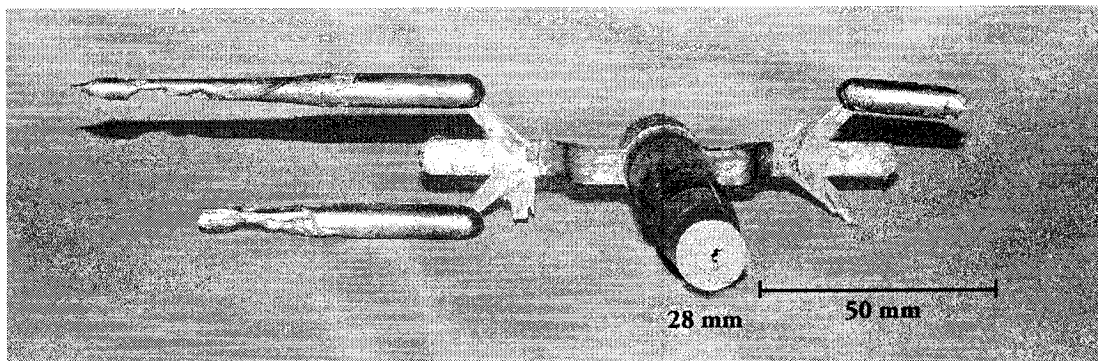


Figure 3.10 Éprouvette de traction partiellement remplie montrant le remplissage torsadé.

Bien que très complexe, les remplissages dans leur ensemble peuvent être “observés” sur la machine sous formes de graphes tels qu’illustré à la figure 3.11. On retrouve sur ces graphes les données recueillies par différents détecteurs notamment les pressions et les vitesses réelles du piston d’injection (graphe de droite sur la figure 3.11). Le transfert de l’expérience des techniciens de *Husky* a permis à notre opérateur d’arriver à optimiser, à l’aide de ces graphes, les points de transitions de vitesses et de pressions nécessaires pour remplir avec succès nos géométries.

La figure 3.12 illustre la variation des propriétés mécaniques des éprouvettes de traction de l’alliage AZ91D injectées à une température de 580°C (voir figure 3.16 pour fraction de solide) et en faisant varier la vitesse d’injection. Il s’avère que la résistance à la traction et l’allongement sont influencés par ce paramètre d’injection. La limite conventionnelle d’élasticité, quant à elle, ne semble pas être influencée. Cette piètre performance à basse vitesse peut s’expliquer par la présence de porosités. En effet, la faible vitesse d’écoulement laisse davantage de temps à la solidification d’avancer et limite la portée de l’écoulement et de la pression du piston d’injection. Ainsi, on retrouve sur la figure 3.9 un “tube” de porosités le long de la section centrale de l’éprouvette. Aux plus grandes vitesses, le remplissage a le temps de se faire complètement alors qu’aux plus faibles vitesses, le “tube” n’est pas aussi bien rempli

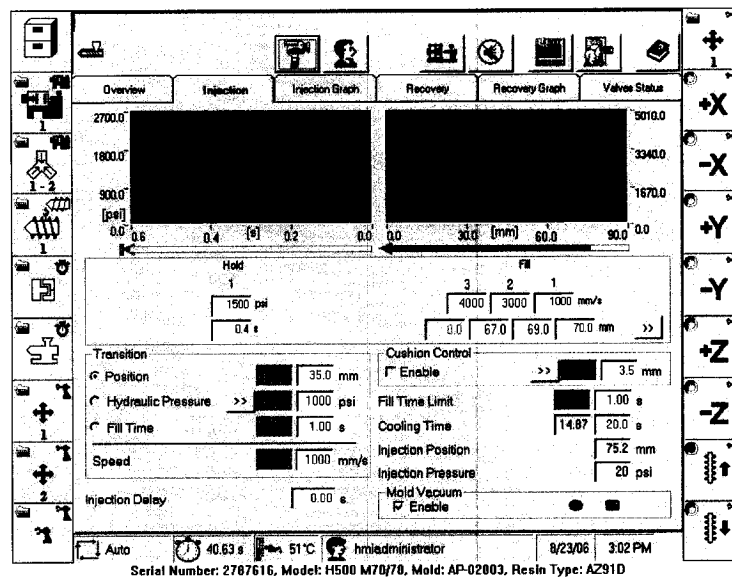


Figure 3.11 Capture d'écran du panneau de contrôle de la machine de thixomoulage illustrant un exemple de graphe d'injection.

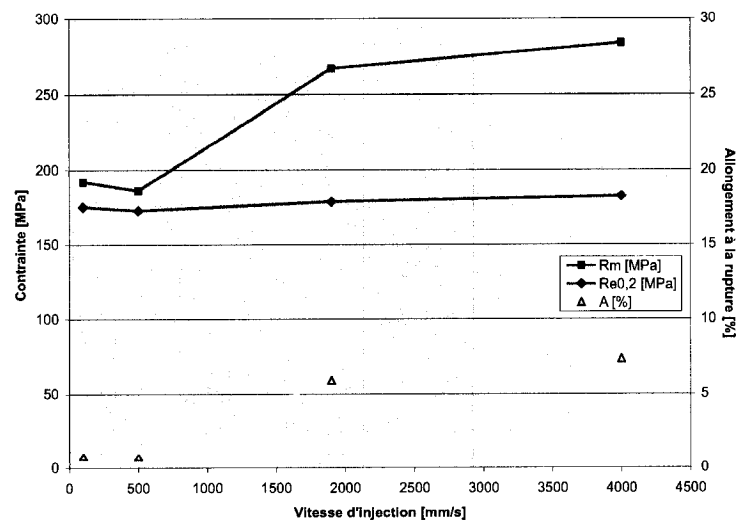


Figure 3.12 Variations des propriétés de l'alliage AZ91 en fonction de la vitesse du piston d'injection.

comme le montre la figure 3.13. Aux faibles vitesses, le remplissage est soit incomplet (figure 3.13a) ou présente un artefact de remplissage (figure 3.13b). À grande vitesse, le métal injecté remplit complètement la cavité sans laisser de traces (figure 3.13c). Finalement, les résultats mécaniques vont dans le même sens de ce qui a été obtenu en coulée sous pression par l'équipe de Koren [37]. Leurs résultats montrent une amélioration des mêmes propriétés avec la vitesse du piston d'injection.

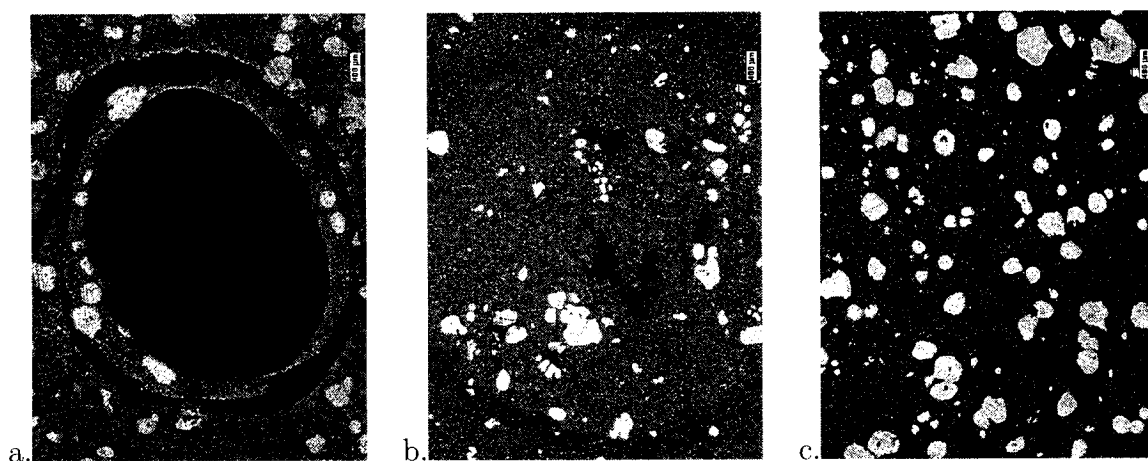


Figure 3.13 Micrographies de l'alliage AZ91D injecté à 580°C et à différentes vitesses d'injection: a. 0,1 m/s (Section 13 de la figure 3.14), b. 0,5 m/s (Section 11 de la figure 3.14) et c. 4,0 m/s (Section 11 de la figure 3.14).

3.3.2 Ségrégation de la fraction de solide

Comme pour la spirale de coulabilité, la fraction de solide dans les éprouvettes de traction n'est pas uniformément répartie. Les sections d'écoulement varient beaucoup le long du parcours du métal dans le moule contrairement à la spirale qui a une section constante. Afin de comprendre la numérotation qui sera utilisée subséquemment, la figure 3.14 montre le parcours ou axe de coulée ainsi que les endroits où sont prélevés les échantillons d'analyse.

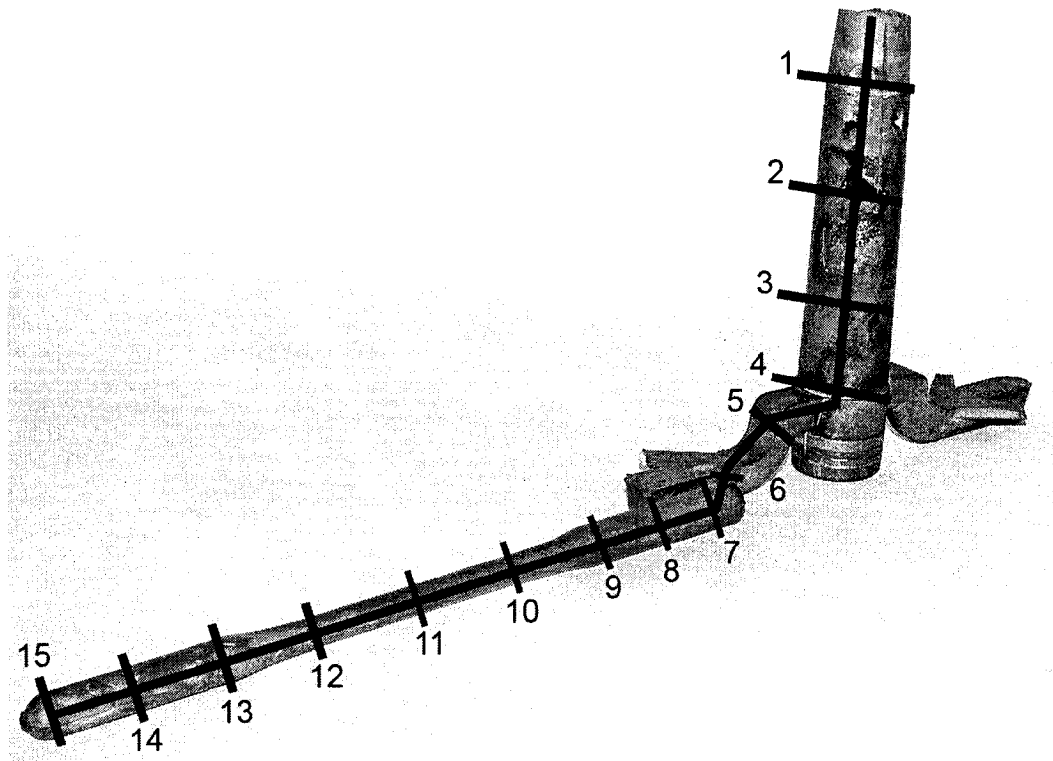


Figure 3.14 Représentation de l'axe de coulée et identification des sections observées.

