

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR
BADJI MOKHTAR UNIVERSITY



جامعة باجي مختار عنابة
Année 2015

Faculté des Sciences
Département de Physique

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES

**Elaboration des Alliages de Fonderie Cristallisés par
Solidification Dirigée**

Option : Science des Matériaux

Par

Khadoudja GHEDJATI

Directeur de thèse : Mohamed Seghir HAMANI MC.A Univ. Badji Mokhtar –Annaba

Co-directeur de thèse : Mostepha Benchiheub MC.A. Univ. Badji Mokhtar – Annaba

Devant le jury

Président:	Abdelhamid SOUABI	MCA. Univ. Badji Mokhtar – Annaba
Examineur:	Athmane MEDDOUR	Pr. Univ Guelma – Guelma
Examineur:	Ahmed BELLAOUAR	Pr. Univ. Mentouri – Constantine
Examineur:	Ahmed BELBAH	MCA. Univ. Guelma – Guelma
Membre invité:	Eric FLEURY	Pr. Univ. Lorraine Nancy -Metz

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR
BADJI MOKHTAR UNIVERSITY



جامعة باجي مختار عنابة
Année 2015

Faculté des Sciences
Département de Physique

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES

**Elaboration des Alliages de Fonderie Cristallisés par
Solidification Dirigée**

Option : Science des Matériaux

Par

Khadoudja GHEDJATI

Directeur de thèse : Mohamed Seghir HAMANI MC.A Univ. Badji Mokhtar –Annaba

Co-directeur de thèse : Mostepha Benchiheub MC.A. Univ. Badji Mokhtar – Annaba

Devant le jury

Président:	Abdelhamid SOUABI	MCA. Univ. Badji Mokhtar – Annaba
Examineur:	Athmane MEDDOUR	Pr. Univ Guelma – Guelma
Examineur:	Ahmed BELLAOUAR	Pr. Univ. Mentouri – Constantine
Examineur:	Ahmed BELBAH	MCA. Univ. Guelma – Guelma
Membre invité:	Eric FLEURY	Pr. Univ. Lorraine Nancy -Metz

Remerciements

Le travail présenté dans cette thèse de DOCTORAT a été initié au laboratoire LASMA, Université Badji-Mokhtar de Annaba.

L'achèvement de ce travail n'aurait pas été possible sans la précieuse contribution de nombreuses personnes.

J'adresse mes sincères remerciements à mon directeur de thèse Mohamed Seghir HAMANI et à mon co-directeur Mostepha BENCHIHEUB pour m'avoir encadré durant ces travaux de thèse et pour la confiance qu'ils m'ont accordé. Leurs précieux conseils et leurs compétences mais également leurs qualités humaines et leur soutien m'ont permis de mener à bien ce travail.

Je tiens à remercier Monsieur Abdelhamid SOUABI, Maître de Conférences à l'Université de Annaba, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse, pour sa disponibilité et son aide pour les essais expérimentaux avec toujours la bonne humeur et l'optimisme.

Je remercie également Monsieur Athmane MEDDOUR, Professeur à l'Université de Guelma, Monsieur Ahmed BELLAOUAR, Professeur à l'université de Constantine et Monsieur Ahmed BELBAH, Maître de Conférences à l'université de Guelma, pour avoir accepté d'examiner ce manuscrit.

Je suis aussi très sensible au fait que Monsieur Eric FLEURY, Professeur à l'université de Lorraine -Metz, ait accepté de participer au jury. Un grand merci pour m'avoir accueilli dans son Laboratoire au sein de son équipe de recherche TPM, pour l'attention portée à mon travail et pour m'avoir dirigé dans la caractérisation de mes échantillons. Je le remercie aussi pour ses grandes qualités scientifiques et humaines, ses compétences ainsi que son enthousiasme et sa bonne humeur. Je lui exprime mon plus vif respect.

Ma reconnaissance et ma gratitude s'adressent également à très chère amie et collègue Mademoiselle Ouanassa GUELATTI, Maître de Conférences à l'université de Souk/Ahras pour sa disponibilité, son aide précieuse et pour le soutien qu'elle m'a apporté dans les moments difficiles.

Je remercie également tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à mes travaux de thèse, en particulier,

Monsieur Khaider BOUACHA, Maitre de Conférences à l'université de Souk/Ahras, pour son aide dans la réalisation du dispositif expérimental et Monsieur Abdelaziz BENAALJIA pour son aide et pour ses conseils.

J'exprime ma profonde reconnaissance à mes très chers parents, à mes frères particulièrement Mourad et Badredine et à mes sœurs Yasmina et Boukia pour leur confiance et pour avoir su m'épauler. Je tiens à leur dire qu'ils sont pour beaucoup dans la réussite de cette thèse. Un énorme merci à mon mari Radouene pour son soutien, sa patience et ses encouragements.

« La recherche procède par des moments distincts et durables, intuition, aveuglement, exaltation et fièvre. Elle aboutit un jour à cette joie, et connaît cette joie celui qui a vécu des moments singuliers. »

L ensemble des notations, nomenclature et abréviations utilisées dans cette thèse sont les suivants :

A	<i>Nombre de Sekerka</i>
C_R	<i>Vitesse de refroidissement (K/s)</i>
C_m	<i>Concentration moyenne (% wt).</i>
C_L	<i>Concentration liquide (% wt).</i>
C_s	<i>Concentration solide moyenne (% wt).</i>
CL	<i>Concentration liquide en rapport avec la courbe de liquidus (% wt).</i>
CS	<i>Concentration solide en rapport avec la courbe de solidus (% wt).</i>
C₀	<i>Concentration liquide de référence (% wt).</i>
C*_s	<i>Concentration solide locale d'une couche formée (% wt).</i>
C*_L	<i>Concentration liquide locale correspondant à une concentration solide (% wt)</i>
C_p	<i>Chaleur spécifique (J.kg⁻¹.K⁻¹).</i>
D	<i>Coefficient de diffusion chimique dans le liquide (m².s⁻¹).</i>
f_L	<i>Fraction liquide.</i>
f_s	<i>Fraction solide.</i>
g	<i>Gravité (m².s⁻¹).</i>
G	<i>Gradient thermique (K.m⁻¹).</i>
G_c	<i>Gradient chimique (wt%.m⁻¹).</i>
KI	<i>Courbure de l'interface (m⁻¹).</i>
KB	<i>Constante de Boltzmann (J.K⁻¹).</i>
K	<i>Coefficient de partage.</i>
L	<i>Chaleur latente (J.kg⁻¹).</i>
m	<i>Pente de liquidus (K.%⁻¹ wt).</i>
Q	<i>Quantité de chaleur (J).</i>
S	<i>Surface (m²)</i>
t	<i>Temps (s).</i>
T	<i>Température (K).</i>

T_0	<i>Température de référence (K).</i>
T_c	<i>Température de nucléation (K).</i>
T_E	<i>Température eutectique (K).</i>
T_L	<i>Température de liquidus (K).</i>
T_S	<i>Température de solidus (K).</i>
T_m, T_F	<i>Température de fusion (K).</i>
T^*	<i>Température de la pointe de dendrite (K).</i>
V	<i>Volume (m^3).</i>
V_T	<i>Vitesse d'avancement du front de solidification ($m.s^{-1}$).</i>
V_0	<i>Volume élémentaire de référence (m^3).</i>
α	<i>Diffusivité thermique ($m^2.s^{-1}$).</i>
B_t	<i>Coefficient d'expansion thermique (K^{-1}).</i>
β_s	<i>Coefficient d'expansion solutale ($\%^{-1} wt$).</i>
Γ	<i>Coefficient de Gibbs-Thomson ($K.m$).</i>
ΔT	<i>Différence de température expérimentale moyenne (K).</i>
ΔT_0	<i>Surfusion totale (K).</i>
ΔT_t	<i>Surfusion thermique (K)</i>
ΔT_c	<i>Surfusion constitutionnelle (K)</i>
ΔT_r	<i>Surfusion de courbure (K)</i>
ΔT^*	<i>Surfusion de la pointe de dendrite (K)</i>
Δt	<i>Pas de temps (s).</i>
ρ	<i>Masse volumique ($kg.m^{-3}$).</i>
ρ_0	<i>Masse volumique de référence ($kg.m^{-3}$).</i>
ρ_s	<i>Masse volumique du solide ($kg.m^{-3}$).</i>
ρ_l	<i>Masse volumique du liquide ($kg.m^{-3}$).</i>
ν	<i>Viscosité cinématique du liquide ($m^2.s^{-1}$).</i>
λ	<i>Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$).</i>
λ_1	<i>Espacement primaire des dendrites).</i>
λ_2	<i>Espacement secondaire des dendrites.</i>

Nous avons élaboré les alliages AlSi10Mg et AlCu33 en utilisant la méthode de solidification dirigée avec différentes vitesses de tir de 500, 833, 1333 et 4000 $\mu\text{m/s}$. Dans ce but, nous avons conçu et réalisé le dispositif de Bridgman au sein du laboratoire LASMA à l'Université Badji-Mokhtar de Annaba. Sur ces alliages, nous avons étudié l'influence de la vitesse de tir sur les propriétés structurales et mécaniques.

Pour l'alliage AlSi10Mg, nous avons d'abord observé un accroissement du nombre de dendrites de la phase α_{Al} , suite à la diminution de la distance inter-dendritique, selon les vitesses croissantes. Les distances entre les dendrites secondaires (SDAS) décroissent aussi. Ensuite, on a noté que les orientations des dendrites se font préférentiellement selon le sens du tir lorsque les vitesses sont faibles et pour des tirs plus rapides, les dendrites croissent d'abord dans le sens du refroidissement mais se cassent ensuite pour laisser d'autres naître. Leurs duretés sont les plus fortes. Nous avons aussi étudié l'influence de la conicité des échantillons ($\theta = 5^\circ$ et 10°) de l'alliage AlSi10Mg; plus l'angle au sommet est petit, plus les dendrites vont mieux s'orienter selon le sens du tir. La dureté y est aussi la plus grande.

Pour l'alliage AlCu33, nous avons étudié d'abord l'influence du milieu de coulée (préalablement dans des moules en sables et dans des tubes en quartz) sur les propriétés microstructurales et mécaniques de l'alliage solidifié uni-directionnellement. A la lumière des résultats obtenus sur cet alliage, on peut déduire que le milieu de coulé a un effet significatif sur la diminution de la surfusion constitutionnelle. On peut déduire également que quand l'alliage est coulé en sable, la structure est fine et les propriétés mécaniques sont meilleures que celles de l'alliage coulé dans le quartz.

De ce fait, l'effet de la variation de la vitesse de tir 500, 833, 1333 et 4000 $\mu\text{m/s}$ sur le processus de solidification de l'alliage AlCu33 élaboré par solidification dirigée est important. Nous avons d'abord observé un affinement de la structure suite à la diminution de la distance inter-dendritique, selon les vitesses croissantes et les distances entre les dendrites secondaires (SDAS) décroissent aussi. Ensuite, on a noté que les orientations des dendrites de la phase eutectique se font préférentiellement selon le sens du tir lorsque les vitesses sont faibles. Les duretés sont les plus fortes pour les vitesses de traction les plus rapides.

Mots clés: Solidification dirigée, Bridgman technique, Dendrites, AlSi10Mg, AlCu33, ...

In this thesis, we have synthesized two kind of alloys AlSi10Mg and AlCu33 using directional solidification with different traction velocity of 500, 800, 1333 and 4000 $\mu\text{m/s}$. So Bridgman technique has been carried out in our LASMA laboratory at Annaba University and on this kind of alloys, we have studied the effect of traction velocity on the structural and mechanical properties.

Firstly, the effect of pulling velocity on the solidification behavior and microstructural parameters were investigated for an AlSi10Mg alloy prepared in a Bridgman-type directional solidification furnace. The microstructure, particularly the secondary dendritic arm spacing (SDAS) and the mechanical properties (hardness HB) of the solidified AlSi10Mg alloys were characterized for samples having a cylindrical shape but at different conicities, i.e., $\theta = 0^\circ$, 5° and 10° . The microstructural studies revealed an increased density of α_{Al} phase dendrites and a decrease in the inter-dendritic distance as the pulling velocity increased. The dendrites orientations are found to be preferentially along the pulling direction for low values of the pulling velocity. For larger values, dendrites grow first in the cooling direction but then break as others nucleate and coarsen. The HB hardness values of the solidified samples increased as the pulling velocity increased. In regard to the sample conicity, the smaller dendrites were observed for apex angle $\theta = 5^\circ$, which resulted in the largest hardness value. This result was interpreted by the favored orientation of the dendrite along the pulling direction.

For AlCu33, we have investigated the effect of leak medium on microstructural and mechanical properties for unidirectionally solidified alloys leaked in sand mould and in quartz tube. From the results, we can deduce that leak medium has a significant effect on the constitutional surfusion. Also, we can deduce that when the alloy is leaked in sand, the structure is fine and the mechanical properties are best then the alloy leaked in a quartz tube.

Key words:

AlSi10Mg, AlCu33 alloy, directionally solidification, Bridgman technique, dendrites, ...

إن الهدف من الدراسة الحالية المتواجدة بالأطروحة هو تحضير نوعين من السبائك AICu33 و AlSi10Mg عن طريق تقنية التصلب الإتجاهي تحت تأثير مختلف سرعات السحب من بينهم 500 - 833 - 1333 و 4000 ميكرومتر / ثانية. لهذا الغرض قمنا بتصميم و انجاز تقنية بريدج مان وذلك بمخبر LASMA بجامعة باجي مختار - عنابة . لقد قمنا بدراسة تأثير سرعة السحب على الخصائص الميكانيكية وخصائص تركييبة المادة المتحصل عليها.