La figure 3.15 présente la distribution de la fraction de solide le long de l'axe de coulée de deux éprouvettes de traction de l'alliage AZ91D coulées à 580°C. La fraction de solide aux positions 1 à 4 est relativement stable et correspond à la fraction de solide fixée par le baril à 580°C (environ 32% selon le diagramme d'équilibre). La fraction de solide chute aux sections 5 et 6 qui correspondent au canaux d'alimentation et d'attaque du moule (*runner* et *gate*). Ces deux sections d'écoulement sont beaucoup plus petites et le niveau de turbulence est amplifié considérablement par rapport aux sections précédentes. Les sections 7 à 11, qui correspondent à la première partie épaisse et le début de la section réduite de l'échantillon, la fraction de solide est relativement constante à environ 10-12%. Les régions 12 à 15 montrent une progression de la fraction de solide jusqu'à 32-34%. Cette ségrégation impose de mesurer expérimentalement la fraction de solide dans les sections réduites des

échantillons qui sont soumis aux essais mécaniques en traction, plutôt que de se fier à la température d'injection. La figure 3.16 montre le décalage qu'il y a entre la valeur dans la section réduite (i.e. celle qui est testée mécaniquement) et celle prescrite par le diagramme d'équilibre correspondant à la température d'injection. Il faut donc s'attendre à ce que le même phénomène se produise dans les pièces fabriquées pour des applications bien précises. Ce comportement est très étrange puisqu'il ne respecte pas le principe de conservation de masse, c'est à dire qu'une certaine quantité de solide disparaît. À cause des faibles viscosités du mélange semi-solide à de telles vitesses de remplissage, il est peu probable que la dissipation visqueuse soit responsable d'une hausse de température de l'ordre de 10 degrés.

Une hypothèse pour expliquer la ségrégation de la fraction de solide serait qu'elle s'entasse dans des régions comme le réceptacle à bouchon (*plug catcher*) qui se trouve directement sous la section 4 de la figure 3.14. Les micrographies de cette région du moule (figure 3.17) montrent l'accumulation des particules de solide. Il est possible d'y distinguer clairement la région d'écoulement de celle où les particules sont empilées. De plus, complètement au fond, il y a présence de liquide d'injection ce qui laisse croire que les particules ont un effet similaire à celui d'une éponge qui est essorée de son eau.

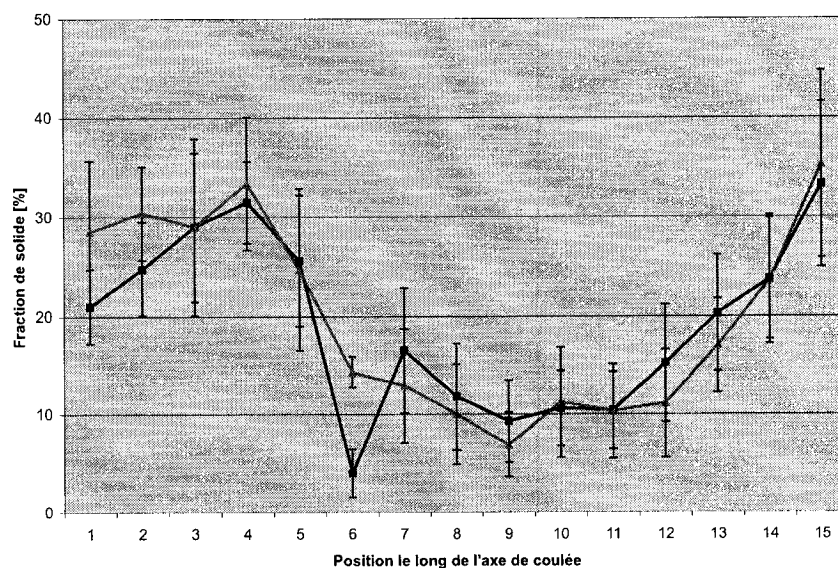


Figure 3.15 Variation de la fraction de solide le long de l'axe de coulée pour deux éprouvettes, injection à 580°C ($f_s \approx 32\%$).

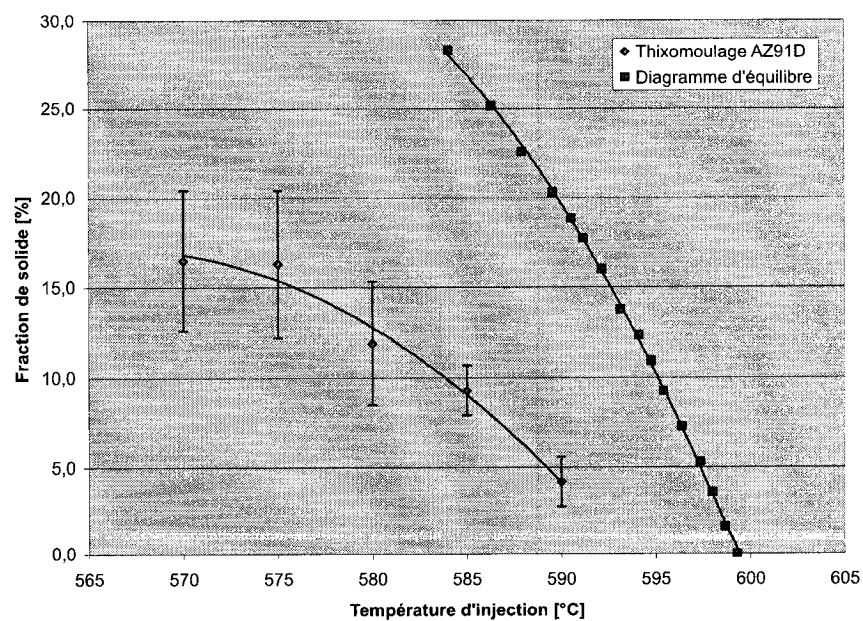


Figure 3.16 Décalage de la fraction de solide dans la section réduite des éprouvettes de traction produites par thixomoulage par rapport aux valeurs du diagramme d'équilibre Al-Mg.

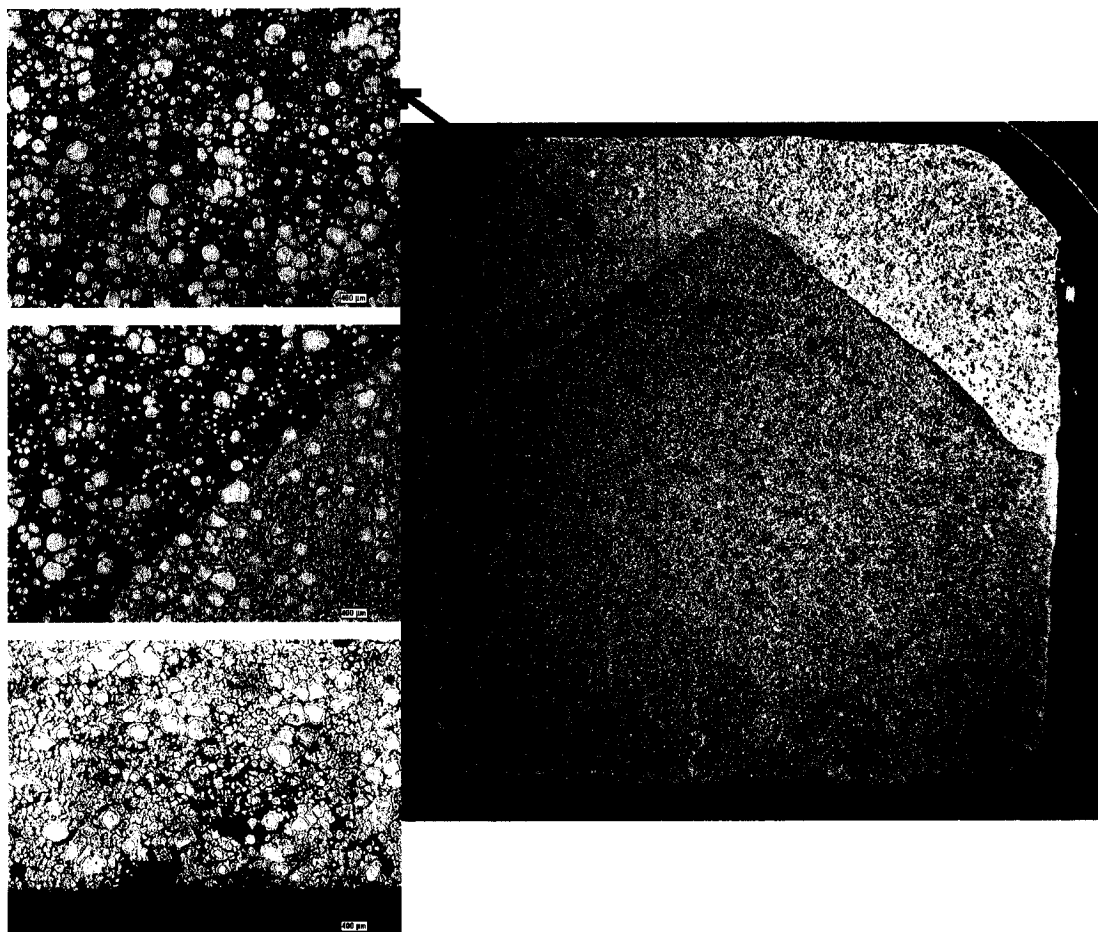


Figure 3.17 Micrographies du “*plug catcher*” illustrant l’accumulation de particules de solide.

3.3.3 Propriétés mécaniques

Cette section est consacrée à la présentation des résultats des essais mécaniques réalisés à température ambiante sur les différents alliages de magnésium produits par thixomoulage. Ce qui fait défaut dans la présentation des propriétés mécaniques de la littérature sur les alliages à l'état semi-solide est l'absence de la fraction de solide. Souvent les propriétés sont cataloguées et compilées sous forme de tableau mais la fraction de solide qui a donné de tels résultats est souvent manquante. Or les propriétés varient considérablement avec la proportion de solide et il est essentiel d'en tenir compte pour pouvoir attester de l'utilité d'œuvrer à l'état semi-solide. En effet, il est démontré qu'à partir d'une certaine fraction de solide, les propriétés peuvent chuter considérablement.

3.3.3.1 Alliage AZ91D

La figure 3.18 présente les limites conventionnelles d'élasticité et les résistances à la traction de l'alliage AZ91D produit par thixomoulage. Les deux séries de données décroissent légèrement avec l'augmentation de la fraction de solide et leur maximum se trouve à la plus faible valeur de fraction de solide. La figure 3.19 présente les valeurs de l'allongement à la rupture tel que mesuré avec l'extensomètre de l'appareil de traction. Contrairement aux valeurs des contraintes mécaniques, l'allongement à la rupture augmente avec la fraction de solide entre 0 et environ 7-8%, valeur à laquelle se dessine un maximum. Par la suite, l'allongement diminue avec l'augmentation de la fraction de solide. Une caractéristique intéressante est la faible dispersion des propriétés mécaniques issues des pièces fabriquées par thixomoulage. Cette dispersion s'apprécie par les barres d'erreurs qui sont fixées par l'écart type des valeurs mesurées sur 20 échantillons.