فبالنسبة لسبائك AlSi10Mg لا حظنا أولا زيادة في عدد تغصنات phase α_{Al} عقب انخفاض المسافة بين التغصنات و كلما زادت هذه السرعات كلما تنقص ايضا هذه المسافة بين التغصنات الشجرية الثانوية SDAS.

كما لوحظت ان اتجاهات التغصنات تفضل اتجاه السحب عندما تكون السرعات منخفضة و في حالة سرعات السحب السريعة تنمو التغصنات أولا في اتجاه التبريد و لكن بعد ذلك تنكسر للسماح بظهور آخرين و بذلك الصلادة تكون احسن وأقوى.

كما درسنا أيضا تأثير شكل السبائك (مخروطية الشكل بزواوية = 5 و 10 درجات) حيث انه كلما كانت زاوية المخروط صغيرة كلما كانت التغصنات نحو اتجاه السحب أفضل صلادة.

بالنسبة لسبائك AICu33 قمنا بدراسة تأثير وسط الصب في قوالب من الرمل و اخرى من الزجاج على الخصائص الميكانيكية و تركييبة السبائك المتصلبة بطريقة التصلب الاتجاهي. و على ضوء النتائج المتحصلة عليها يمكن ان نستنتج ان الوسط له تأثير جد مهم و كبير جدا على تخفيض من حد التزايد الفائق. كما يمكن لنا أن نستنتج أيضا انه عندما تصب السبائك AICu33 في وسط من الرمل تكون البنية دقيقة و الخصائص الميكانيكية أفضل من تلك التي تم صبها في قوالب من الزجاج.

لذلك تأثير تغير سرعة السحب من 500 - 833 - 1333 - 4000 ميكرومتر / ثانية على عملية التصلب لسبائك AICu33 المتحصل عليها بطريقة التصلب الاتجاهي مهم جدا. لحضنا اولا تحسين بنية التركييبة انطلاقا من انخفاض المسافة بين التغصنات (شجري ثانوي) و هذا وفقا للسرعات المتزايدة و المسافات بين التغصنات الثانوية SDAS المنخفضة أيضا. ثم لوحظ أن توجهات تغصنات ذات phase سهلة الانصهار تكون بشكل مفضل باتجاه السحب عند السرعات المنخفضة. ومن ثم القسوات هي الأقوى بسرعات السحب الاسرع

Introduction générale	1
ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
<i>Chapitre I : Principes sur la Solidification</i>	5
I. GENERALITES SUR LA SOLIDIFICATION DES EUTECTIQUES	5
Introduction	5
<i>I-1. THEORIE SUR LA SOLIDIFICATION DES EUTECTIQUES</i>	5
<i>I-2. CLASSIFICATION DES EUTECTIQUES</i>	6
<i>I-3. DIFFÉRENTS TYPES DE MICROSTRUCTURE EUTECTIQUE</i>	7
I-3-1. Eutectique lamellaire	8
I-3-2. Eutectique en bâtonnets	8
I-3-3. Eutectique globulaire	8
I-3-4. Eutectique aciculaire	9
<i>I-4. EUTECTIQUES REGULIER</i>	9
<i>I-5. EUTECTIQUES IRREGULIERS</i>	10
<i>I-6. ALLIAGES D'ALUMINIUM DE FONDERIE ET SES APPLICATIONS</i>	12
I-6-1. Influence des impuretés	16
I-6-2. Applications des Alliages de fonderie	17
I-6-3. Structure des Alliages de Fonderie Al-Si	19
I-6-4. Solidification des alliages aluminium –silicium « Al-Si »	19
I-6-5. Solidification eutectique des alliages aluminium « Al-Si »	20
I-6-6. Traitement de modification des alliages Al-Si	20
I-6-7. Les Intermétalliques dans les alliages d'aluminium	22
II. PRINCIPES GENERAUX SUR LA SOLIDIFICATION DIRIGEE	23
Introduction : La solidification dirigée pourquoi ?.....	23
<i>II-1. SOLIDIFICATION DANS UN FOUR DE TYPE BRIDGMAN-STOCKBARGER</i>	25
<i>II-2. RAPPEL DES EQUATIONS FONDAMENTALES DE LA SOLIDIFICATION DIRIGEE</i>	26
II-2-1. Equations de conservation	27
II-2-2. Conditions aux limites	27
II-2-2-1 : Bilans interfaciaux	27
II-2-2-2 : Equilibre de solidification	27

II-2-2-3 : Concentration loin de l'interface	28
<i>II-3. INSTABILITE MORPHOLOGIQUE DE L'INTERFACE SOLIDE –LIQUIDE</i>	29
II-3-1. Structure cellulaire	29
II-3-2. Transition Cellules- Dendrites	29
II-3-3. Croissance cellulaire et dendritique	29
II-3-4. Distance entre branches de dendrites	30
<i>II-4. NOTION DE SURFUSION DE CONSTITUTION</i>	31
<i>II-5. ANALYSE LINEAIRE DE STABILITE</i>	34
<i>II-6. TRANSITION COLONNAIRE EQUIAXE (CET)</i>	35
<i>II-7. SOLIDIFICION DIRIGEE EN PRESENCE D'UNE CONVECTION NATURELLE</i>	37
II-7-1. Convection thermosolutale	38
II-7-2. Convection d'origine radiale	40
CONCLUSION DU CHAPITRE	41
<i>Chapitre II: Techniques d'Elaboration et de Caractérisation</i>	
Introduction	42
I. PROCEDE D'ELABORATION	42
<i>I-1. Dispositif de solidification dirigée « SD »</i>	42
I-1-1. Principe	42
I-1-2. Constituant du système de solidification dirigée « SD »	43
<i>I-2. Paramètres expérimentaux de la solidification dirigée « SD »</i>	45
<i>I-3. Désignation et composition des alliages choisis</i>	46
II. TECHNIQUES DE CARACTERISATION...	46
<i>II-1. Outils de caractérisation structurale et microstructurale</i>	47
II-1-1. Diffraction des Rayons X	47
II-1-2. Microscopie optique	49
II-1-3. Microscopie électronique à balayage (MEB)	50
<i>II-2. Outils de caractérisation mécanique</i>	51
II-2-1. Comportement mécanique	51
II-2-2. Essais de dureté	52
CONCLUSION DU CHAPITRE	53

Chapitre III: Résultats et Discussion 1

Etude de l'alliage AlSi10Mg obtenu par Solidification Dirigée (SD)

Introduction	55
I. PROCEDE D'ELABORATION	55
<i>I-1. ELABORATION DE L'ALLIAGE AlSi10Mg ETUDIE</i>	56
I-1-1. Processus de fusion	56
I-1-2. Processus de dégazage	56
II. ETUDE METALLOGRAPHIQUE	58
<i>II-1. Influence de la vitesse de traction</i>	59
<i>II-2. Influence de l'angle de conicité</i>	63
II. ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES (Dureté Brinell HB)	67
CONCLUSION DU CHAPITRE	69

Chapitre IV: Résultats et Discussion 2

Etude de l'alliage eutectique AlCu33 obtenu par Solidification Dirigée

Introduction	70
I. PROCEDE D'ELABORATION	71
II. ETUDE METALLOGRAPHIQUE	72
III. ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES (Dureté Brinell HB)	75
IV. ETUDE MICROSTRUCTURALE	77
<i>IV-1. Analyse par diffraction des rayons X</i>	77
<i>IV-2. Analyse métallographique</i>	80
V. ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES (Dureté Brinell HB)	84
VI. INFLUENCE DE LA CONICITE SUR LES PROPRIETES MICROSTRUCTURALES ET MECANIQUES DE L'ALLIAGE AlCu33	84
<i>VI-1. Influence de la conicité sur les propriétés structurales</i>	84
<i>VI-2. Influence de la conicité sur les propriétés mécaniques (dureté)</i>	86
CONCLUSION DU CHAPITRE	86

Conclusion générale

Figures

Pages

Chapitre I : Principes sur la Solidification

Figure. I.1: Schéma de la solidification d'un eutectique. Arrangement périodique des phases minimisant la distance moyenne de diffusion et optimisant ainsi le transport du soluté (Hosch, 10)	5
Figure. I.2: Formes des interfaces (a) non facettée et (b) facettée d'après Kurz et Fisher (Hosch, 10)	7
Figure. I.3: Types des eutectiques coopératives (Kurz et Fisher, 1989).....	7
Figure. I.4: Représentation schématique de la solidification d'un alliage eutectique : (a) lamelles, (b) bâtonnets, (c) globules et (d) aiguilles.....	8
Figure. I.5: Croissance d'un eutectique irrégulier	11
Figure. I.6: Principe de croissance compétitive menant à un eutectique lamellaire (Fisher, 86).....	11
Figure. I.7: Schéma d'un eutectique lamellaire (Winegard, 71)	12
Figure. I.8: Diagramme de phase des systèmes binaires : (a) Al-%Si, (b) Al-%Cu, (c) Al-%Mg et (d) Al-%Zn (% en poids).....	15
Figure. I.9: Microstructures : (a) AS2GT et AS7G modifié, (b) AS11 modifié et AS18 (alliages à piston) (Mohamed, 09)	18
Figure. I.10: Schéma d'une dendrite, (Massinon 02) (Barlas, 04)	19
Figure. I.11: Microstructure de l'alliage eutectique Al-11%Si modifié par le sodium	21
Figure. I.12: (a) Micrographie d'intermétalliques en écriture chinoise, (b) Micrographie d'intermétalliques en cristaux polygonaux, (Massinon, 02)	22
Figure. I.13: Structure équiaxe.....	23
Figure. I.14: Schéma du principe de solidification dirigée.....	24
Figure. I.15: Principe d'une expérience de solidification dirigée de type Bridgman.....	25
Figure. I.16: Différentes formes d'interface solide – liquide, génératrices de la	

<i>microstructure finale. (a) Cellules d'amplitude faible et (b) cellules profondes dans un alliage transparent</i> ^(Hosch, 10) <i>(c) dendrites colonnaires pour un alliage transparent et (d) cristal de benzyle présentant des facettes bien développées</i> ^(Justi, 78)	26
Figure. I.17: <i>Extrait du diagramme d'équilibre</i>	28
Figure. I.18: <i>Représentation schématique des différentes morphologies d'interface en fonction de V, lorsque G et C_0 sont fixés.</i>	29
Figure. I.19: <i>Influence du paramètre SDAS sur le temps de solidification (cas d'un alliage d'Al)</i>	30
Figure. I.20: <i>Influence du paramètre SDAS sur les caractéristiques mécaniques (cas d'un alliage d'Al)</i>	31
Figure. I.21: <i>Profil de concentration en soluté au voisinage de l'interface solide - liquide plane ($k < 1$) dans le référentiel mobile</i>	32
Figure. I.22: <i>Représentation de la surfusion de constitution</i>	33
Figure. I.23: <i>Allure du diagramme de stabilité linéaire de l'instabilité morphologique dans le plan (V, q), D : dendrites, CP : cellules profondes et CF : cellules d'amplitude faible</i>	35
Figure. I.24: <i>(a) Mécanisme de transition colonnaire équiaxe décrit par le modèle de Maxwell et Hellawell</i> ^(Liu, 02) <i>en solidification horizontale. (b) : Transition colonnaire - équiaxe dans le cas des ligots industriels.</i>	37
Figure. I.25: <i>Profils de température et de concentration en amont de l'interface lors de la solidification unidirectionnelle stationnaire</i>	39
Figure. I.26: <i>Mouvements hydrodynamiques associés aux deux types de convection : (a) Convection liée aux gradients longitudinaux et (b) Convection liée aux gradients radiaux</i>	41
<u>Chapitre II: Techniques d'Elaboration et de Caractérisation</u>	
Figure. II.1: <i>Schéma de principe de l'essai de solidification dirigée</i>	42
Figure. II.2: <i>Photo réel du dispositif de solidification dirigée</i>	44
Figure. II.3: <i>Schéma du dispositif de solidification dirigée</i>	45

Figure. II.4: Goniomètre de texture MFDP.....	47
Figure. II.5: Schéma du principe de fonctionnement d'un diffractomètre en mode $\theta/2\theta$...	48
Figure. II.6: Schéma illustrant la construction de la figure de pôle.....	49
Figure. II.7: Schéma du principe du microscope optique.....	50
Figure. II.8: Schéma de la poire représentant les différents processus élastique et inélastiques ayant lieu lors de l'interaction électrons/matière	50
Figure. II.9: Schéma du principe de l'essai de dureté Brinell.....	52

Chapitre III: Résultats et Discussion 1

Etude de l'alliage AlSi10Mg obtenu par Solidification Dirigée (SD)