De ces résultats, il apparaît qu'à une faible fraction de solide, la plus grande ductilité de la fraction de solide permet d'accommoder les déformations de la matrice, plus riche en soluté. À partir d'un certain seuil, par contre, les plus faibles propriétés de résistance en traction de la fraction de solide diminuent leur impact ou nuisent au matériau. Une analyse beaucoup plus poussée sur les mécanismes qui semblent être en compétition doit être faite pour en arriver à une explication plus juste du phénomène. Néanmoins, en tenant compte de l'ensemble des valeurs, il est possible de dire que les propriétés sont maximisées à une fraction de solide d'environ 7-8% pour l'alliage AZ91D.

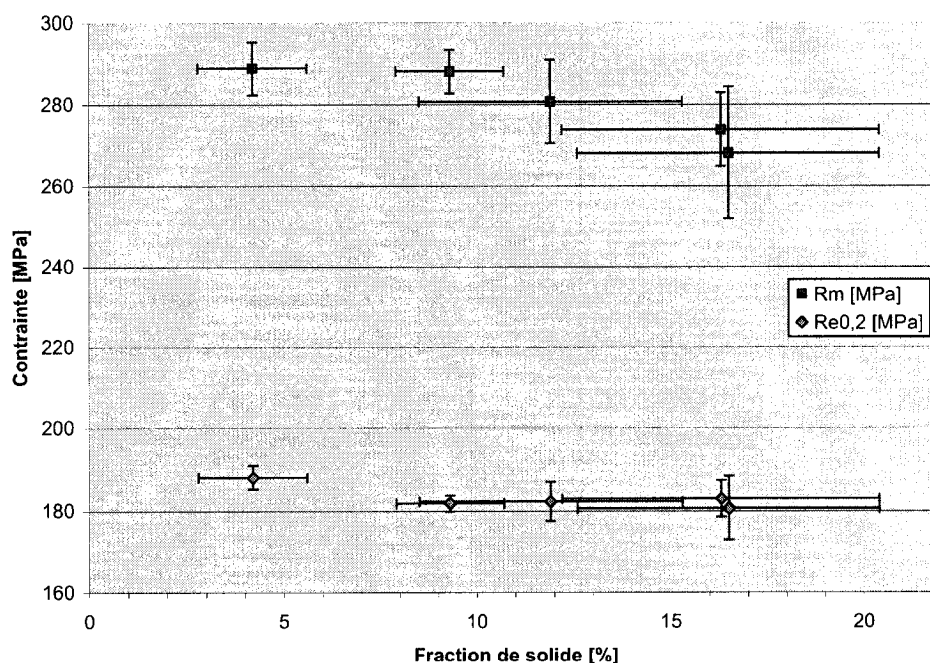


Figure 3.18 Limite conventionnelle d'élasticité et résistance à la traction de l'alliage AZ91D en fonction de la fraction de solide.

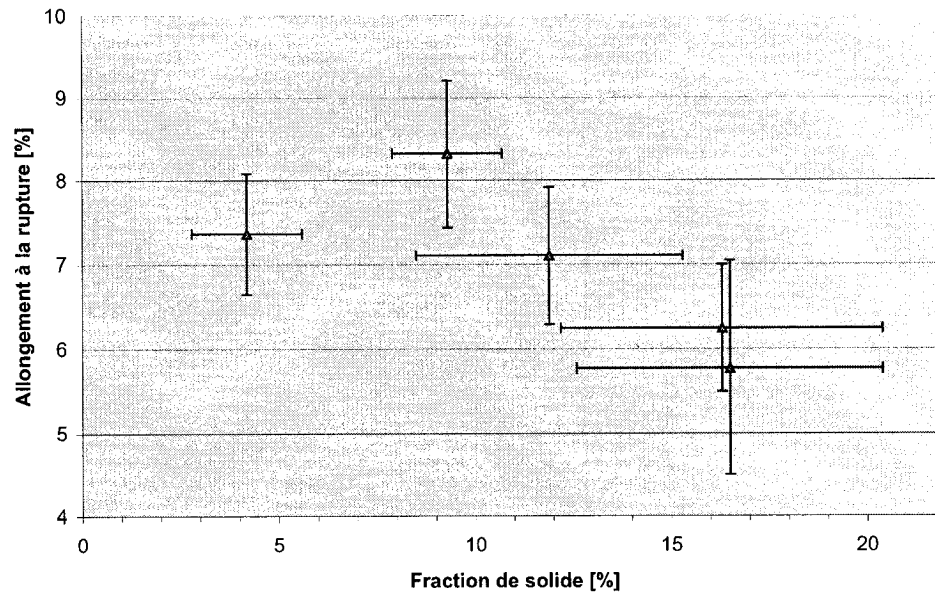


Figure 3.19 Allongement à la rupture de l'alliage AZ91D en fonction de la fraction de solide.

3.3.3.2 Alliage AM60

La figure 3.20 présente les limites conventionnelles d'élasticité et les résistances à la traction de l'alliage AM60. De la même façon que pour l'alliage AZ91D, les valeurs des contraintes limites diminuent avec l'augmentation de la fraction de solide. Par ailleurs, la diminution de la contrainte à la rupture de l'alliage AM60 est plus rapide que celle de l'alliage AZ91D. La figure 3.21 présente l'allongement à la rupture de l'alliage AM60 en fonction de la fraction de solide. Contrairement à l'alliage AZ91D, l'alliage AM60 ne présente pas de valeur maximale sur l'intervalle testé et la décroissance est proportionnelle à la fraction de solide.

Sur l'intervalle de fractions de solide testé, les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues à la plus faible fraction de solide, soit environ 3-4%. Il n'est pas possible de dire, sur la base des résultats disponibles, si une plus faible fraction de solide

permettrait d'améliorer l'allongement. Les larges barres d'erreurs sur les fractions de solide viennent de l'intervalle de solidification de l'AM60 qui est beaucoup plus étroit que celui de l'AZ91D. Le tableau 1.1 à la page 21 recense justement ces valeurs. Ainsi, l'alliage AM60 est rapidement influencé par de faibles variations de températures et, d'un échantillon à l'autre, la fraction de solide peu davantage fluctuer que pour l'alliage AZ91D.

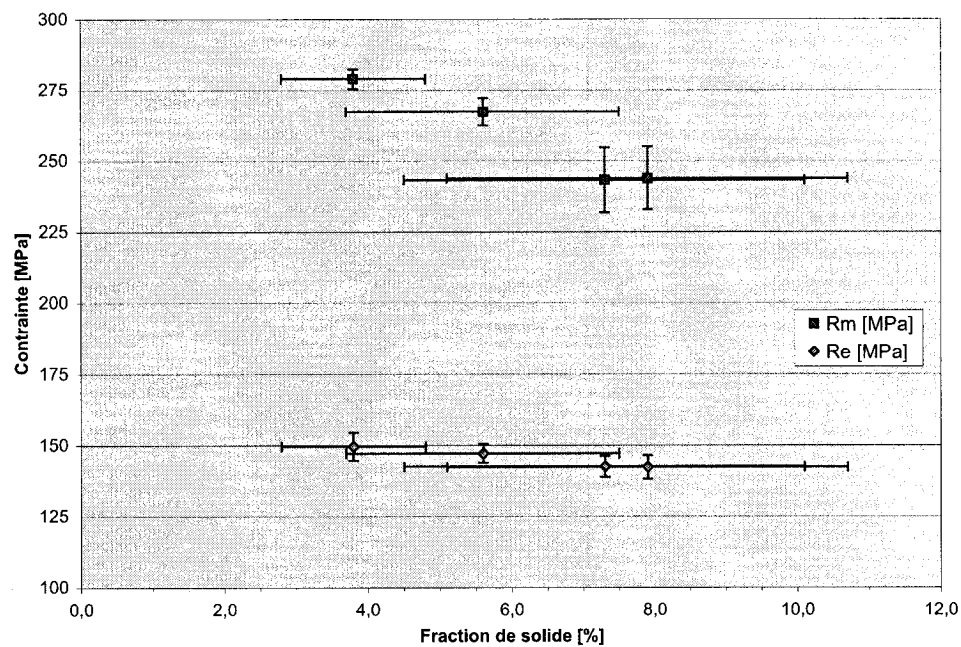


Figure 3.20 Limite conventionnelle d'élasticité et résistance à la traction de l'alliage AM60 en fonction de la fraction de solide.

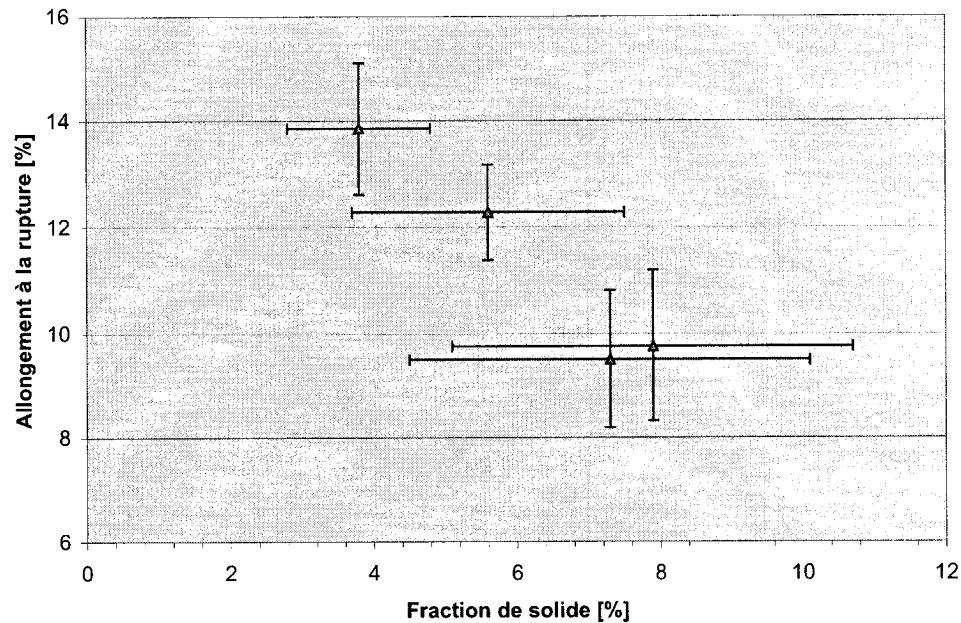


Figure 3.21 Allongement à la rupture de l'alliage AM60 en fonction de la fraction de solide.

3.3.3.3 Alliages à haute résistance au fluage

Il a été très difficile de mouler les alliages à haute résistance au fluage car la machine de thixomoulage est limitée en température à 620°C. Le mauvais remplissage fait en sorte qu'on retrouve des porosités dans les éprouvettes, comme en témoigne les zones noires de la figure 3.22. À cette température, les fractions de solide obtenues dans les sections réduites des éprouvettes de traction sont: 6,5% pour le AE63, 1,2% pour le AJ62, et 1,5% pour le MRI-153.

Les copeaux sont fabriqués à partir de lingots de première fusion et contiennent, par le fait même, une structure de solidification où le magnésium est appauvri d'aluminium. En effet, lorsqu'il est coulé en lingots, l'alliage entièrement liquide forme d'abord les intermétalliques très stables lors de son refroidissement. Ceci a pour effet de diminuer la quantité d'aluminium en solution dans le magnésium et de faire grimper

le point de fusion du reste de la masse métallique. C'est donc cette structure composée d'intermétallique à haut point de fusion et de magnésium à faible teneur en aluminium qui est rendue sous forme de copeaux. Une fois dans la machine, la température n'est pas suffisamment élevée pour faire fondre complètement le métal puisqu'elle est volontairement limitée par le fabricant. Bien qu'ils ne contiennent pas les mêmes éléments d'alliage, les micrographies des alliages AE63 et AJ62 (figure 3.22) ayant tous deux environ 6% d'aluminium illustrent ce concept. En effet, l'alliage AE63 contenant davantage de terres-rares présente une microstructure caractéristique d'un alliage à plus faible teneur en aluminium puisque sa fraction de solide est supérieure à celle du AJ62.