Figure. III.1: (a) Tube en quartz rempli de graphite et (b) photo d'un échantillon de forme conique.....	57
Figure. III.2: Micrographie des échantillons en AlSi10Mg brut de coulée (x100)	58
Figure. III.3: Micrographies des échantillons en AlSi10Mg dans le sens longitudinal : (a) 500 $\mu\text{m/s}$, (b) 4000 $\mu\text{m/s}$, (c) 500 $\mu\text{m/s}$, (d) 833 $\mu\text{m/s}$, (e) 1333 $\mu\text{m/s}$ et (f) 4000 $\mu\text{m/s}$...	60
Figure. III.4: Variation de la distance SDAS en fonction de la vitesse de traction	61
Figure. III.5 Mesures des espacements entre les dendrites secondaires (SDAS) au MEB pour 4000 $\mu\text{m/s}$	61
Figure. III.6: Micrographies (x100) (a) (Sersour, 10) et (b) des échantillons en AlSi10Mg montrant les intermétalliques Mg_2Si	62
Figure. III.7: Microstructures de l'alliage AlSi10Mg dans le sens longitudinal : (a) 500 $\mu\text{m/s}$ avec $\theta = 10^\circ$, (b) 500 $\mu\text{m/s}$ avec $\theta = 5^\circ$ et (c) 4000 $\mu\text{m/s}$ avec $\theta = 5^\circ$	64
Figure. III.8: Micrographies du MEB de l'alliage AlSi10Mg obtenu par solidification dirigée à 500 $\mu\text{m/s}$: (a,c,d) avec $\theta = 5^\circ$ et (b) avec $\theta = 10^\circ$	66
Figure. III.9: Variation de la dureté HB en fonction de la vitesse de traction ($\theta = 0^\circ$)...	67
Figure. III.10: Variation de la dureté avec la vitesse de tir ($\theta = 0^\circ$)	68
Figure. III.11: Comparaison des duretés de l'alliage AlSi10Mg à différentes vitesses (500 et 4000 $\mu\text{m/s}$) pour différentes conicités ($\theta = 0^\circ, 5^\circ$ et 10°).....	68

Chapitre IV: Résultats et Discussion 2

Etude de l'alliage eutectique AlCu33 obtenu par Solidification Dirigée

Figure. IV.1: Micrographies des échantillons en AlCu33 dans le sens longitudinal GX60. Pour $V = 500 \mu\text{m/s}$: (a) coulé dans des tubes en quartz ; (c): coulés dans un moule en sable. Pour $V = 833 \mu\text{m/s}$: (b) coulé dans des tubes en quartz ; (d): coulés dans un moule en sable.	72
Figure. IV.2: Micrographies MEB et spectre d'EDX de l'alliage AlCu33 dans le sens longitudinal pour $V = 500 \mu\text{m/s}$: coulé en quartz.	73
Figure. IV.3: Micrographies MEB de l'alliage AlCu33 dans le sens longitudinal pour $V = 500 \mu\text{m/s}$: coulé en quartz.....	74
Figure. IV.4: Micrographies MEB et spectre d'EDX de l'alliage AlCu33 dans le sens longitudinal pour $V = 500 \mu\text{m/s}$: coulé en sable.....	75
Figure. IV.5: Diffractogramme des échantillons en AlCu33 obtenus par solidification dirigée avec : $500 \mu\text{m/s}$ (CuAl_2) et $4000 \mu\text{m/s}$ (CuAl_{2-1})	78
Figure. IV.6: Figure de pôle des échantillons en AlCu33 obtenus par solidification dirigée.....	79
Figure. IV.7: Micrographies des échantillons en AlCu33 dans le sens longitudinal GX60: (a) $500 \mu\text{m/s}$, (b) $833 \mu\text{m/s}$, (c) $1333 \mu\text{m/s}$ et (d) $4000 \mu\text{m/s}$	80
Figure. IV.8: Variation de la distance SDAS en fonction de la vitesse de traction.....	81
Figure. IV.9: Micrographies de MEB des échantillons en AlCu33 dans le sens longitudinal pour $500 \mu\text{m/s}$	82
Figure. IV.10: Micrographies de MEB des échantillons en AlCu33 dans le sens longitudinal pour $4000 \mu\text{m/s}$	83
Figure. IV.11: Variation de la dureté HB avec la vitesse de traction.....	84
Figure. IV.12: Micrographies des échantillons en AlCu33 conique $\theta = 5^\circ$ dans le sens longitudinal pour $v = 500 \mu\text{m/s}$, (a) GX50; (b) GX100 et (c) GX200.....	85
Figure. IV.13: Variation de la dureté HB en fonction de la longueur de l'éprouvette pour $v = 500 \mu\text{m/s}$ et $\theta = 5^\circ$	86

Tableaux

Pages

Chapitre III: Résultats et Discussion 1

Etude de l'alliage AlSi10Mg obtenu par Solidification Dirigée (SD)

Tableau. III.1: *Analyse chimique de l'alliage AlSi10Mg (wt.%)* 56

Tableau.III.2: *Mesure du gradient de température en fonction de la vitesse de traction..* 57

Chapitre IV: Résultats et Discussion 2

Etude de l'alliage eutectique AlCu33 obtenu par Solidification Dirigée

Tableau. IV.1: *Dureté HB en fonction de la vitesse de traction : de l'alliage AlCu33 coulé dans des tubes en quartz et dans le sable.....* 76

Tableau. IV.2: *Mesure du gradient de température en fonction de la vitesse de traction.* 77

INTRODUCTION GENERALE

Parmi les alliages d'Al existants, les systèmes Al-Si et Al-Si-Mg qui constituent la série A300 (Association de normalisation de l'aluminium) sont d'un point de vue alliages commercial les plus importants pour la coulée de produits. Dans cette série, le A319 (7,75% de Si, 3,3% de Cu et 0,275% de Mg) et les alliages de A356 (7% de Si, 0,25% de Cu et 0,35% de Mg) sont particulièrement utilisés dans les pièces de fonderie comme le bloc moteur, les roues de l'automobile, ainsi que d'autres accessoires automobiles et aéronautiques.

Ces alliages AlSi ainsi que AlCu présentent des caractéristiques intéressantes comme matériaux légers avec des propriétés fortement liée à la formation de la microstructure se produisant pendant le processus de solidification. En outre, les alliages binaires Al-Si à eutectiques irréguliers sont utilisés grâce à leur bonne coulabilité, leur excellente résistance à la corrosion, leur faible densité et leurs bonnes propriétés mécaniques (Hegde 08, Hosch 10). La bonne coulabilité des alliages eutectiques est liée à leur température de solidification qui est relativement faible. En plus de la composition, de traitement thermique et de la taille des grains, les propriétés des alliages coulés en aluminium dépendent fortement de l'orientation du grain résultant de la croissance de la solidification.

La solidification est un processus à deux étapes : la nucléation et la croissance. Malheureusement, jusqu'à ce jour le comportement de nucléation des alliages en solidification n'a pas été encore bien compris. Cependant, le plus souvent dans des conditions de refroidissement réel en raison de la présence de nucléation hétérogène, la croissance est un facteur important qui régit la morphologie ultime. De plus, les facteurs qui influent sur les caractéristiques de croissance sont principalement: facteurs cristallographiques, facteurs thermiques et facteurs de transport de masse. Les *facteurs cristallographiques* sont importants car il bien établi maintenant que le solide croit dans le liquide par l'addition successive d'atomes individuels. Cette facilité de croissance et le taux d'addition d'un atome à un plan atomique dépend de la distribution des atomes sur ce plan. Les *facteurs thermiques* entrent en jeu parce qu'il est nécessaire d'éliminer la chaleur latente produite lors de la solidification pour une croissance continue. Le taux global de la solidification dépend de la vitesse d'extraction de la chaleur indépendamment du mécanisme de croissance. Egalement, la vitesse de solidification dépend du taux d'évacuation de la chaleur.

La plupart des travaux sur la croissance dendritique est qualitative. Trois aspects de la croissance dendritique, à savoir : la cristallographie, l'écartement entre les dendrites (la croissance latérale) et le taux de croissance longitudinale; des caractéristiques qui semblent être les plus importants. Au cours de la croissance dendritique, il n'y a pas de relation simple entre le taux global de mouvement de l'interface solide-liquide et le taux de masse solidifiée. Toutefois, des solutions quantitatives aux taux de croissance linéaires de dendrites individuelles ont été présentées par plusieurs chercheurs.

Il y a eu au cours de ces dernières années, de nombreuses publications sur la solidification directionnelle de différents alliages eutectiques, dont certaines mettant l'accent sur les propriétés mécaniques ^(Justi 78, Morrow 77). Les propriétés mécaniques des alliages Al-Si eutectiques solidifiés directionnellement ont été signalés dans plusieurs travaux, mais les résultats diffèrent l'une de l'autre et sont parfois contradictoires. Les données rapportées par Sahoo et Smith ^(Justi 78) ont montré les deux la limite d'élasticité et ultime augmentation de la résistance à la traction avec le taux de croissance. Toutefois, il est difficile de tirer de ces résultats deux courbes lisses avec des tendances cohérentes en raison de la grande dispersion des données. Comme les données de Steen et Hellawell ^(Justi 78), ils indiquent des propriétés inférieures à celles obtenues dans le travail de Justi et Bragg ^(Justi 78) bien que la préparation des échantillons ont été similaires.

Les alliages Al-Si eutectiques et hypoeutectiques sont à la base du groupe le plus important d'alliages de fonderie de métaux légers. Deux paramètres importants de la microstructure eutectique, qui peuvent être contrôlés expérimentalement, sont les paramètres relatifs de la solidification (le gradient de température et le taux de croissance) ainsi que l'espacement eutectique. Le comportement de solidification et les caractéristiques de la microstructure des alliages eutectiques dans de nombreux systèmes continuent de susciter l'intérêt en raison de leur effet sur les propriétés et les performances des matériaux contenant des constituants eutectiques ^(Böyük 11).

Dans le cas de la solidification des alliages d'aluminium, un dispositif a été conçu au sein de notre laboratoire LASMA à l'Université Badji-Mokhtar de Annaba: un four de solidification dirigée de type Bridgman aux trois paramètres classiques (la concentration initiale, le gradient thermique et la vitesse de tirage).

S'agissant des structures de solidification, la microstructure dendritique est la plus fréquemment rencontrée dans l'élaboration des métaux et de leurs alliages. Les dendrites peuvent être colonnaires ou équiaxes, en fonction des conditions d'élaboration telles que : le gradient de température au front, la vitesse de solidification, la teneur en soluté pour un alliage, la présence ou non de particules affinantes. La microstructure équiaxe est favorisée lorsqu'une fine dispersion de particules affinantes constituant des sites de germination efficaces est réalisée au sein de la phase liquide (affinage). Par contre, le mécanisme d'affinage n'est pas le seul à pouvoir créer une zone équiaxe : il y a également la fragmentation des dendrites, c'est ce qui se passe dans le cas de la coulée continue. Les écoulements dans le bain liquide lors de la solidification peuvent être à l'origine des fragments qui donnent naissance aux grains équiaxes et qui favorisent la transition colonnaire - équiaxe.

Ce travail est axé sur l'effet de la vitesse de traction sur les propriétés structurales et mécaniques, ainsi sur l'espacement des bras dendritiques secondaires (SDAS) en solidification directionnelle des alliages AlSi10Mg et AlCu33 en utilisant la technique de Bridgman. En outre, nous décrivons des expériences conçues pour fournir des informations sur l'influence de la forme conique des échantillons (pour $\theta = 5^\circ$ et 10°) sur les propriétés structurales et mécaniques des alliages AlSi10Mg et AlCu33. Cette thèse se divise en cinq chapitres :

Le premier chapitre est une étude bibliographique. Il permet de résumer les différentes notions de base liées au phénomène de solidification ainsi que les différents alliages de fonderie objet de l'étude puis un rappel sur les fondements de la solidification dirigée. Ce premier chapitre permet également de faire un bref état des lieux sur la thématique étudiée, les modèles d'équations et l'intérêt porté à une expérience en solidification.

Le deuxième chapitre sera consacré à la description du dispositif expérimental utilisé lors de notre travail ainsi que les techniques utilisées au cours de cette étude avant de mettre en avant les résultats obtenus sur l'élaboration des alliages AlSi10Mg et AlCu33.

Le troisième chapitre présentera une étude expérimentale basée sur l'installation expérimentale décrite dans le deuxième chapitre. Dans ce chapitre, une série d'expériences préliminaire a été réalisée sur l'aluminium pur afin de vérifier la validité de notre dispositif expérimental et de vérifier également s'il répond aux objectifs envisagés. Une deuxième série d'expériences a été menée sur l'alliage AlSi10Mg élaboré par solidification dirigée avec une

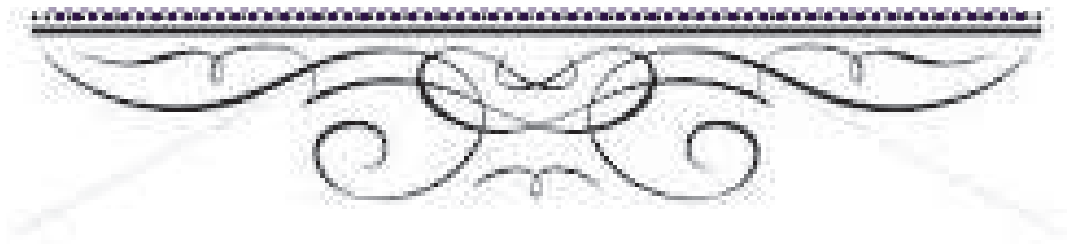
variation des paramètres expérimentaux tels que : la vitesse de refroidissement et la forme des échantillons.

Le quatrième chapitre s'intéresse à l'élaboration de l'alliage AlCu33 par solidification dirigée avec différentes vitesses de traction 500, 833, 1333 et 4000 $\mu\text{m/s}$. On étudiera également l'effet de la conicité sur le processus de solidification de l'alliage. Nous présenterons, aussi dans ce chapitre, les résultats obtenus ainsi que leur discussion.

Enfin, nous conclurons en mettant en inscription les points essentiels de cette étude et en suggérant des perspectives de prolongement.



Etude bibliographique



CHAPITRE. I

Principes sur la solidification

I. GENERALITES SUR LA SOLIDIFICATION DES EUTECTIQUES

INTRODUCTION

Ce chapitre a pour but de faire un état de l'art sur les alliages de fonderie eutectiques qui font l'objet de cette thèse. La première partie est consacrée à présenter une généralité sur la solidification des eutectiques et sur les différents alliages de fonderie. Nous y montrons les différentes formes d'eutectiques existantes. La seconde partie du chapitre porte sur la solidification dirigée et des rappels théoriques sur cette solidification.