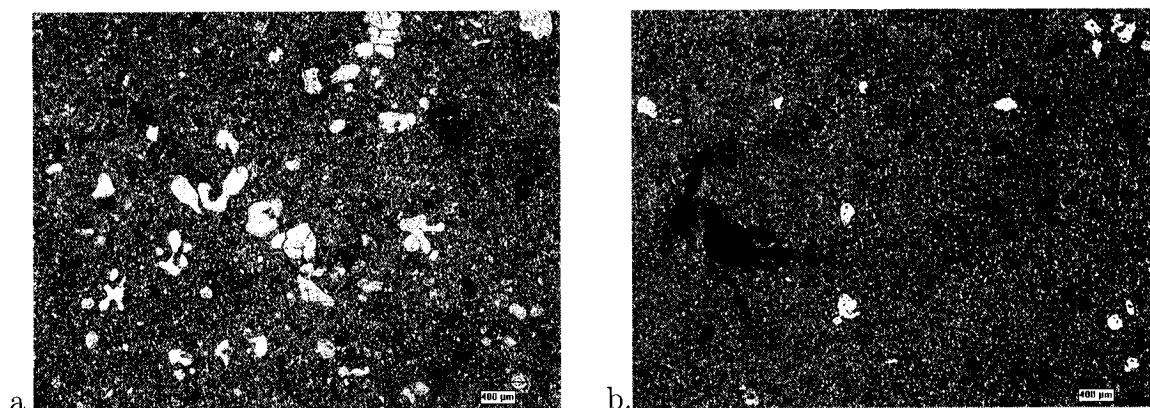


Figure 3.22 Micrographies des sections réduites d'éprouvettes de traction d'alliages à haute résistance au fluage montrant l'appauvrissement en aluminium par l'ajout de terres-rares: a. AE63 et b. AJ62.

Tableau 3.1 Propriétés mécaniques des alliages à haute résistance au fluage mis en forme par thixomoulage.

		AE63	AJ62	MRI-153
R_m	[MPa]	243	222	235
R_e	[MPa]	147	164	181
A	[%]	8	5	4

3.3.3.4 Généralités

Maintenant que les propriétés mécaniques ont été déterminées, comment se comparent-elles à celles obtenues par d'autres procédés? Le tableau 3.2 rappelle des valeurs trouvées dans la littérature pour l'alliage AZ91D en y ajoutant les résultats de cette étude. Il s'en dégage que les résultats obtenus dans cette étude sont significativement plus élevés que dans la littérature. Tel que décrit dans la revue de littérature, la vitesse d'extraction de la chaleur y est pour beaucoup lorsque les résultats de cette étude sont comparés à ceux de la coulée sous pression. En les comparant cette fois avec d'autres résultats obtenus en thixomoulage, il faut creuser davantage. Les échantillons de Czerwinsky [38] ont été produits à une vitesse de piston d'injection de 2,2 m/s, ce qui est nettement inférieur à la valeur de 4 m/s qui a été utilisée dans le cadre de cette étude. Ce résultat confirme que la vitesse d'injection a une influence sur les propriétés mécaniques. Le comportement est similaire dans le cas de l'alliage AM60 dont les valeurs sont rapportées dans le tableau 3.3.

Tableau 3.2 Propriétés comparatives pour l'alliage AZ91.

		CSP [38]	Thixo. [38]	Thixo. Poly. $9\%f_s$
R_m	[MPa]	248	270	288
$R_{e0,2}$	[MPa]	150	161	182
A	[%]	6,7	5,7	8

Tableau 3.3 Propriétés comparatives pour l'alliage AM60.

		CSP [38]	Thixo. [38]	Thixo. Poly. $4\%f_s$
R_m	[MPa]	243	267	279
$R_{e0,2}$	[MPa]	125	140	150
A	[%]	11,4	10,5	14

Dans le cas des alliages à haute résistance au fluage, les données ne sont que partielles

puisque la machine de thixomoulage est limitée en température. Ceci ne permet pas de faire fondre correctement tout le métal et, ainsi, ne permet donc pas d'assurer un remplissage convenable et d'étudier l'influence de la fraction de solide. Bien que les données de base soient rares, les résultats précédents sur les alliages AZ91D et AM60 montrent qu'il est possible de surpasser les valeurs de la littérature. En effet, la valeur de la limite conventionnelle d'élasticité obtenue pour l'alliage MRI-153 dépasse celle de la fiche technique fournie par le fabricant. En espérant que les alliages à haute résistance au fluage se comportent comme les conventionnels, la résistance à la traction et l'allongement à la rupture s'ajusteront à la hausse avec un remplissage convenable.

Tableau 3.4 Propriétés comparatives des alliages AJ62, AE63 et MRI-153.

		AE63	MRI-153	MRI-153	AJ62
		Thixo. Poly.	Thixo. Poly.	CSP.[47]	Poly
R_m	[MPa]	243	235	250	222
$R_{e0,2}$	[MPa]	147	181	170	164
A	[%]	8	4	6	5

CHAPITRE 4

DISCUSSION GÉNÉRALE

Tel qu'énoncé dans la revue de littérature, la solidification équiaxe produit généralement une morphologie dendritique, comme un flocon de neige par exemple. Par contre, lorsque le liquide est agité, la morphologie se transforme graduellement vers une rosette puis, si le niveau de turbulence augmente encore plus, la morphologie de croissance est plutôt globulaire. Dès lors, le critère de surfusion structurale est déficient puisqu'il ne permet pas d'expliquer cette transition de morphologies. À la lumière des résultats obtenus dans cette étude, un nouveau formalisme est ici proposé. L'idée derrière ce nouveau formalisme est d'appliquer les critères de stabilité des perturbations d'une interface plane à une géométrie sphérique.

4.1 Stabilité de l'interface solide/liquide

L'analyse de Kurz et Fisher [25] sur la solidification directionnelle tient compte d'un critère qui permet de déterminer les conditions qui feront qu'une interface peut rester plane même si elle est instable du point de vue de la surfusion structurale. En effet, la condition de surfusion structurale à elle seule ne tient pas compte de l'énergie d'interface. Cette dernière doit nécessairement être prise en compte lorsque la surface se perturbe pour donner éventuellement des dendrites puisque cette énergie de surface peut nuire à la création de volume supplémentaire au même titre qu'elle nuisait à la germination. Kurz et Fisher [25] proposent de représenter mathématiquement l'interface perturbée d'un système non agité par une sinusoïdale:

$$z = \varepsilon \sin(\omega y) \tag{4.1}$$

où ε est l'amplitude de l'oscillation des perturbations de la surface en état de surfusion structurale et ω ($= 2\pi/\lambda$) est la période des perturbations. Schématiquement, cette équation est présentée à la figure 4.1.

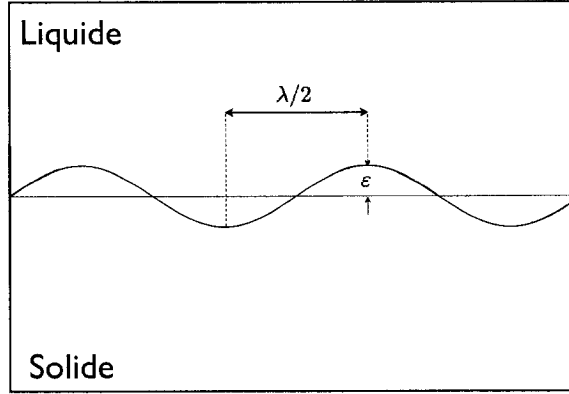


Figure 4.1 Perturbation de l'interface solide/liquide

Ensuite, le développement quantifie la différence de température qui existe entre les sommets et les vallées des perturbations dont l'expression contient deux termes. Le premier tient compte de la différence de concentration en soluté dans le liquide entre les sommets et les vallées. Le second est un terme relié aux courbures des sommets et des vallées de la perturbation sinusoïdale; ce terme est relié à l'énergie de surface et l'entropie de fusion. Après manipulations, il est démontré que le taux de développement de l'amplitude est donné par l'expression suivante [25]:

$$\frac{\dot{\varepsilon}}{\varepsilon} = \left(\frac{V}{T_{l,c}} \right) \left(\sqrt{\left(\frac{V}{2D} \right)^2 + \omega^2} - \frac{V}{2D} \right) (\Phi - \omega^2 \Gamma) \quad (4.2)$$

où $\dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt$, V est la vitesse de propagation de l'interface, D le coefficient de diffusion du soluté dans le liquide, ω est la période des perturbations, Φ est le degré de surfusion et Γ est le coefficient de Gibbs-Thompson ($\Gamma = \gamma_{SL}/\Delta s_f$, la tension d'interface solide/liquide divisé par l'entropie volumique de fusion). Cette fonction est tracée à la figure 4.2 pour un alliage Al-Cu.

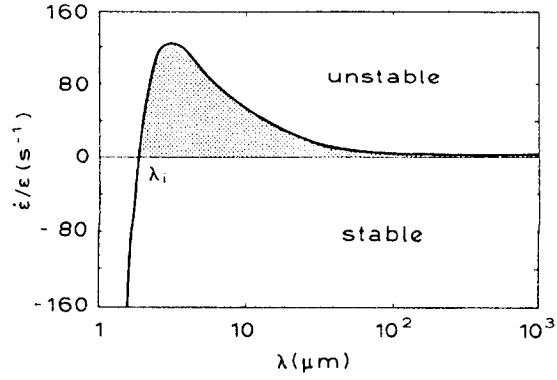


Figure 4.2 Taux de développement d'une perturbation à une interface en état de surfusion structurale [25]

Cette fonction atteint une valeur maximale à une longueur d'onde des perturbations de l'interface où les mécanismes diffusionnels et de courbure sont égaux. Le taux d'accroissement de l'amplitude diminue ou disparaît (< 0) à de faibles longueurs d'ondes puisque les courbures deviennent très élevées. Le taux diminue également aux grandes longueurs d'ondes à cause des limitations de la diffusion [25].

En prenant les trois termes de l'équation 4.2 individuellement, il est possible d'isoler le critère de conservation d'une interface plane, i.e. que les perturbations disparaissent ($\dot{\epsilon}/\epsilon < 0$). Le premier des trois termes de droite dans l'équation 4.2 est toujours positif. Le deuxième s'annule uniquement lorsque λ tend vers l'infini. Il ne reste alors que le troisième terme qui peut prendre des valeurs négatives:

$$\Phi - \frac{\omega^2 \gamma_{SL}}{\Delta s_f} < 0 \quad (4.3)$$

$$T_{l,c} - T_r < \frac{\omega^2 \gamma_{SL}}{\Delta s_f} \quad (4.4)$$

$$\frac{mVC_0(k^{-1} - 1)}{D} - T_r < \frac{\omega^2 \gamma_{SL}}{\Delta s_f} \quad (4.5)$$

L'inégalité 4.5 regroupe la surfusion structurale et l'énergie d'interface dans une

seule expression. Celle-ci devient donc un nouveau critère de stabilité permettant de “deviner” la morphologie vers laquelle s’orientera la solidification. Ainsi, en satisfaisant l’inégalité 4.5 (c’est à dire diminuer le terme de gauche), on augmente les chances que le troisième terme de l’équation 4.2 devienne négatif, produisant ainsi une interface dont les perturbations se résorberont d’elles mêmes. À l’opposée, si on augmente la valeur du terme de gauche, on ne favorise pas l’inégalité et le troisième terme de l’équation 4.2 sera positif. Il en résultera une croissance cellulaire ou dendritique. Si ce raisonnement est vrai pour la solidification colonnaire, il devrait être tout aussi applicable dans le cas de la solidification équiaxe.