1-1. THEORIE SUR LA SOLIDIFICATION DES EUTECTIQUES

La solidification eutectique consiste en la croissance couplée de deux phases solides à partir du liquide. Elle peut avoir lieu lorsque le liquide est surfondu, dans un domaine du diagramme de phases, où les deux phases solides sont les phases à l'équilibre. La croissance eutectique est dite couplée car l'élément qui est rejeté par la croissance de l'une des deux phases est absorbé par l'autre phase (Figure I.1). Dans le cas d'un alliage binaire en cours de croissance colonnaire, l'interface solide-liquide est globalement plane. Ceci est lié au fait que la règle des phases impose que trois phases ne peuvent être à l'équilibre qu'à une seule température ^(Hoch 10).

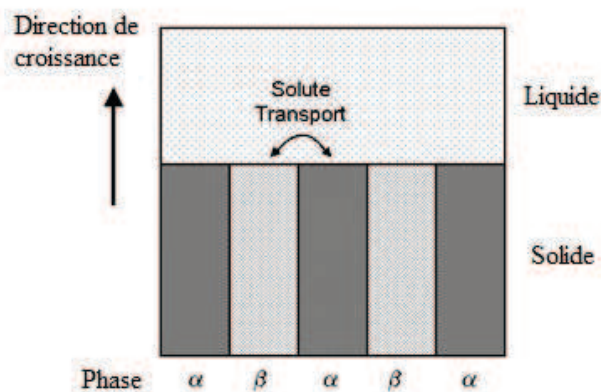


Figure I.1: Schéma de la solidification d'un eutectique. Arrangement périodique des phases minimisant la distance moyenne de diffusion et optimisant ainsi le transport du soluté ^(Hoch 10).

I-2. CLASSIFICATION DES EUTECTIQUES

Beaucoup de classifications d'eutectiques ont été proposées, elles sont basées sur différents critères. La première classification des eutectiques est basée sur le mécanisme de croissance ^(Stefanescu 02).

✚ **Croissance coopérative** : les deux phases de l'eutectique croissent ensemble comme un couple de diffusion

✚ **Croissance séparée** : les deux phases de l'eutectique croissent séparément, il n'y a pas d'échange direct de soluté entre les deux phases solides.

Une autre classification proposée par Hunt and Jackson en 1966 est basée sur la cinétique de l'interface des composés de l'eutectique. Une étude récente a montré que les phases qui possèdent une faible entropie de fusion se solidifient avec une interface non-facettée; cependant les phases qui possèdent une entropie de fusion plus élevée se solidifient avec une interface facettée basée sur la cinétique de l'interface des phases constitutives de l'eutectique. Ainsi la classification proposée est la suivante ^(Stefanescu,02).

- Eutectiques non-facettée / non-facettée (nf / nf);
- Non-facettée / facettée (nf / f);
- Facettée / facettée (f / f).

Les deux premières catégories sont fréquentes et ont une application commerciale. Les eutectiques f / f sont les moins étudiés. par Croker et al ^(Croker 73) suggèrent qu'avec l'entropie vient s'ajouter le volume de fraction des deux phases qui joue un rôle très important et significatif dans l'obtention de la structure (Figure I.2).

En fonction du rapport entre les fractions des deux phases de l'eutectique, f_α et f_β , et sur la morphologie du liquide - solide, plusieurs types de coopération peuvent former des eutectiques (Figure I.3). L'entropie de fusion non dimensionnelle, $\Delta S_f/R$, où R est la constante des gaz, est utilisée pour distinguer entre les morphologies non facettées et facettées. La classification dans la figure 4 est une simplification assez étendue, proposée par Croker et al. ^(Croker 73) qui comprend un grand nombre de structures irrégulières (anormales) ^(Stefanescu 02).

Chapitre I: Principes sur la Solidification

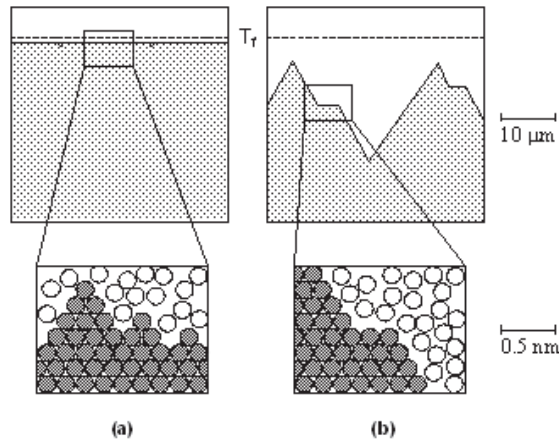


Figure I.2: Formes des interfaces (a) non facettée et (b) facettée d'après Kurz et Fisher (Hoch 10)

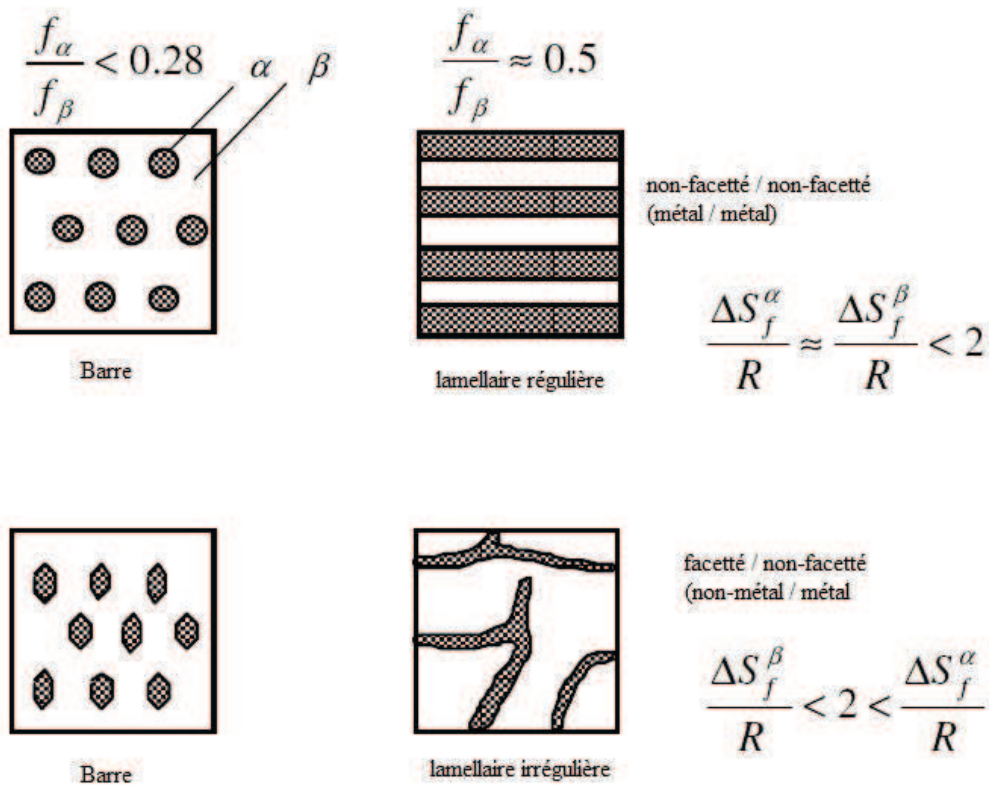


Figure I.3 : Types des eutectiques coopératives (Kurz et Fisher, 1989).

I-3. DIFFÉRENTS TYPES DE MICROSTRUCTURE EUTECTIQUE

Les microstructures eutectiques se distinguent aussi par la morphologie des phases solides α et β . L'apparition de l'une ou l'autre de ces formes dépend des facteurs suivants :

- Composition de l'alliage
- Vitesse de refroidissement
- Présence d'impuretés ou présence d'inoculant

I-3-1. Eutectique lamellaire : C'est la forme la plus courante. On la rencontre dans les systèmes présentant une composition eutectique située à égale distance des compositions des phases α et β . C'est le cas des systèmes Al-Zn ou Pb-Sn (Figure I.4).

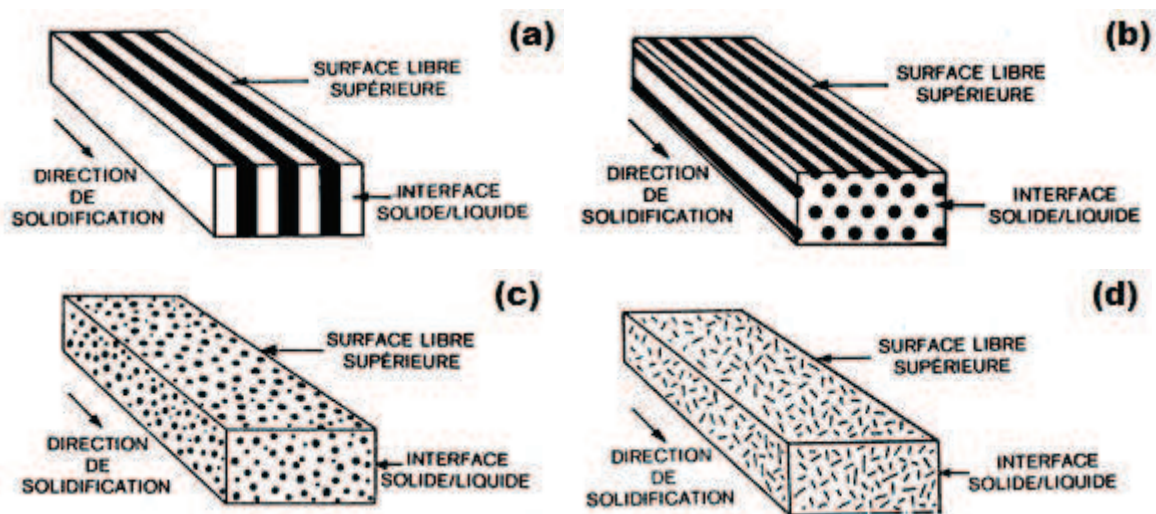


Figure I.4 : Représentation schématique de la solidification d'un alliage eutectique : (a) lamelles, (b) bâtonnets, (c) globules et (d) aiguilles.

I-3-2. Eutectique en bâtonnets: Dans cette structure, une des phases se présente sous la forme de bâtonnets noyés dans une seconde phase continue (cas du système Cd-Sn). Ces eutectiques sont souvent pris par erreur pour des structures globulaires car la forme des particules qu'on observe dépend de l'angle qui existe entre le plan de section de l'échantillon et l'interface de solidification ^(Stefanescu 02).

I-3-3. Eutectique globulaire: Peu courant. C'est le cas du système Cu - Cu₂O dans lequel la phase Cu₂O est sous forme de globules. On peut les trouver dans quelques alliages commerciaux importants.

I-3-4. Eutectique aciculaire: Une des phases apparaît sous une forme irrégulière, souvent en aiguilles réparties dans une phase continue. C'est le cas de l'eutectique Al - Si. Le silicium apparaît sous forme d'aiguilles et est entouré de la solution solide d'aluminium. Puisque la phase silicium est dispersée au hasard; la structure a la même allure quelle que soit l'orientation du plan de coupe métallographique. La structure réelle d'un eutectique dépend des conditions de solidification et des impuretés présentes. Ce type de structure ne présente pas une bonne ductilité. Cependant, la structure aciculaire peut être modifiée en agissant sur la vitesse de solidification ou bien en ajoutant un inoculant spécifique. Ainsi, l'eutectique aciculaire des alliages Al - Si peut être rendu fibreux par addition de quelques dizaines de ppm de sodium avant la coulée ^(Winegard 71).

Il a été publié suffisamment de documentation sur la solidification des eutectiques qui indiquent comment sont obtenus les structures, en examinant le cas relativement simple de l'eutectique lamellaire, une représentation qualitative de la solidification eutectique peut être donnée ^(Winegard 71).

La morphologie des structures eutectiques régulières peut être lamellaire ou fibreuse, en fonction de la fraction volumique des phases en présence. On distingue également les eutectiques irréguliers qui apparaissent lorsqu'un effet d'anisotropie impose les directions de croissance de l'une ou l'autre des deux phases ^(Stefanescu 02).

I-4. EUTECTIQUES REGULIERS

Si, lors de la croissance couplée, les deux phases solides en présence sont caractérisées par une énergie interfaciale isotrope, les lamelles eutectiques croissent de manière parallèle au flux thermique. Cette croissance donne une structure régulière à l'eutectique à l'issue de la solidification.

Dans le diagramme de phases du système eutectique binaire Aluminium Silicium (Al-Si) ; α et β sont des phases des éléments purs ou des composés caractérisés par une certaine concentration en B ou en A. A l'équilibre au point eutectique, le potentiel chimique du liquide doit être le même que celui des deux phases α et β . Ce point est caractérisé par une concentration eutectique C_e et une température eutectique d'équilibre T_e . Lorsque les deux phases de l'eutectique croissent simultanément, les atomes de B sont rejetés par la phase α et absorbés par la phase β . On conçoit donc que la concentration en B du liquide va légèrement

augmenter en avant de l'interface de la phase α et diminuer en avant de celle de la phase β (Fisher et Kurz 80).

Selon le diagramme de phases, une variation de la concentration ΔC correspond à une variation de température ΔT est donnée par : $\Delta T_c = T_e - T^* = m_\chi (C_e - C^*) \chi$ où : $\chi = \alpha$ ou β .