4.2 Effets de la convection

L’inéquation 4.5 est applicable lorsque qu’aucune intervention externe n’est exercée sur le système. Qu’en est-il alors pour les cas où la solidification se fait en présence d’agitation comme dans les procédés de solidification avec agitation? Il faut en effet que la turbulence qui existe dans le liquide ait un impact sur la solidification et que cet apport puisse s’exprimer dans l’inégalité 4.5. La résolution de ce problème doit comprendre les deux aspects qui peuvent être influencés par la convection dans le liquide: le transfert thermique et le transfert de masse. Il est relativement trivial de comprendre que l’agitation aura pour effet “d’applatir” le gradient thermique réel dans le liquide autour d’un grain équiaxe ($T_r \approx 0$). Afin de prendre en compte le transfert de masse, il serait souhaitable de trouver un coefficient de diffusion effectif qui remplacerait le coefficient de diffusion dans l’inégalité 4.5. Il est possible, à cet effet, de tirer profit du nombre adimensionnel de Sherwood (Sh) qui est le rapport du transfert de matière par convection sur le transport par diffusion. Pour une sphère solide évoluant dans un liquide dont la vitesse relative est définie par rapport à un point de référence fixe dans le système ($v_\infty = v_{fluide} - v_{sphere}$), le nombre de Sherwood peut être décrit par la relation suivante [48]. Il est fonction des nombres

adimensionnels de *Reynolds* et de *Schmidt*:

$$Sh = \frac{k_{tm}d}{D} = f(Re, Sc) \quad (4.6)$$

$$\frac{k_{tm}2r}{D} = 2 + C_1(Re \times Sc)^{1/3} \quad (4.7)$$

$$\frac{k_{tm}r}{D} = \frac{2}{2} + \frac{C_1}{2} \left(\frac{\rho v_{\infty} d}{\mu} \times \frac{\mu}{\rho D} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (4.8)$$

$$k_{tm}r = D \left[1 + C_2 \left(\frac{v_{\infty} d}{D} \right)^{\frac{1}{3}} \right] \quad (4.9)$$

$$= D + C_3 \left(\frac{v_{\infty} d}{D} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (4.10)$$

$$\Rightarrow D_{eff} = D + f(v_{\infty}) \quad (4.11)$$

Ainsi, lorsque v_{∞} tend vers zéro, D_{eff} ($= k_{tm}r$) tend vers le coefficient de diffusion moléculaire. En traçant la valeur du nombre de Sherwood en fonction de v_{∞} et du diamètre de la particule, on obtient une tendance telle que celle illustrée à la figure 4.3.

Sur la figure 4.3 on voit bien que la vitesse du fluide par rapport à la particule a un effet significatif sur le transfert de matière. Par contre, la quantification de cette vitesse est relativement complexe. Il faut en effet tenir compte de la force de friction qu'exerce le fluide sur la particule et qui est responsable de son mouvement. Qui plus est, cette force dépend de la vitesse absolue du liquide et de la géométrie de la particule. Il n'est donc pas simple de quantifier cette grandeur. Il est cependant raisonnable de supposer qu'augmenter le niveau de turbulence dans le système aura pour effet d'augmenter v_{∞} . Cette supposition faite, il est possible de modifier l'équation 4.5,

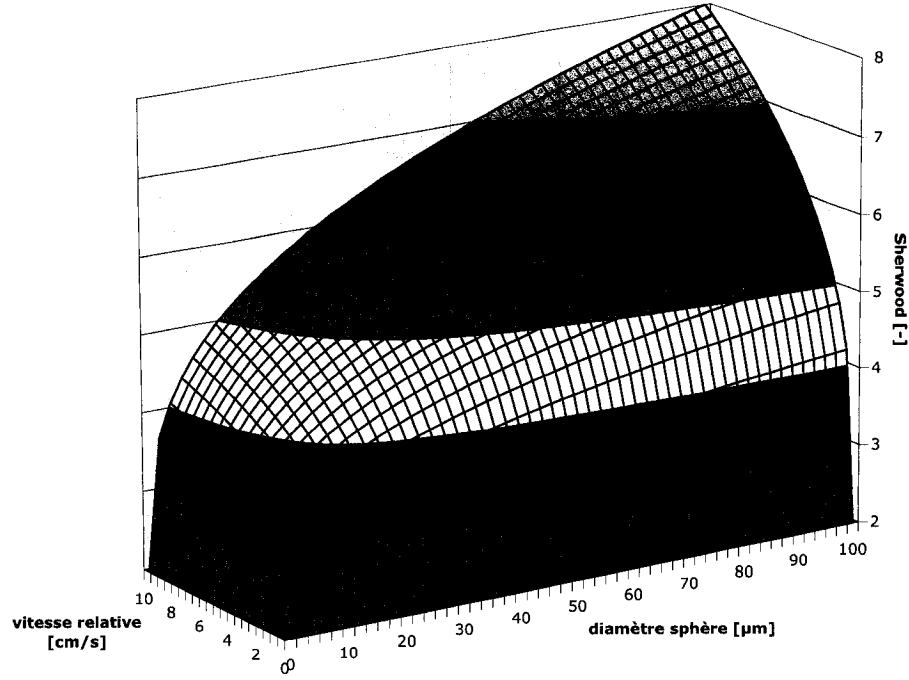


Figure 4.3 Évolution du nombre de Sherwood en fonction de la vitesse terminale de la particule et de son diamètre ($D = 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{s}$)

afin d'y inclure cet élément de turbulence qu'est le coefficient de diffusion effectif:

$$\frac{mVC_0(k^{-1} - 1)}{\gamma_{SL}D_{eff}} < \frac{\omega^2}{\Delta s_f} \quad (4.12)$$

4.3 Évolution de la morphologie de solidification

Lorsque les paramètres de solidification satisfont l'inéquation 4.12, les perturbations ne sont jamais "stables" et se résorbent d'elles mêmes pour conserver une interface plane. Il est donc possible de faire varier les différents paramètres de solidification afin de conserver une telle interface plane.

Dans l'inéquation 4.12 se trouvent deux "types" de paramètres: les premiers de

nature chimique, et les seconds de nature cinétique. Les paramètres chimiques font référence à la nature et à la composition de l'alliage étudié, ce sont des paramètres internes à la solidification. Ce groupe est composé de la pente du liquidus (m), de la composition nominale de l'alliage (C_0), du coefficient de partage (k) et de la tension d'interface solide/liquide (γ_{SL}). Les caractéristiques qui sont au numérateur auront un effet nuisible à la stabilité de l'interface lorsque leur valeur augmentera. La tension de l'interface solide/liquide, quant à elle au dénominateur, stabilisera l'interface en augmentant.

Le second type de paramètres concerne les conditions de cinétique, donc des paramètres externes. Ce groupe est constitué de la vitesse de propagation de l'interface solide/liquide (V) et du coefficient de diffusion effectif (D_{eff})¹. La vitesse de propagation de l'interface, ou vitesse de solidification, est directement liée au taux d'extraction de chaleur alors que le coefficient de diffusion effectif est lié au niveau de turbulence qui existe dans le liquide. Donc en faisant croître les particules plus lentement, i.e. refroidir le système plus lentement, on favorise l'inéquation 4.12. Pour sa part, la valeur de D_{eff} augmente avec l'intensification de l'agitation. Il en découle que l'interface se stabilisera avec l'accroissement de l'agitation. À cet effet, les figures 4.4, 4.5 et 4.6 montrent des morphologies obtenues en solidifiant dans différents niveaux de turbulence et de refroidissement qui sont analogues à celles qui ont été obtenues dans cette étude.

Les figures 4.4 et 4.5 proviennent de modélisations numériques tirées de la littérature. Les résultats de simulations de la figure 4.4 ont été obtenus par une méthode statistique de type Monte-Carlo pour simuler les sauts atomiques (agitation atomique). La façon par laquelle les chercheurs ont modélisé l'augmentation de la turbulence est en augmentant la probabilité qu'ont les particules à faire des sauts plus longs et

¹ D_{eff} tend vers D lorsque v_∞ tend vers zéro. Dans cette condition, le coefficient de diffusion moléculaire D est un paramètre de nature chimique

dans plus de directions. Il est possible de voir sur cette figure 4.4 que la morphologie passe de dendritique, à rosette, à globulaire avec l'augmentation de la probabilité des longs sauts [14]. La figure 4.5 permet également d'apprécier comment évolue la morphologie des particules croissant dans diverses conditions. Les résultats reposent sur la quantification du rayon équivalent à la surface de la particule sur le rayon inscrivant la particule, puis de solutionner les équations de diffusion et de chaleur aux pointes et aux racines [15].

La figure 4.6 montre des morphologies obtenues à différents taux de cisaillement dans une machine de rhéo-moulage à double vis (*twin screw rheo molder*) [14]. Les particules y sont dendritiques lorsque l'agitation est nulle. Elles ont par la suite une morphologie "rosette" à un niveau d'agitation supérieur puis globulaire à très forte agitation. Les résultats des spirales de coulabilité se situent entre les états "rosette" et globulaire. Le taux de cisaillement n'est pas uniforme sur toute la section de la spirale alors il est possible d'y retrouver une gamme de morphologies. Néanmoins, le principe de croissance globulaire en milieu agité est évident et la nouvelle inéquation permet de prédire le sens que prendra la morphologie de croissance avec l'intensification de l'agitation.