T^* et C^* sont les températures et les compositions effectives de l'interface pendant la croissance; $m_\chi = dT/dC_\chi$ représente la pente du liquidus de la phase correspondante et ΔT_c la surfusion chimique ou constitutionnelle à l'interface (Fisher et Kurz 80).

I-5. EUTECTIQUES IRREGULIERS

Certains alliages eutectiques présentent des structures où les lamelles ou les fibres ne sont pas régulièrement alignées et espacées. Dans certaines microstructures complexes régulières, les espacements interlamellaires sont réguliers dans des régions localisées, mais désordonnés à une échelle plus globale. Pour les eutectiques irréguliers, les espacements interlamellaires λ sont partout désordonnés et varient considérablement (Fisher et Kurz 86). La structure irrégulière d'un eutectique est liée à la croissance d'une phase selon des directions préférentielles déterminées, ou selon la structure atomique ou bien les mécanismes de croissance de défauts planaires (Lessoult 94).

Lorsque l'eutectique irrégulier croît, la phase facettée croît selon des directions cristallographiques favorisant une croissance rapide. Ces directions sont en général liées aux plans cristallographiques contenant des défauts de surface. En conséquence, les directions de croissance des lamelles de la phase facettée ne sont plus uniquement imposées par le flux thermique et ne sont donc pas nécessairement parallèles (Fisher et Kurz 86). La figure I.5 illustre la distribution de l'espacement lamellaire dans une structure eutectique irrégulière. L'espacement interlamellaire varie dans ce cas, entre deux valeurs minimum et maximum : lorsque les deux lamelles convergent l'une vers l'autre, la croissance simultanée sera bloquée pour $\lambda \leq \lambda_{\min}$. Dans ce cas, l'espacement entre deux lamelles convergentes est $\lambda_{\text{ex}} = \lambda_{\min}$.

Dans le cas d'une divergence, une nouvelle lamelle sera créée si l'espacement $\lambda \geq \lambda_{\text{br}}$ (Figure. I.5) (Winegard 71).

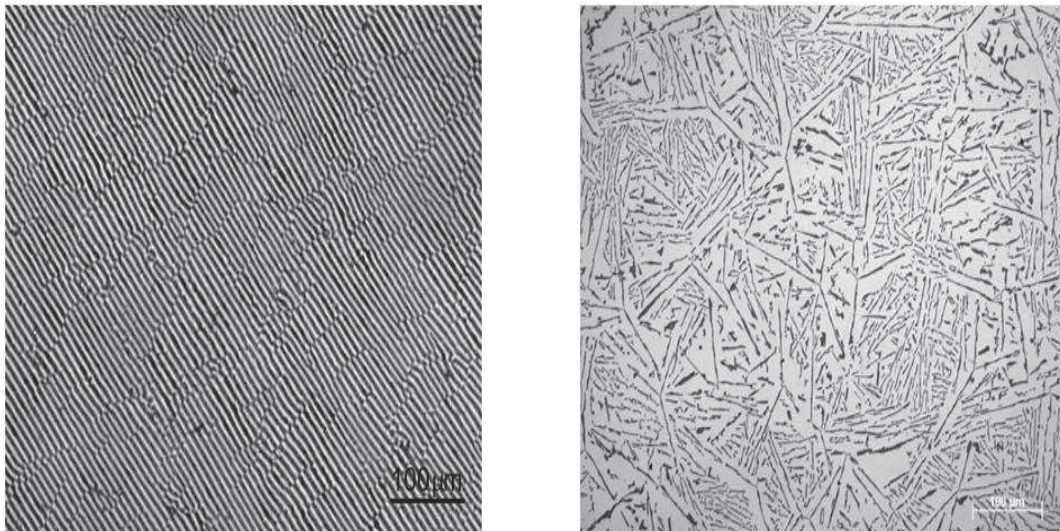


Figure I.5: Croissance d'un eutectique irrégulier.

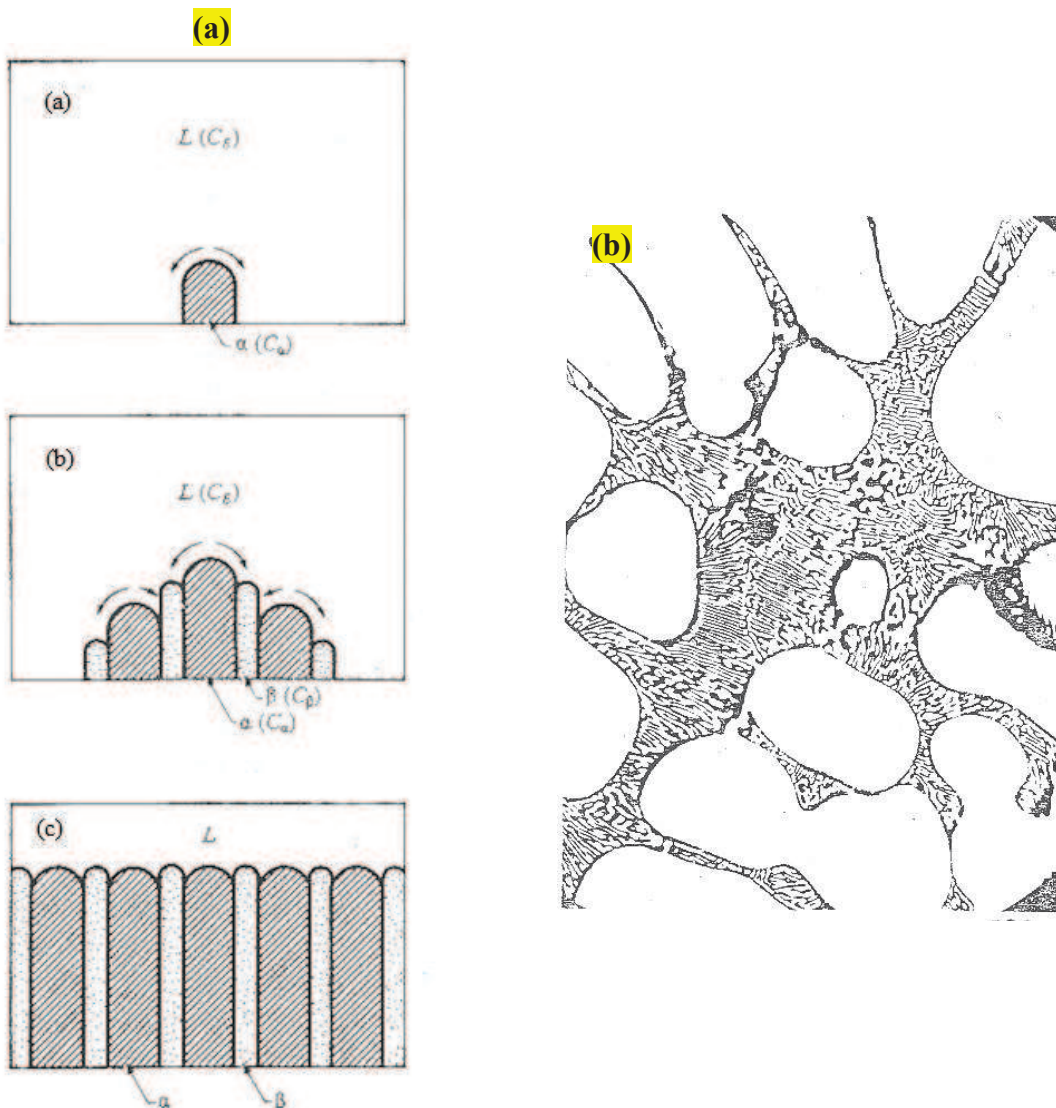


Figure I.6 : Principe de croissance compétitive menant à un eutectique lamellaire (Barlas04).

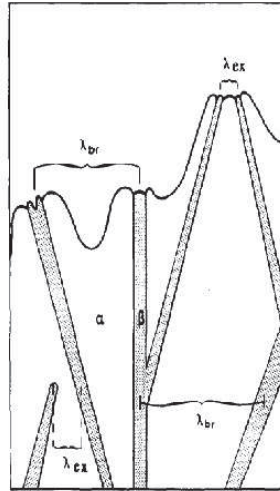


Figure I.7 : Schéma d'un eutectique lamellaire (Winegard 71).

I-6. ALLIAGES D'ALUMINIUM DE FONDERIE ET SES APPLICATIONS

La plupart des alliages de fonderie qui trouvent une large application en termes de quantité sont les alliages Aluminium – Silicium (Hegde 08), qui sont essentiellement les alliages à deux phases. L'eutectique est composé en terme d'espèces de A et de B et en fonction des deux phases α et β (Hoch 10).

Les alliages d'aluminium de fonderie constituent plusieurs familles de matériaux dont la composition est un compromis entre les propriétés de moulage (coulabilité, usinabilité, absence de criquabilité, retrait volumique) et les propriétés d'usage (propriétés mécaniques, aspect de surface, aptitude au polissage, résistance à la corrosion, ...) (Barlas 04). Les travaux antérieurs ont montré que les propriétés mécaniques dépendent fortement de la distance entre les bras secondaire SDAS (Flemings 99, Smith 99). L'inconvénient majeure des alliages AlSi hypoeutectiques réside dans leur faible résistance à l'usure et cet inconvénient peut être remédié par l'utilisation d'un revêtement d'usure (Hoch 10). Les propriétés mécaniques dépendent aussi du procédé de moulage (sable, coquille, cire perdue, coulée sous pression, ...). En effet, la coulée en coquille assure des refroidissements rapides et confère aux pièces une structure métallurgique plus fine (faible distance entre les dendrites secondaires (SDAS)). Elle améliore la charge à la rupture et l'allongement par rapport au même alliage coulé en sable. L'avantage des moules en sable est la facilité à la mise en œuvre. On note qu'un faible SDAS améliore la

durée de vie en fatigue. Le SDAS est d'autant plus faible que le temps de solidification T_s est court (refroidissement rapide) selon la loi empirique : $SDAS(\mu m) = K.T_s^{1/n}$ où K et n sont des constantes. Pour l'AS7G par exemple, on aura $K = 10$ et $n = 3$.

La taille de grain dans les alliages d'aluminium de fonderie est généralement millimétrique et donc bien supérieure à la taille d'une dendrite. L'eutectique se solidifie alors entre les bras de dendrite, dans une zone riche en silicium rejeté à l'avant du front de solidification (silicium en large excès dans cette zone). Ceci a enrichi le métal liquide environnant en silicium, qui va précipiter sous forme d'une plaquette; ce qui draine le silicium en solution à proximité et crée juste à côté une zone d'aluminium presque pur. On va donc former une lamelle d'aluminium. De proche en proche, on forme donc un eutectique lamellaire par croissance compétitive ^(Barlas 04). Les propriétés mécaniques de la famille des alliages d'aluminium de fonderie dépendent fortement des paramètres microstructuraux. Il existe donc de nombreuses études traitant de l'influence de ces paramètres comme celles de Hirosawa et al ainsi que C'aceres et al ^(Hirosawa 00, C'aceres 99)

Les alliages de fonderie sont obtenus de deux façons :

- ❖ Soit à partir d'aluminium provenant directement des cuves d'électrolyse auquel on ajoute les éléments d'addition de l'alliage (alliages dits de première fusion) ;
- ❖ Soit à partir de rebuts récupérés, assortis et purifiés. Ils sont dits de deuxième fusion et assurent pratiquement 50% de la production totale des pièces de fonderie.

Il existe, en plus de l'aluminium non allié, quatre grandes familles d'alliages d'aluminium de fonderie, qui sont fonction des éléments d'alliages ajoutés. Ceux-ci se retrouvent soit en solution solide soit sous forme de précipités. Ces familles sont les alliages au silicium, au cuivre, au magnésium et au zinc. On distinguera les additions principales déterminantes pour les propriétés du matériau et les additions secondaires, en plus faibles quantités, qui ont une action spécifique ^(Massinon 02).