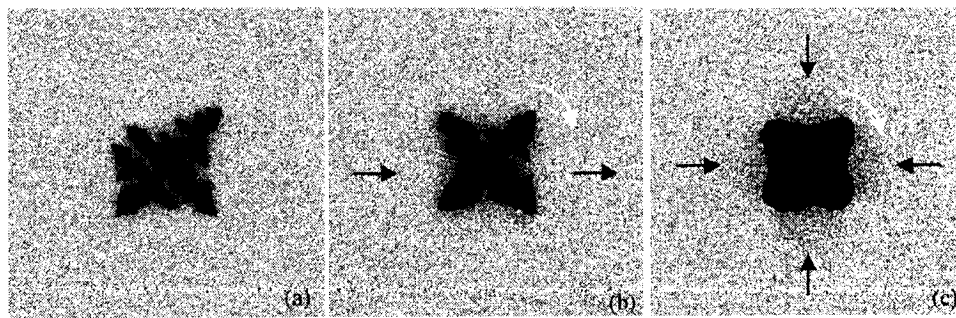


Figure 4.4 Simulation des sauts des atomes par une méthode Monte-Carlo, la probabilité des longs sauts est augmentée de (a) vers (c) [14]

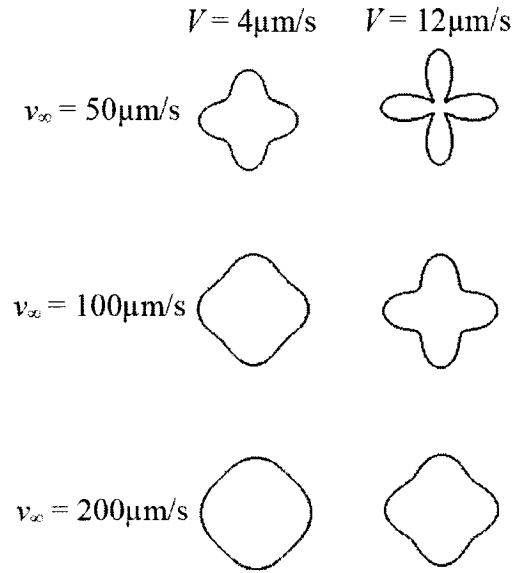


Figure 4.5 Simulation de la morphologie de solidification en fonction de la vitesse de croissance V et de la vitesse du fluide v_∞ [15]

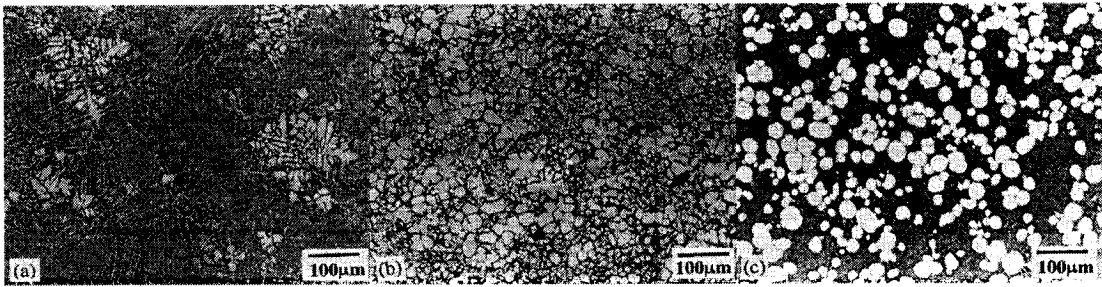


Figure 4.6 Globulisation de la phase primaire pour différents taux de cisaillement (vitesse d'agitation) dans le liquide, (a) $\dot{\gamma} = 0 \text{ s}^{-1}$, (b) $\dot{\gamma} = 41 \text{ s}^{-1}$, (c) $\dot{\gamma} = 3625 \text{ s}^{-1}$ [14]

CONCLUSION

Les objectifs de ce travail de maîtrise étaient centrés sur la technologie à l'état semi-solide du thixomoulage. L'installation d'une nouvelle machine dédiée à la recherche a nécessité de se familiariser avec le procédé et les mécanismes qui dictent le comportement final des pièces produites. La courbe d'apprentissage a été raide au départ mais le niveau de connaissance actuel permet d'apprécier le dur labeur des membres de l'équipe. Les premiers objectifs précis étaient donc de caractériser les propriétés mécaniques des pièces produites et de voir l'influence de certains paramètres d'opération de la machine sur les propriétés. Un autre objectif, plus ambitieux, était d'apporter une certaine contribution à l'avancement des connaissances sur les métaux à l'état semi-solide.

Pour arriver à ces fins, des essais de solidification en laboratoire et des injections à l'aide de la machine de thixomoulage ont été réalisés. Les essais en laboratoire ainsi que les spirales de coulabilité, moulées par la presse industrielle de thixomoulage, permettent de mettre en valeur les effets de la convection sur la cinétique de croissance des particules. Ainsi, les essais en laboratoire consistaient à imposer un refroidissement continu à une masse de magnésium agitée à différents niveaux de turbulence. L'injection des spirales à l'état liquide a permis, quant à elle, de retracer l'historique thermique et hydrodynamique soumis au métal tout au long de son parcours dans le moule.

Les autres pièces fabriquées par thixomoulage, des éprouvettes de traction standardisées, ont permis de déterminer l'influence des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques. Les paramètres étudiés sont la vitesse d'injection et la fraction de solide. Différents alliages ont été injectés mais seuls les alliages AZ91D et AM60 ont pu être étudiés convenablement. Néanmoins, les résultats des alliages à haute résistance au

fluage a permis de tirer certaines conclusions et sont très prometteurs pour l'avenir.

Les résultats de solidification en laboratoire montrent une globulisation avec l'intensification de la turbulence. Ce résultat est apprécié par la diminution du facteur de forme qui quantifie la morphologie des particules de solide et cette progression tend vers les valeurs théorique d'une sphère. Les spirales de coulabilité ont, quant à elles, illustré la compétitivité des mécanismes de germination et de croissance. La germination s'est en effet avérée préférée à la croissance même pour de très faibles surfusions puisque la taille moyenne et la morphologie des particules de solide restent constantes tout au long de la spirale. Ainsi, il est possible d'affirmer que ces deux mécanismes sont influencés par la turbulence.

Par la suite, une nouvelle réflexion sur l'évolution de la morphologie de croissance est proposée pour y inclure un élément de turbulence. En se basant sur les facteurs qui influencent les perturbations qui sont imposées à une surface par l'état de surfusion structurale, il est possible de retrouver une relation analytique, ou critère de stabilité d'interface, permettant d'évaluer l'impact de la cinétique de solidification sur la morphologie de croissance. Cette relation analytique inclut un élément de turbulence par l'entremise d'un coefficient de diffusion effectif. Le moyen par lequel il est possible d'inclure un élément de vitesse est en utilisant le nombre adimensionnel de *Sherwood* qui relativise le transfert de matière par rapport à la diffusion moléculaire. Ce nouveau coefficient varie proportionnellement avec le niveau de turbulence par une fonction des nombres de *Reynolds* et de *Schmidt*. Inclure ce nouveau coefficient de diffusion effectif dans le critère de stabilité d'interface permet d'expliquer comment une interface plane peut être conservée lors de la solidification équiaxe.

Les résultats mécaniques montrent que la vitesse d'injection et la fraction de solide influencent directement les propriétés mécaniques. La vitesse d'injection est un analogue du temps de remplissage et ce mécanisme est en compétition

avec l'extraction de la chaleur. Une fois solidifié, le métal ne s'écoule plus. Les meilleurs remplissages ont été réalisés aux plus grandes vitesses et ont produit les meilleures propriétés mécaniques. Le second paramètre, la fraction de solide, influence aussi grandement les propriétés mécaniques. Pour les alliages AZ91D et AM60, la limite conventionnelle d'élasticité et la résistance à la traction diminuent, quoique légèrement, avec l'accroissement de la fraction de solide. L'allongement à la rupture de l'alliage AM60 a également un comportement similaire dans l'intervalle de fraction de solide étudié. Pour sa part, l'allongement à la rupture de l'alliage AZ91D présente un maximum aux environs de 7-8% de fraction de solide. Ces deux alliages ont obtenu des propriétés moyennes plus élevées que ce qui se trouve dans la littérature. Cet accroissement des propriétés mécaniques provient du temps de solidification plus court qui diminue l'espacement des bras de dendrites secondaires. Cette mesure est analogue à la taille des grains pour les alliages corroyés.

Dans le cas des alliages à haute résistance au fluage (AE63, AJ62 et MRI-153), les résultats ne sont pas aussi probants que dans le cas des alliages AM60 et AZ91D. De grandes difficultés à mouler les alliages avec les terres rares n'ont pas permis d'obtenir des pièces correctement remplies. Ceci est dû au plus haut point de fusion de ces alliages qui ne peut être atteint avec la machine de thixomoulage. Les résultats mécaniques sont le reflet de mauvais remplissages. Par ailleurs, puisque la limite conventionnelle d'élasticité obtenue pour l'alliage MRI-153 surpasse celle de la fiche technique du fabricant, il faut croire que la résistance à la traction et l'allongement peuvent s'améliorer avec un meilleur remplissage. De plus, il n'y a pas de doute que les deux autres alliages à haute résistance au fluage, le AE63 et le AJ62, connaîtront une amélioration similaire avec un meilleur remplissage de moule.

Globalement, ce travail a tout d'abord permis de faire un peu de lumière sur l'origine des structures non-dendritiques à l'état semi-solide en proposant un nouveau formalisme permettant de faire progresser une interface plane sur un grain équiaxe.

Il semble que cette approche pourrait également s'appliquer à la germination mais il faudrait davantage de recherche dans cette direction pour en avoir le coeur net. À cet effet, une étude approfondie sur l'énergie d'activation de la diffusion moléculaire ainsi que des spirales injectées dans différentes conditions de vitesse et de température pourraient aider à comprendre les mécanismes en jeu.

Ensuite, la caractérisation mécanique montre bien l'avantage de mettre en forme à des températures près du liquidus ou même légèrement inférieures au liquidus. À ces températures, la chaleur est extraite beaucoup plus rapidement formant ainsi une structure plus fine avec des propriétés mécaniques supérieures. Beaucoup de travail reste à faire pour les alliages à haute résistance au fluage. Il faut à cet effet tenter d'augmenter la température du baril d'injection de la machine de thixomoulage. Ceci permettrait de contrôler la fraction de solide d'une part, et de contrôler la séquence de précipitation des intermétalliques d'autre part.

La recherche dans le domaine du thixomoulage ne fait que commencer. Les travaux portant notamment sur la modélisation de l'écoulement pour l'optimisation des géométries de moules, l'optimisation des paramètres d'injection, etc., doivent être poussés plus loin, ainsi que les essais de caractérisation rhéologique de la matière première et de caractérisation mécanique de produits finis. Il serait également souhaitable de changer le moule des éprouvettes de traction pour avoir un remplissage plus "linéaire" sans cavité centrale tubulaire, et doté de cavités de trop-plein (*overflow*).

RÉFÉRENCES

- [1] M. Suéry. M612–Mise en forme à l'état semi-solide: rhéoformage et thixoformage. *Techniques de l'ingénieur*.
- [2] Z. Fan. Semisolid metal processing. *International Materials Reviews*, 47(2):1–37, 2002.
- [3] D. B. Spencer, R. Mehrabian, and M. C. Flemings. Rheological behavior of Sn-15%Pb in the crystallization range. *Metallurgical Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science)*, 3(7):1925–32, 1972.
- [4] E. F. Fascetta, R. G. Riek, R. Mehrabian, and M. C. Flemings. Die casting partially solidified high copper content alloys. *AFS Cast Metals Research Journal*, 9(4):167–171, 1973.
- [5] M. C. Flemings and R. Mehrabian. Casting semi-solid metals. *Modern Casting*, 63(12):31–33, 1973.
- [6] R. Mehrabian and M. C. Flemings. Casting semi-solid aluminum alloys. *Aluminium*, 51(11):710–715, 1975.
- [7] M. C. Flemings, R. G. Riek, and K. P. Young. Rheocasting processes. *AFS International Cast Metals Journal*, 1(3):11–22, 1976.
- [8] M. C. Flemings, R. G. Riek, and K. P. Young. Rheocasting. *Materials Science and Engineering*, 25(1-2):103–117, 1976.
- [9] M. C. Flemings. Behaviour of metals in the semisolid state. *Met. Trans. A*, 22A:957–981, May 1991.
- [10] J. Pilling and A. Hellawell. Mechanical deformation of dendrites by fluid flow. *Met. Mat. Trans. A*, 27A(1):229–232, 1996.