✚ **le Silicium** « Si » (Figure I.8 (a)) confère à l'alliage d'excellentes propriétés de fonderie, telles qu'une augmentation de la coulabilité, une diminution de la criquabilité et de l'aptitude à la retassure (il se dilate à la solidification). On note aussi une augmentation de la

résistance à l'usure (le silicium est très dur), de l'étanchéité des pièces, mais une diminution de l'allongement à la rupture ;

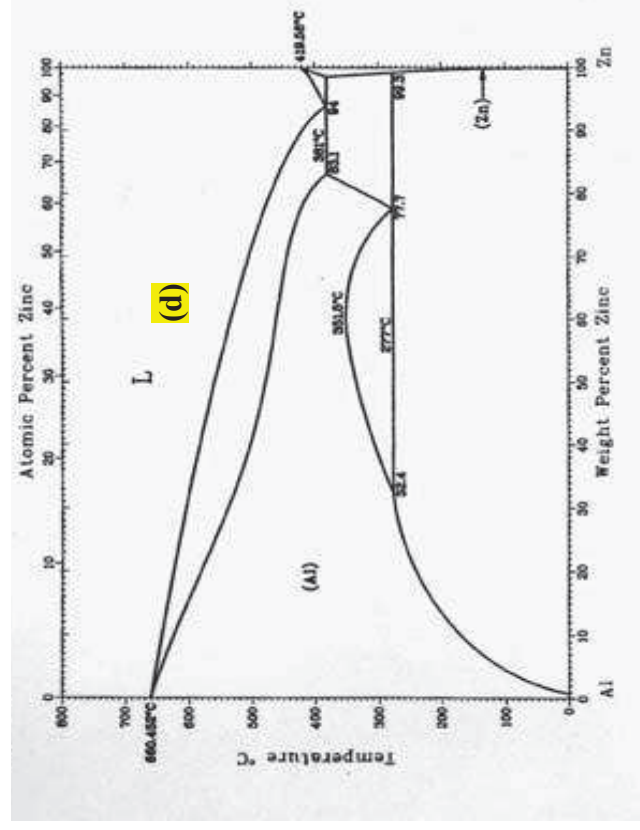
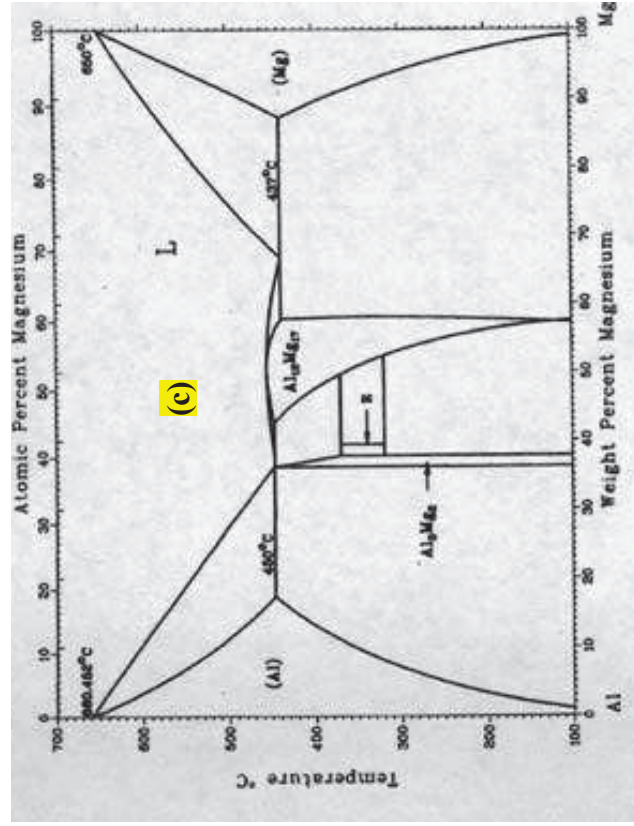
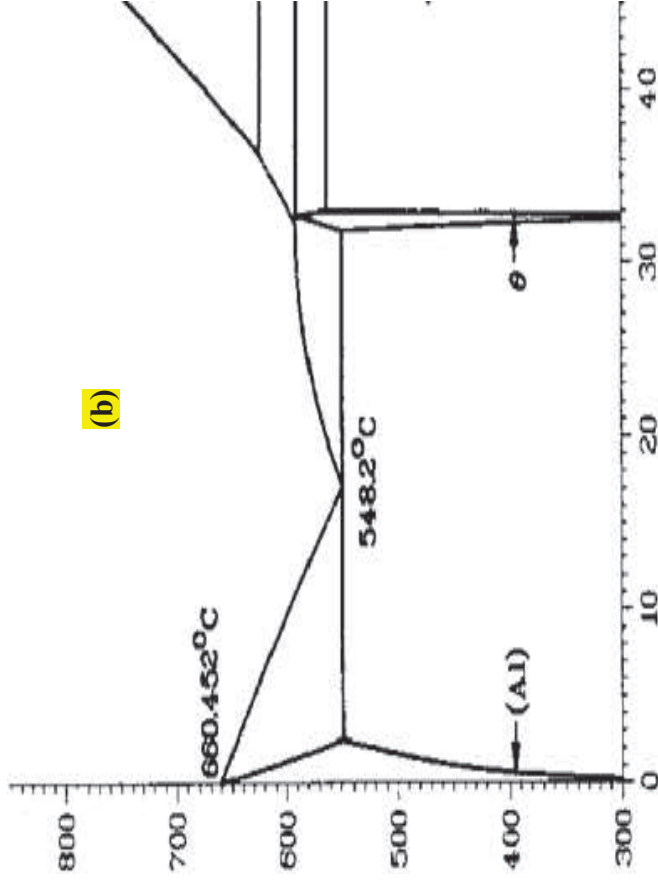
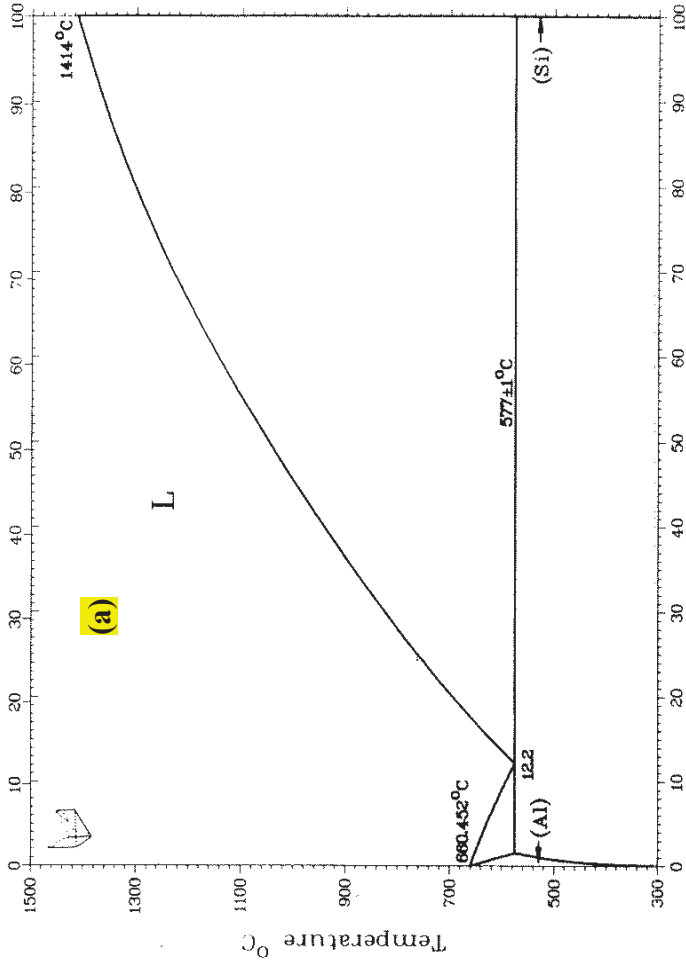
✚ **le Cuivre** « Cu » (Figure I.8 (b)) augmente les propriétés mécaniques par durcissement structural, principalement la dureté (donc l'usinabilité) et la tenue à chaud sans perte au niveau de la coulabilité mais diminue la résistance à la corrosion et augmente l'aptitude à la crique;

✚ **le Magnésium** « Mg » (Figure I.8 (c)) augmente la résistance à la corrosion, aux dommages, l'allongement à la rupture et engendre un nouveau système durcissant après traitement thermique (Mg_2Si) mais diminue les propriétés de fonderie et d'usinabilité (les copeaux ont tendance à coller aux outils; ce qui augmente leur usure) ^(Barlas, 04).

✚ **le Zinc** « Zn » (Figure I.8 (d)) très peu utilisé à cause de ses médiocres capacités en fonderie et ses faibles propriétés mécaniques. Il se trouve sous forme de ternaire Al-Zn-Mg; ce qui donne un alliage à durcissement structural avec des précipités $MgZn_2$, atténue le gazage de l'alliage, améliore la coulabilité (faiblement), diminue l'allongement, augmente la tendance à la micro-retassure et l'agressivité chimique de l'alliage fondu. L'influence du Zn sur les propriétés de fatigue est rapportée dans la référence ^(Barlas 04).

Figure I.8 : Diagramme de phase des systèmes binaires : (a) Al-%Si, (b) Al-%Cu, (c) Al-%Mg et (d) Al-%Zn (% en poids)

Chapitre I: Principes sur la Solidification



Chapitre I: Principes sur la Solidification

I-6-1. Influence des impuretés : Les impuretés contenues dans ces alliages sont importantes car elles modifient, volontairement ou non, les diverses propriétés du matériau. On trouve principalement comme impuretés :

➤ **le Fer** : c'est une impureté naturelle du silicium et de l'aluminium. Il fragilise la pièce produite par formation de composés intermétalliques durs et fragiles qui peuvent faciliter l'amorçage d'une fissure par décohésion lors d'une sollicitation mécanique. Pour avoir de bonnes propriétés mécaniques, sa teneur est limitée à moins de 0,14%.

La base de données d'aluminium montre qu'à un minimum de 0,0038 pct de Fe, une phase ternaire (Al, Si, Fe) peut se former à 575 °C; le système doit être considéré comme un système ternaire Al-Si-Fe au lieu d'un système binaire Al-Si ^(Shankar 04)

- **le Nickel** « Ni »: améliore légèrement les propriétés à chaud mais coûte cher ;
- **le Plomb** « Pb »: au delà de 0,05%, il neutralise la modification au strontium et diminue les propriétés mécaniques de l'alliage.
- **l'Etain** « Sn »: abaisse les caractéristiques mécaniques, augmente la porosité et améliore très peu la coulabilité ;
- **le Phosphore** « P »: est un poison pour les alliages hypoeutectiques car il constitue un site de germination du silicium, par contre, ça sera un élément affinant pour les alliages hypereutectiques (hyper-silicés). En effet dans ces alliages, ceux sont les plaquettes de Si qui germent en premier et il n'y a donc pas de dendrites d'aluminium ^(Barlas 04).
- **L'antimoine** « Sb »: permet de piéger le phosphore mais n'est pas compatible avec le Strontium ;
- **Le lithium** « Li »: très oxydable, re-gaze instantanément et considérablement l'alliage.

Les éléments que l'on ajoute volontairement pour leurs propriétés bénéfiques sont indiqués ci-dessous.

➤ **le Titane** « Ti »: c'est une impureté de l'aluminium, mais il permet d'affiner la dendrite de solution solide riche en aluminium : c'est un affinant. L'opération d'affinage consiste à ajouter dans l'alliage liquide des germes de cristallisation comme TiB₂ en grand nombre afin d'augmenter le nombre de grains de l'alliage pour diminuer la taille de dendrite

et augmenter les caractéristiques mécaniques ainsi que la durée de vie en fatigue. Au delà de 0,4%, il forme $TiAl_3$ qui diminue l'usinabilité mais améliore encore l'affinage ^(Barlas 04).

➤ **le Sodium** « Na » ou **le Strontium** « Sr »: modifient la structure de l'eutectique naturellement lamellaire en eutectique globulaire; ce qui permet de diminuer le risque de retassures, de faciliter l'usinage et d'augmenter les caractéristiques mécaniques ^(Liao 02).

Industriellement, les alliages Al-Si sont les plus utilisés pour leurs propriétés de fonderie, leur aptitude au soudage, leur bonne stabilité dimensionnelle et leur faible température de fusion.

I-6-2. Applications des Alliages de fonderie : Dans la catégorie des alliages au silicium, selon la norme AFNOR NF A 02-004 (la lettre du métal de base et les lettres correspondants aux éléments d'addition sont rangées par ordre de teneur décroissante en %), nous pouvons citer :

- ✓ **AS9U3G** ou **AS7U3G**, destinés à une utilisation générale, traitables thermiquement et faciles à couler (culasses, blocs moteur, carters, ...);
- ✓ **AS5U3**, semblables aux alliages précédents mais plus facile à obtenir en première fusion (culasses, maîtres cylindres de frein);
- ✓ **AS7G** (aussi appelés A356) qui s'usinent moins aisément que les précédents mais présentent une excellente résistance à la corrosion, une grande tolérance au dommage et sont les plus utilisés (culasses, jantes);
- ✓ **AS10G**, qui ont des propriétés intermédiaires entre AS7G et AS13, la teneur en silicium donne à cet alliage une composition proche de l'eutectique et lui confère d'excellentes propriétés de fonderie ^(Moustafa 03, Mohamed 09) (culasses, collecteurs, cache culbuterie, tube de pont, carters, anneaux de synchronisation de boîte de vitesse, ...);
- ✓ **AS10GU**, qui peuvent présenter un système durcissant secondaire Q1 plus complexe (culasse);
- ✓ **AS13** et **AS12UNG** dans lesquels la forte teneur en silicium conduit à une excellente coulabilité, une faible dilatation thermique et une bonne résistance à l'usure (pistons).

Chapitre I: Principes sur la Solidification

Les figures I.9 (a) et (b) donnent un aperçu des microstructures en fonction de diverses compositions chimiques. Les traitements thermiques et les échelles ne sont pas connus. Le but est simplement de montrer l'effet de l'augmentation du pourcentage de silicium : la proportion d'eutectique augmente logiquement ; au-delà de 12.2 wt.% le système change radicalement de morphologie en favorisant la formation de la phase silicée. L'effet de la modification est également observé, elle transforme l'eutectique lamellaire en eutectique globulaire (Barlas 04).