- [11] S. Ji and Z. Fan. Microstructural evolution of semi-solid Sn-15wt%Pb alloys under high shear rate and high intensity of turbulence. *6th International Conference, Semi-solid processing of alloys and composites, Turin, Italy, September*, pages 723–728, 2000.
- [12] B. Cantor and A. Vogel. Dendritic solidification and fluid flow. *Journal of Crystal Growth*, 41(1):109–123, 1977.
- [13] A. Vogel and B. Cantor. Stability of a spherical particle growing from a stirred melt. *Journal of Crystal Growth*, 37(3):309–316, 1977.
- [14] A. Das and Z. Fan. A monte carlo simulation of solidification structure formation under melt shearing. *Mat. Sci. and Eng.*, A365:330–335, 2004.
- [15] S. Wu, X. Wu, and Z. Xiao. A model of growth morphology for semi-solid metals. *Acta Materialia*, 52:3519–3524, 2004.
- [16] W. J. Boettinger, S. R. Coriell, A. L. Greer, A. Karma, W. Kurz, M. Rappaz, and R. Trivedi. Solidification microstructures: recent developments, future directions. *Acta Materialia*, 48(1):43–70, 2000.
- [17] A. Das, S. Ji, and Z. Fan. Morphological development of solidification structures under forced fluid flow: a monte-carlo simulation. *Acta Materialia*, 50:4571–4585, 2002.
- [18] R. Andy Martinez, A. Karma, and M. C. Flemings. Spheroidal particle stability in semisolid processing. *Met. Mat. Trans. A*, 37(9):2807–2815, 2006.
- [19] D.A. Porter and K.E. Easterling. *Phase Transformations in Metals and Alloys*. Nelson Thornes, 2nd edition, 1992.
- [20] A. Vogel, R.D. Doherty, and B. Cantor. *Solidification and casting of metals*. The Metals Society, 1979.

- [21] J.M.M. Molenaar, F.W.H.C. Salemans, and L. Katgerman. *J. Mater. Sci.*, 20:4335–4344, 1985.
- [22] D.M. Smith, J.A. Eadyl, M. Hogan, and D.W. Irwin. *Met. Trans. A*, 22A:575–584, 1991.
- [23] S. Ji, Z. Fan, and M.J. Bevis. Semi-solid processing of engineering alloys by a twin-screw rheomoulding process. *Mat. Sci. and Eng.*, 299:210–217, 2001.
- [24] S. Ji and Z. Fan. Solidification behavior of Sn-15Pb alloy under a high shear rate and high intensity of turbulence during semisolid processing. *Met. Mat. Trans. A*, 33(11):3511 – 3520, 2002.
- [25] W. Kurz and D.J. Fisher. *Fundamentals of Solidification*. Trans Tech Publications, 4th edition, 1998.
- [26] Factsage, logiciel de calcul thermochimique. <http://www.factsage.com/>.
- [27] J. Campbell. *Castings*. Elsevier, 2nd edition, 2003.
- [28] Standard specification for magnesium-alloy die castings. *ASTM International*, B94 (2005).
- [29] G.V. Raynor. *The Physical Metallurgy of Magnesium and its Alloys*. Pergamon Press, Oxford, UK, 1959.
- [30] Mihriban O. Pekguleryuz. Development of creep resistant magnesium diecasting alloys. *Materials Science Forum*, 350-351:131–140, 2000.
- [31] Husky injection molding systems, ltd. <http://www.husky.ca>.
- [32] F. Czerwinski. On the generation of thixotropic structures during melting of Mg-9Al-1Zn alloy. *Acta Materialia*, 50:3265–3281, 2002.

- [33] Nursen Saklakoglu, I. Etem Saklakoglu, Metin Tanoglu, Ozgu Oztas, and Onder Cubukcuoglu. Mechanical properties and microstructural evaluation of AA5013 aluminum alloy treated in the semi-solid state by sima process. *Journal of Materials Processing Technology*, 148(1):103–107, 2004.
- [34] Q. Q. Zhang, Z. Y. Cao, Y. F. Zhang, G. H. Su, and Y. B. Liu. Effect of compression ratio on the microstructure evolution of semisolid AZ91D alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 184(1-3):195–200, 2007.
- [35] Andreas Dworog. *Grundlagen des Magnesiumspritzgießens (Bases du moulage par injection du magnésium)*. PhD thesis, Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen (École Polytechnique de Rhénanie-du-Nord-Westphalie à Aachen), 2002.
- [36] F. Czerwinski, A. Zielinska-Lipiec, P. J. Pinet, and J. Overbeeke. Correlating the microstructure and tensile properties of a thixomolded AZ91D magnesium alloy. *Acta Materialia*, 49(7):1225–1235, 2001.
- [37] Ya. B. Unigovski, Z. Koren, H. Rosenson, E. M. Gutman, and A. Eliezer. Development of semisolid casting for AZ91 and AM50 magnesium alloys. *Journal of Light Metals*, 2(2):81–87, 2002.
- [38] F. Czerwinski. Near-liquidus molding of Mg–Al and Mg–Al–Zn alloys. *Acta Materialia*, 53:1973–1984, 2005.
- [39] Standard specification for magnesium-alloy sand castings. *ASTM International*, B80 (2005).
- [40] Standard specification for magnesium-alloy permanent mold castings. *ASTM International*, B199 (2005).
- [41] Malachi P. Kenney, James A. Courtois, Robert D. Evans, Gilbert M. Farrior, Curtis P. Kyonka, Alan A. Koch, and Kenneth P. Young. *ASM Handbook*,

- volume 15, chapter Semisolid Metal Casting and Forging, pages 327–338. ASM International, 1988.
- [42] G.K. Sigworth. Rheological properties of metal alloys in the semi-solid state. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 35(2):101–122, 1996.
- [43] M.C. Flemings. *Solidification Processing*. Materials Science and Engineering Series. McGraw-Hill, 1974.
- [44] Standard test methods of tension testing wrought and cast aluminum- and magnesium-alloy products [metric]. *ASTM International*, B557M (2002).
- [45] W. R. Loue and M. Suery. Microstructural evolution during partial remelting of Al-Si7Mg alloys. *Materials Science and Engineering A*, 203(1-2):1–13, 1995.
- [46] Frank Ajersch, Jean-François Dionne, Jean-François Moisan, and Colin Barbeau. Thixomoulding trials, microstructural analysis and mechanical properties of commercial creep resistant magnesium alloys. Technical report, G-Mag international, 2007.
- [47] Creep resistant alloy fact sheet. Technical report, Dead Sea Magnesium, Israel.
- [48] R.B. Bird, W.E. Stewart, and E.N. Lightfoot. *Transport Phenomena*. Wiley, 2nd edition, 2002.
- [49] *ASM Handbook: Phase diagrams*, volume 3. ASM International.

ANNEXE I

DIAGRAMMES D'ÉQUILIBRE

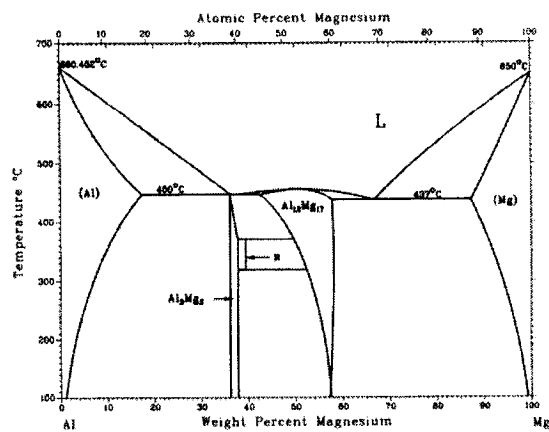


Figure I.1 Diagramme d'équilibre Al-Mg [49]

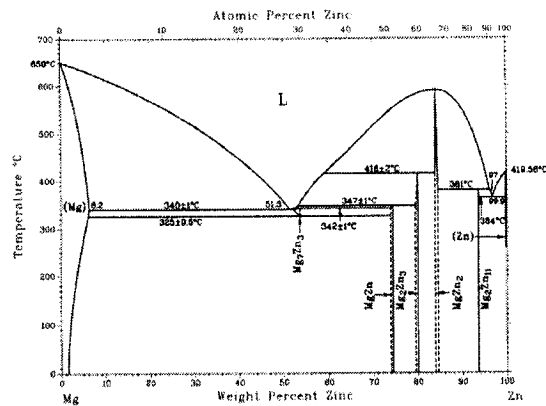


Figure I.2 Diagramme d'équilibre Mg-Zn [49]

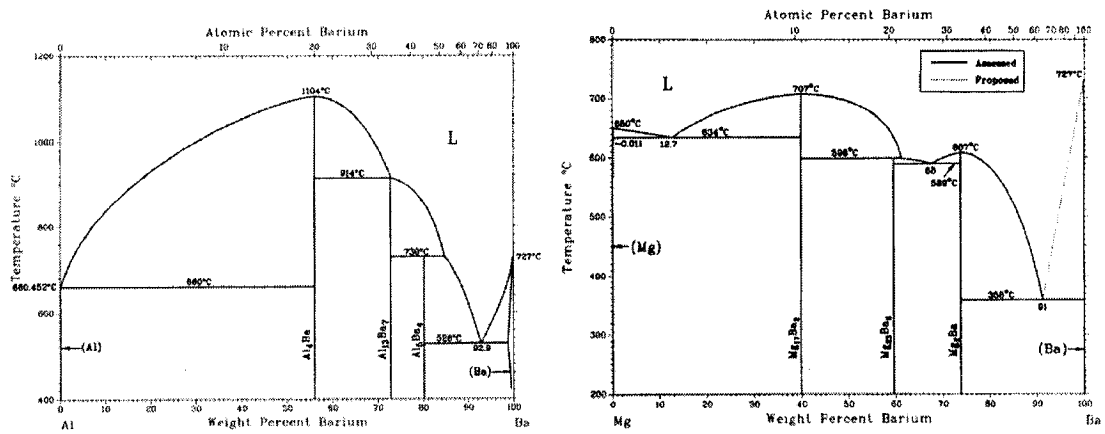


Figure I.3 Diagrammes d'équilibre Al-Ba et Mg-Ba [49]

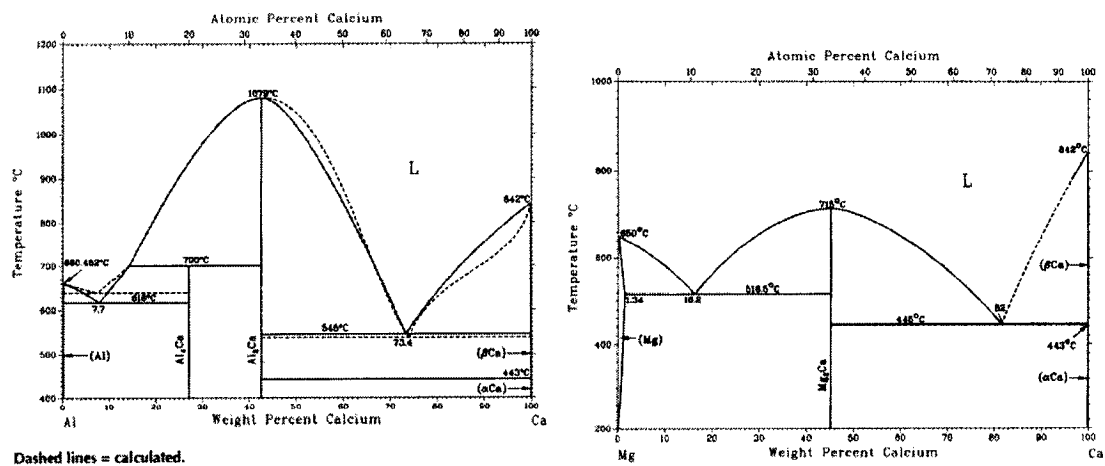


Figure I.4 Diagrammes d'équilibre Al-Ca et Mg-Ca [49]