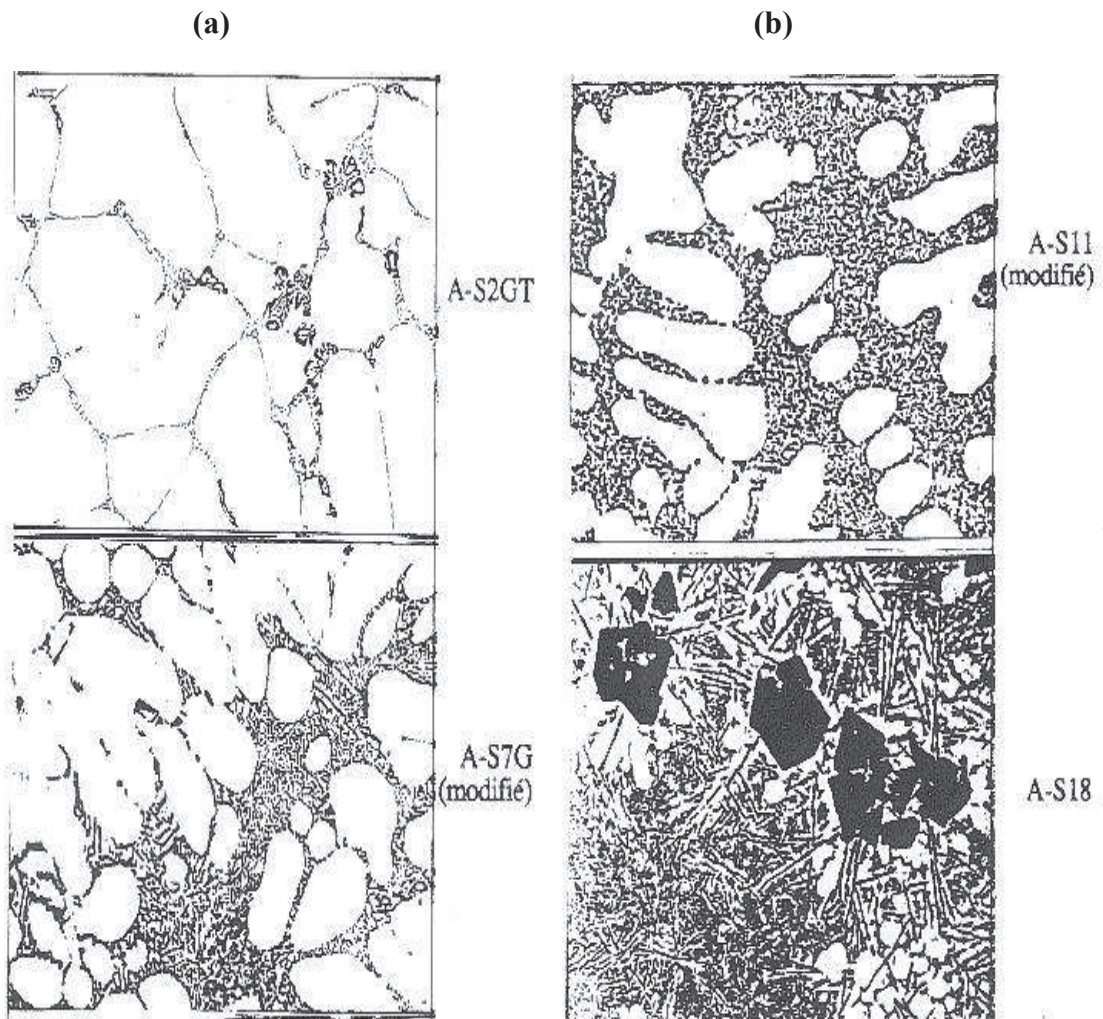


Figure I.9 : Microstructures : (a) AS2GT et AS7G modifié, (b) AS11 modifié et AS18 (alliages à piston) (Massinon 02).

I-6-3. Structure des Alliages de Fonderie Al-Si : Cette structure comprend des solutions solides sous forme de dendrites (hypoeutectiques), des eutectiques plus ou moins complexes (binaires, ternaires) et des constituants intermétalliques.

Dans le système Al-Si, les cristaux solides d'aluminium se forment sur les parois du moule (plus froides que le cœur) et croissent vers l'intérieur. Leur composition en Si est inférieure à celle du liquide qui les entoure car la solubilité de Si dans Al décroît avec la température. Donc, le Si est rejeté à la surface des cristaux en cours de croissance et abaisse la température de solidification du liquide à cet endroit par effet cryoscopique (dit surfusion). Ceci ralentit la solidification car plus de chaleur doit être évacuée pour solidifier le liquide de cette couche. Mais si un germe du cristal en croissance parvient à traverser cette couche de liquide en surfusion, il se retrouve dans un milieu non enrichi en Si et peut se solidifier; ce qui est thermodynamiquement favorable. Cette protubérance est instable et croît rapidement; ce qui explique que les cristaux d'Al se développent non sous forme de sphères ou d'aiguilles mais sous forme d'arborescences appelées dendrites (Figure I.10), dont les bras secondaires sont espacés de quelques dizaines de micromètres. Cette distance est appelée espacement des bras de dendrite DAS (Dendrite Arm Spacing) ou SDAS (Secondary Dendrite Arm Spacing).

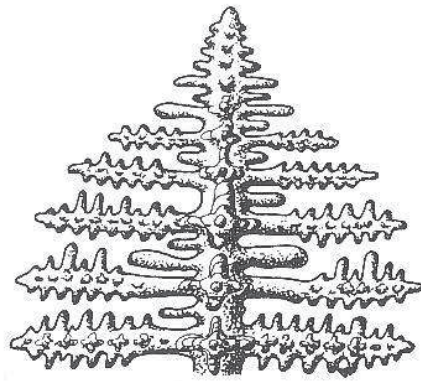


Figure I.10 : Schéma d'une dendrite, (Massinon 02) ^(Barlas 04).

I-6-4. Solidification des alliages aluminium –silicium « Al-Si » : La solidification des alliages aluminium-silicium sur les environ 238 compositions pour la coulée des alliages d'aluminium enregistrés auprès de l'Association de l'aluminium d'Amérique, 46% se compose d'alliages aluminium-silicium. Cependant, 90% de l'ensemble en forme de pièces moulées en alliage d'aluminium sont réalisés en alliages Al-Si (Granger et Elliott, 1992) ^(Hoch 10).

I-6-5. Solidification eutectique des alliages aluminium « Al-Si »: Microstructures typiques obtenus au cours de la solidification des alliages Al-Si eutectiques sont rencontrées. Une morphologie en forme de tige angulaire de la phase de Si est typique pour l'eutectique non modifié (type D). Ce type de structure est très fragile. La modification permet de modifier la forme de la phase de Si fibreux. Deux types de modifications sont possibles :

- modification par trempe (solidification rapide)
- modification chimique (modification de l'impureté): les éléments des groupes I et II du tableau périodique et les lanthanides peuvent être utilisés, mais le plus efficace sont Na et Sr (Figure I.11).

I-6-6. Traitement de modification des alliages Al-Si : Les fontes d'aluminium courantes sont dérivées de l'alliage eutectique Al-Si à 11,7 % de Si. Dans la matrice d'aluminium, on trouve des particules de silicium pratiquement pur. La solidification d'un alliage Al-Si de pureté industrielle standard conduit à une structure eutectique grossière, donc à un alliage poreux et fragile.

On peut réduire considérablement ces défauts en ajoutant à l'alliage quelques dizaines de ppm en masse de sodium au métal liquide juste avant la coulée. Dans l'alliage eutectique Al-S13 industriel, le rôle du sodium est double : il supprime l'apparition des larges cristaux de silicium primaire et modifie la structure de l'eutectique Al-Si qui, de granuleuse ou lamellaire, devient fibreuse très fine. Dans les alliages hypoeutectiques tels que l'A-S7G, seul subsiste évidemment le second effet. Dans les deux cas, la teneur minimale en sodium nécessaire pour obtenir la modification de la structure eutectique dépend de façon sensible de la teneur en phosphore, impureté critique pour ces alliages (du même ordre de grandeur en masse). De plus, pour une teneur en phosphore donnée, la teneur minimale en sodium est d'autant plus faible que la vitesse de solidification est élevée. Ainsi, l'action modificatrice des additions de sodium ne peut être comprise qu'en relation avec les effets du phosphore et de la vitesse de solidification. Le phosphore a deux actions distinctes :

- Dans l'alliage eutectique A-S13, il forme des composés AIP qui agissent comme germes pour la précipitation de cristaux grossiers de silicium primaire dans les alliages hypo-eutectiques.

Chapitre I: Principes sur la Solidification

- Le phosphore, au niveau de quelques ppm, transforme la structure lamellaire caractéristique d'un alliage Al-Si binaire pur en une structure aciculaire grossière ^(Lessoult 94). Il semble donc agir sur les processus atomiques de croissance du silicium eutectique.

Les effets décrits du phosphore sur la structure de l'eutectique laissent penser que cette impureté accélère la croissance du silicium eutectique dans une direction, accentuant ainsi les caractères anisotrope et irrégulier de ses formes cristallines. De ce point de vue, on peut penser que l'action du sodium est double : d'une part, il provoque la formation de composés du type Na_2Si qui dissolvent le phosphore et neutralisent ainsi son effet néfaste sur les structures de solidification de l'eutectique Al-Si et d'autre part, il se comporte comme un poison pour certains sites atomiques des interfaces liquide/cristal actifs pour la croissance.

Cette double action conduirait à des formes cristallines pour le silicium eutectique plus régulières et plus isotropes. Les processus atomiques de croissance du silicium sont également sensibles à l'intensité de la force motrice de cristallisation, donc à la vitesse de solidification : ils peuvent être modifiés et conduire à des formes plus isotropes et régulières en présence de forces motrices intenses, donc dans le cas de solidifications rapides.

Il serait peut-être possible d'expliquer ainsi pourquoi la quantité minimale de sodium nécessaire pour modifier les alliages Al-Si est d'autant plus faible que la vitesse de solidification est élevée et que la teneur en phosphore est faible.

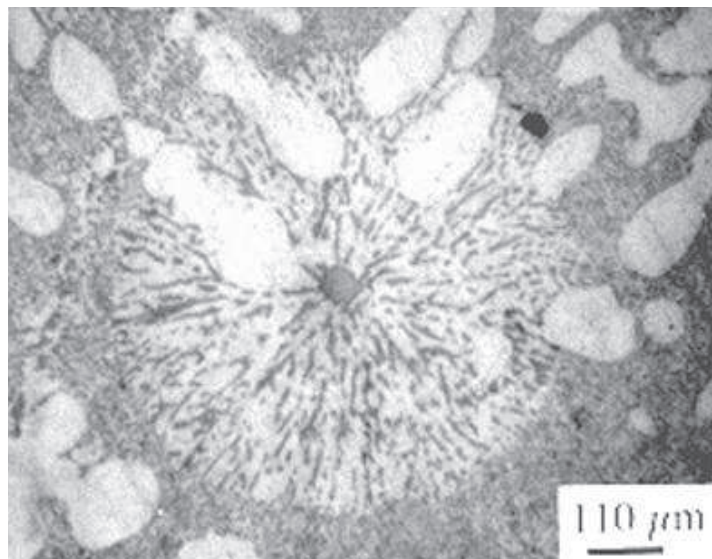


Figure I.11 : Microstructure de l'alliage eutectique Al-11%Si modifié par le sodium.

I-6-7. Les Intermétalliques dans les alliages d'aluminium : Les composés intermétalliques sont très pénalisants pour la durée de vie en fatigue des alliages d'aluminium car ils sont beaucoup plus durs que le reste de l'alliage et sont des sites d'amorçage de fissure préférentiels par décohésion avec la matrice et effet d'entaille des composés en aiguille. Ils sont le plus souvent à base de fer, localisés dans les joints de grain et l'eutectique et se trouvent sous forme d'écritures chinoises (Figure I.12 (a)), de petites aiguilles / plaquettes ou encore de cristaux polygonaux (Figure I.12 (b)) selon la vitesse de solidification et le rapport Fe/Mn ^(Mondolfo 76). Les différentes phases envisagées sont :

- Binaires : $Al_{13}Fe_4$ phase stable (refroidissement lent), Al_xFe ($3.25 < x < 6$), Al_6Fe , Al_9Fe_2 (refroidissement rapide ^(Forder 99));
- Ternaires : α - Al_8FeSi , β - Al_5FeSi (fine lamelles ou cristaux si $[Fe] > 0.80\%$, solidification lente et forte teneur en Si) ^(Iglesis 76, Hanlon 02, Lebyodkin 97), Al_7Cu_2Fe , Al_6CuMg_4 , Al_2CuMg ^(Ovono 02);
- Quaternaires : $Al_{15}(FeMn)_3Si_2$ (noté $Al(FeMn)Si$), $Al_8Si_6Mg_3Fe$, ^(Mondolfo 76). Ces phases sont identifiables et quantifiables par les moyens classiques d'analyse, ^(Alexander 02), mais aussi par spectrométrie Mössbauer du Fe^{57} ^(Forder 99).

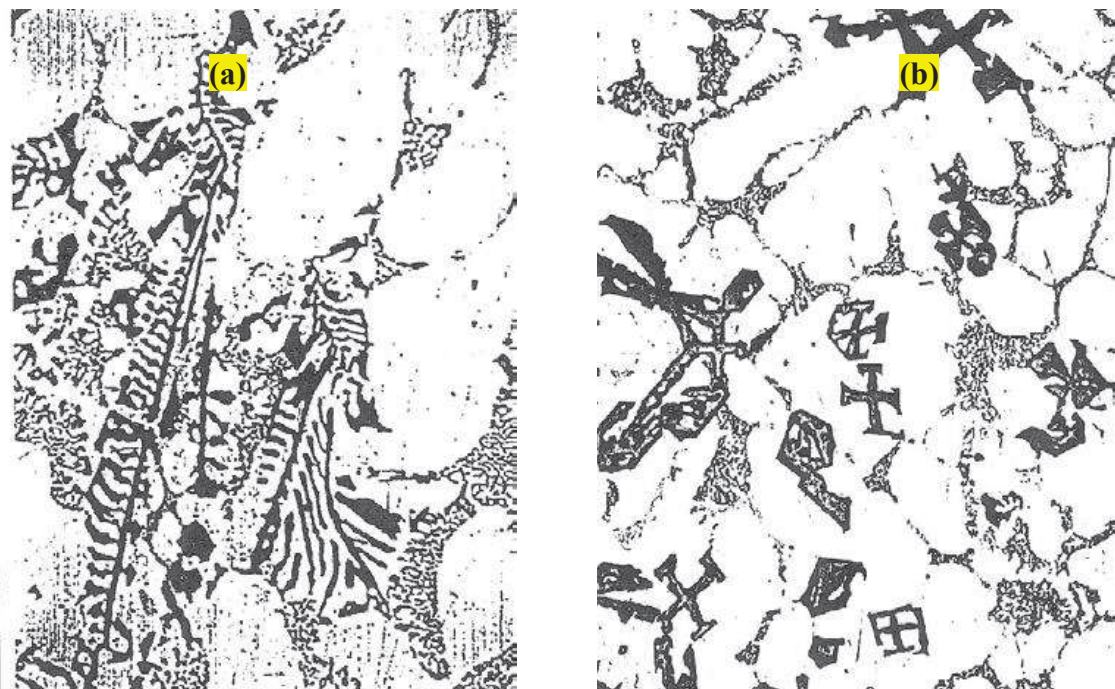


Figure I.12 : (a) Micrographie d'intermétalliques en écriture chinoise, (b) Micrographie d'intermétalliques en cristaux polygonaux, ^(Massinon 02).