Figure I.6 Diagrammes d'équilibre Al-Gd et Mg-Gd [49]

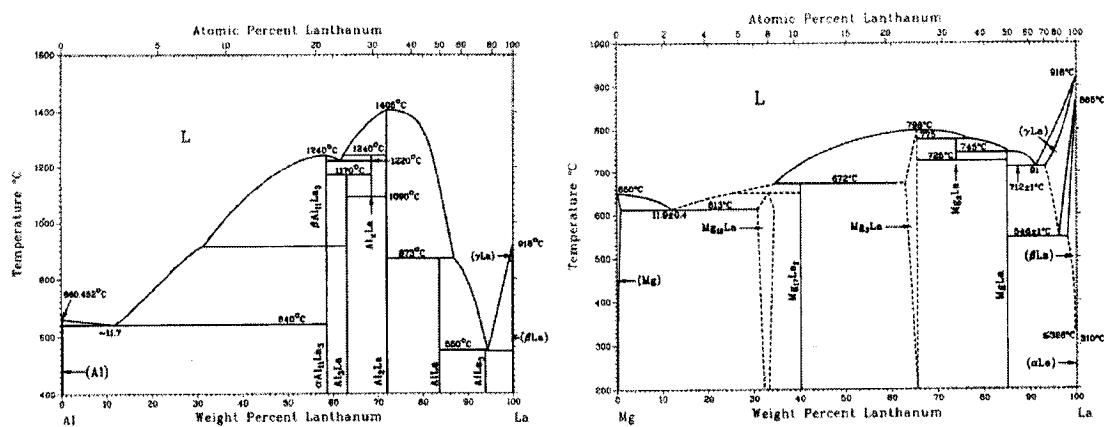


Figure I.7 Diagrammes d'équilibre Al-La et Mg-La [49]

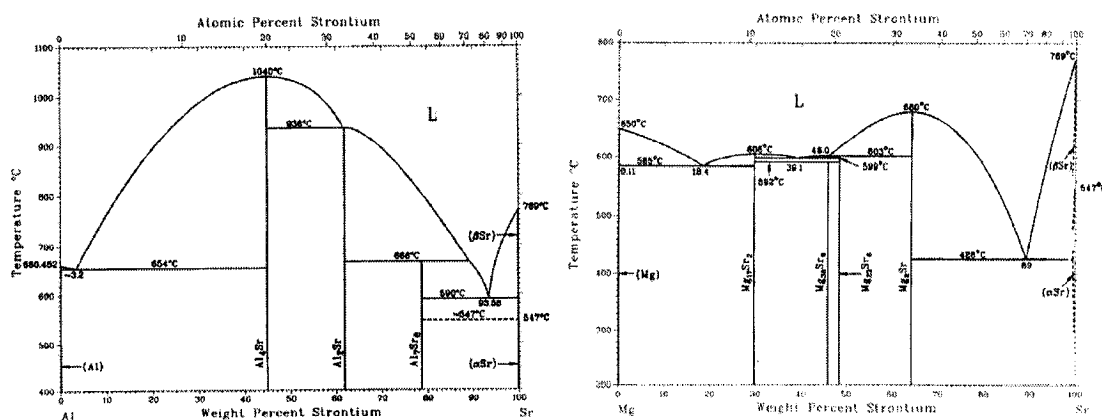


Figure I.8 Diagrammes d'équilibre Al-Sr et Mg-Sr [49]

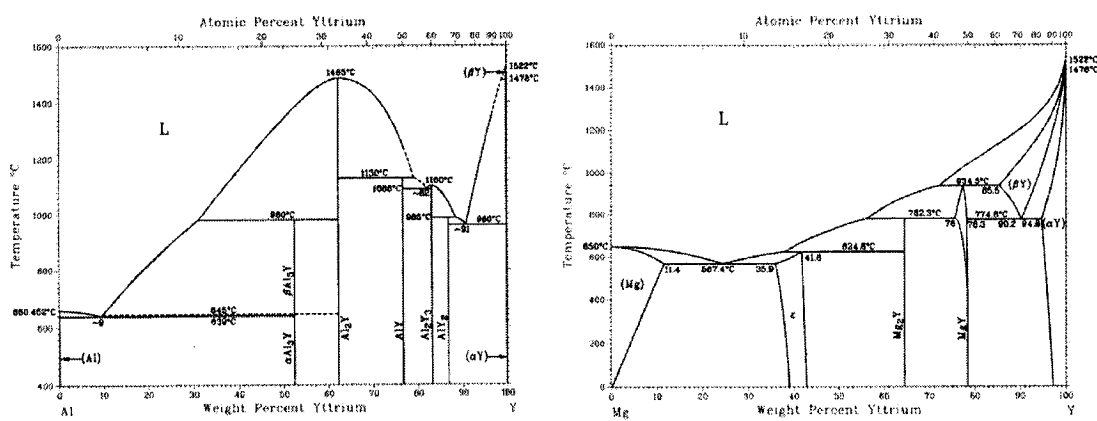


Figure I.9 Diagrammes d'équilibre Al-Y et Mg-Y [49]

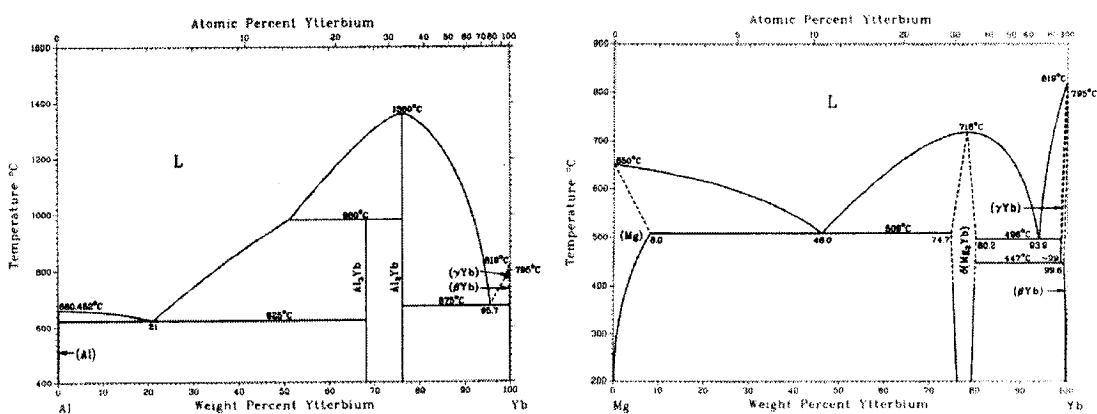


Figure I.10 Diagrammes d'équilibre Al-Yb et Mg-Yb [49]

ANNEXE II

CALCULS MATHÉMATIQUES

II.1 Chaleur de solidification pour le calcul de l'espacement des bras de dendrites secondaires

Calcul de la chaleur à extraire pour solidifier un cylindre de 1 cm de diamètre par 10 cm de long selon les procédés de coulée sous pression (60°C de surchauffe) et en thixomoulage (5% de fraction de solide). La quantité de chaleur à extraire pour compléter la solidification dans les deux cas peut être calculé de la façon suivante:

- $C_p = 1,05 \text{ J/gK}$
- $\Delta H_f = 373 \text{ J/g}$
- $\rho = 1,81 \text{ g/cm}^3$

Masse de métal:

$$m = \rho V = 1,81 \times \frac{10\pi}{4} = 14,2 \text{ g} \quad (\text{II.1})$$

Coulée sous pression (60°C de surchauffe):

$$H = mC_p\Delta T + m\Delta H_f = (14,2)(1,05)(60) + (14,2)(373) = 6\,191,2 \text{ J} \quad (\text{II.2})$$

Thixomoulage (5% de fraction de solide):

$$H = (1 - f_s)m\Delta H_f = (1 - 0,05)(14,2)(373) = 5\,031,8 \text{ J} \quad (\text{II.3})$$

Ceci représente une économie d'un peu moins de 20% en énergie à extraire (sans compter qu'il faut également fournir de l'énergie pour porter la masse de métal à cette température). Puisque les moules utilisés dans les deux procédés sont supposés avoir la même capacité à extraire la chaleur, le temps nécessaire pour compléter la solidification sera relié à la chaleur intrinsèque de la masse coulée. Ainsi, les pièces moulées avec une fraction de solide peuvent avoir un espacement des bras de dendrites secondaires plus faible, donc avec de meilleures propriétés mécaniques.

II.2 Longueur de la spirale

Calcul de la longueur de la spirale de coulabilité par le calcul de la perte de charge [48]. Les facteurs de friction des contractions, les coudes, le canal de coulée et le canal d'alimentation sont négligés. Hypothèses de départ:

- La pression d'injection est de $800 \text{ psi} = 55,16 \text{ MPa}$;
- La vitesse du piston d'injection est de 2 m/s ;
- Le diamètre du piston d'injection est de 7 cm ;
- La section rectangulaire de la spirale fait $2,5 \text{ mm}$ par 12 mm ;
- La densité du Mg à la température de fusion est $\rho = 1590 \text{ kg/m}^3$;
- La viscosité du Mg à la température de fusion est de $\mu = 1,25 \text{ mPa s}$;
- Écoulement dans 2 spirales concentriques à la fois.

Calcul du rayon hydraulique moyen:

$$R_h = \frac{\text{Aire}}{\text{Perimetre}} = \frac{12 \times 2,5}{(2 \times 12) + (2 \times 2,5)} = 1,03 \text{ mm} \quad (\text{II.4})$$

Calcul de la vitesse d'écoulement dans la spirale:

$$v_{piston} \times S_{piston} = v_{spirale} \times 2S_{spirale} \quad (\text{II.5})$$

$$v_{spirale} = \frac{v_{piston} \times S_{piston}}{2S_{spirale}} = \frac{2 \times \frac{\pi(7)^2}{4}}{2(1,2 \times 0,25)} = 128,3 \text{ m/s} \quad (\text{II.6})$$

Calcul du nombre de Reynolds:

$$Re = \frac{4R_h \rho v_{spirale}}{\mu} = \frac{4(1,03 \times 10^{-3})(1590)(128,3)}{1,25 \times 10^{-3}} = 672\,374 \quad (\text{II.7})$$

Supposons un tube lisse, le facteur de friction est donné par la relation suivante:

$$f = \frac{0,0791}{Re^{0,25}} = 2,76 \times 10^{-3} \quad (\text{II.8})$$

La chute de pression s'obtient ensuite:

$$f = \frac{2R_h \Delta P}{L \rho v^2} \Rightarrow L = \frac{2R_h \Delta P}{f \rho v^2} \quad (\text{II.9})$$

$$L = \frac{2(1,03 \times 10^{-3})(55,16 \times 10^6 - 101,3 \times 10^3)}{(2,76 \times 10^{-3})(1590)(128,3)^2} = 1,57 \text{ m} \quad (\text{II.10})$$

Ceci correspond à toute fin pratique, à la longueur de la spirale plus la distance la séparant du point d'injection. La longueur de la spirale est donc dictée par la perte de charge et non par l'accroissement de la viscosité due à la fraction de solide [43]. De plus, le taux de cisaillement est suffisamment élevé pour que la viscosité apparente soit très près de la viscosité du métal liquide tout au long de son parcours à défaut de quoi, la spirale aurait été beaucoup plus courte.