II. PRINCIPES GENERAUX SUR LA SOLIDIFICATION DIRIGEE

INTRODUCTION la solidification dirigée pour quoi faire ?

Il existe quelques applications pour lesquelles une structure à grains fins équiaxes, comportant donc de très nombreux joints de grains, n'est pas désirée. Ce sont par exemple les pièces de réacteurs d'avions qui sont soumises à des sollicitations mécaniques et thermiques importantes. Ces pièces sont élaborées à partir d'alliages à base de nickel par moulage à la cire perdue. On a constaté en effet que la principale faiblesse résidait dans les joints de grain.

Une coulée conventionnelle conduit à une structure à grains fins équiaxes (Figure I.13) qui présente un double avantage :

- une isotropie des propriétés
- une bonne productivité du procédé de coulée

Cependant, cette structure présente une tenue faible à la fatigue thermique et au fluage. Cette dernière faiblesse est due à la décohésion sur les joints de grain transversaux pour des faibles taux de déformation à haute température.

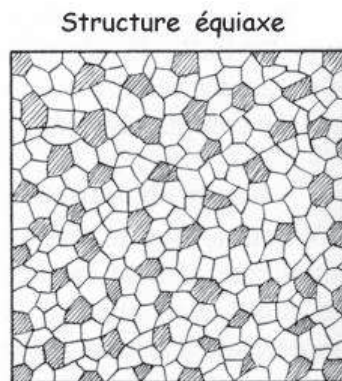


Figure I.13: Structure équiaxe.

Pour améliorer la tenue au fluage (déformation à haute température), on peut :

- Soit éliminer les joints de grains transversaux pour ne conserver que les joints parallèles à la direction de la contrainte appliquée. On doit alors réaliser une structure colonnaire à grains allongés dans la direction de l'effort.
- Soit supprimer tous les joints de grains en ne laissant croître qu'un seul grain. On doit alors réaliser une structure monocristalline.

Seul la solidification dirigée permet de réaliser les structures colonnaire ou monocristalline.

C'est durant la phase de solidification des alliages que se développe au niveau de l'interface solide-liquide des microstructures dont les caractéristiques influencent fortement les propriétés du matériau. L'étude des mécanismes physiques qui régissent la formation de ces microstructures est donc fondamentale dans l'optique d'une maîtrise de la qualité du produit.

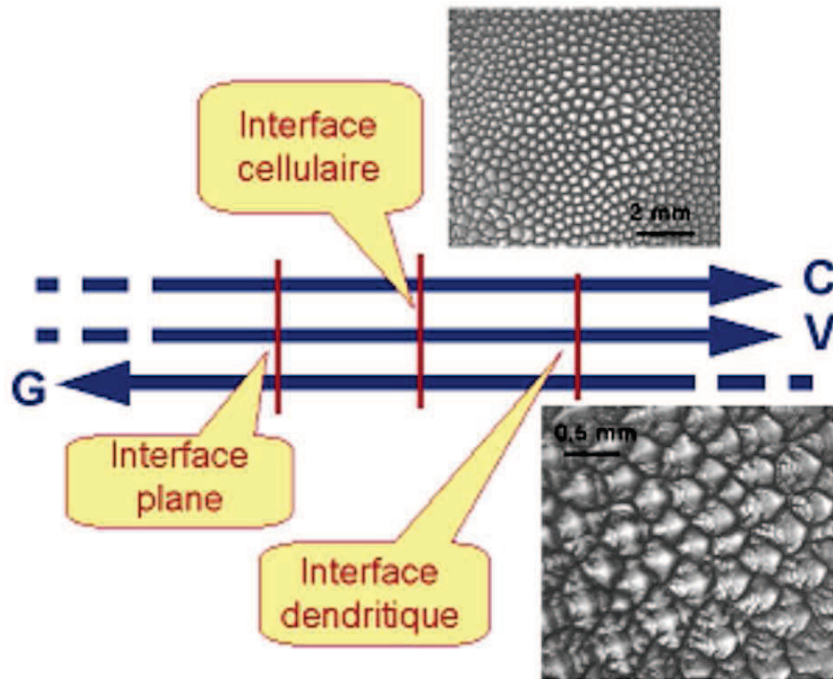


Figure I.14 : Schéma du principe de solidification dirigée.

Au cours de la solidification dirigée des alliages (Figure I.14), une structuration spatiale de l'interface solide – liquide peut apparaître suivant la valeur des paramètres de contrôle de l'expérience. La microstructure résultante joue un rôle crucial dans les propriétés finales du matériau de sorte que l'amélioration des qualités du produit obtenu passe par une compréhension claire de son développement.

La solidification directionnelle est une technique appropriée dans le domaine de recherche. Elle étudie le comportement de solidification des alliages dans des conditions de solidification définies ^(Fan 11) Des études antérieures de solidification directionnelle ^(Justiand 78, Bayract 95) menées sur des alliages à base de AlSi, ont porté sur l'effet de la vitesse de croissance et l'effet de gradient de température sur les propriétés mécaniques en particulier la traction.

Le procédé de solidification dirigée de type Bridgman est l'un des plus couramment utilisés pour l'étude des microstructures de l'interface solide - liquide, car il permet de faire varier indépendamment les trois paramètres expérimentaux :

C_0 : Composition initiale de l'alliage,

G : Gradient thermique imposé par le four,

V : Vitesse de tirage ou de solidification.

II-1. SOLIDIFICATION DANS UN FOUR DE TYPE BRIDGMAN-STOCKBARGER

Le four de type Bridgman est constitué d'au moins deux zones, une zone froide et une zone chaude. A l'intérieur de ce four un gradient thermique G_L unidirectionnelle, de la zone froide vers la zone chaude est imposé de l'extérieur. Un alliage de concentration initiale C_0 contenu, dans un creuset, est déplacé avec une vitesse V à l'intérieur du four passant de sa forme liquide dans la zone chaude vers sa forme solide dans la zone froide (Figure I.15). Il se crée alors une interface de solidification solide-liquide ^(Reinhart 06).

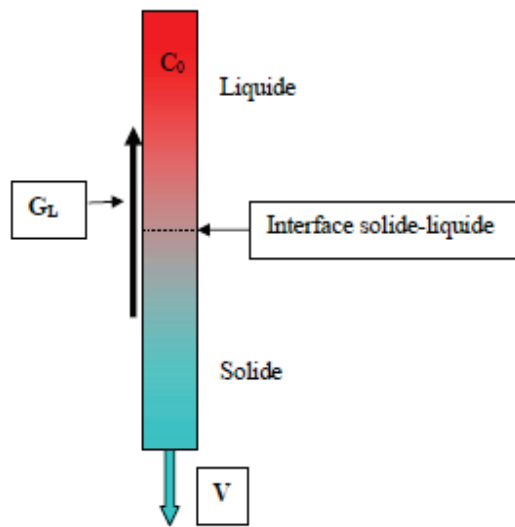


Figure I.15 : Principe d'une expérience de solidification dirigée de type Bridgman.

En fonction de ces paramètres de contrôle, principalement V , l'interface solide - liquide peut ne pas être plane et peut présenter une structuration spatiale associée à l'instabilité morphologique de Mullins et Sekerka. La conséquence de cette instabilité d'interface est la formation d'une microstructure de solidification dont vont dépendre les propriétés finales du matériau élaboré. Plusieurs types de microstructures peuvent être obtenus en fonction des paramètres de solidification (cellulaires à basse vitesse de tirage (Figure I.16 a et Figure I.16 b), dendritiques à grande vitesse de tirage (Figure I.16 c) et de l'alliage solidifié (morphologie

rugueuse ou facettée (Figure I.16 d)). En fonderie industrielle, où l'on utilise de grandes vitesses de solidification, ceux sont les structures dendritiques qui sont les plus couramment observées (Reinhart 06).

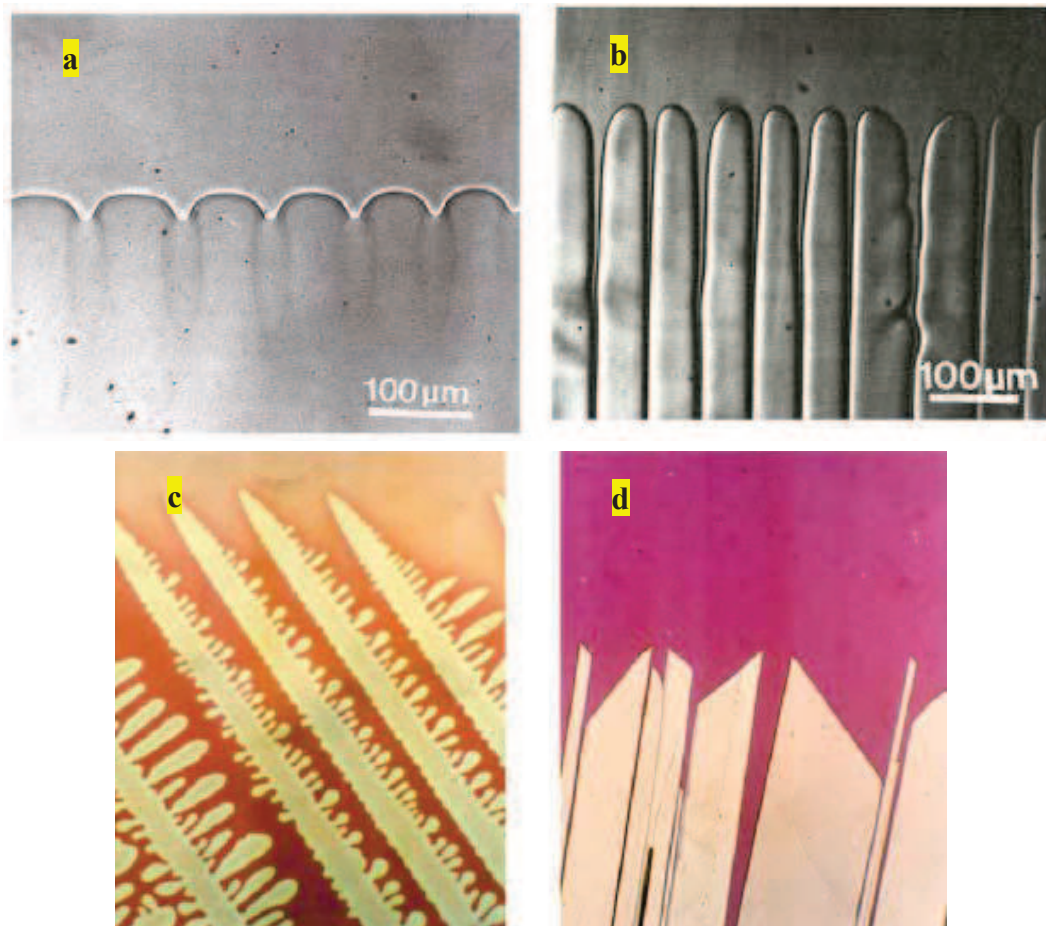


Figure I.16: Différentes formes d'interface solide – liquide, génératrices de la microstructure finale. (a) Cellules d'amplitude faible et (b) cellules profondes dans un alliage transparent (Hoch 10) (c) dendrites colonnaires pour un alliage transparent et (d) cristal de benzyle présentant des facettes bien développées (Justiand 78).

II-2. RAPPEL DES EQUATIONS FONDAMENTALES DE LA SOLIDIFICATION DIRIGEE

La croissance unidirectionnelle en régime diffusif est décrite par un ensemble d'équations qu'il est commode d'écrire dans le référentiel mobile lié à l'interface plane se déplaçant à une vitesse V , que nous supposerons plus loin colinéaire à la force de gravitation, où il peut exister une solution stationnaire. Nous considérerons les milieux latéralement infinis (Zaïdat 05).

Chapitre I: Principes sur la Solidification

II-2-1. Equations de conservation: Les bilans volumiques de température $T_{S,L}$ et de concentration C_L s'obtiennent en écrivant les équations de conservation de l'énergie et de la masse de soluté dans les deux phases. Pour un alliage binaire dilué, des expressions simplifiées (I.1) et (I.2) peuvent être écrites dans le cadre du "modèle minimal", qui consiste à négliger la diffusion de soluté dans le solide et à considérer la diffusion thermique infiniment rapide devant la diffusion solutale dans les deux phases. Cette dernière hypothèse est vérifiée pour la majorité des matériaux dans la mesure où le coefficient de diffusion solutal ($D_L \approx 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$) est très inférieur au coefficient de diffusion thermique qui varie entre 10^{-1} (pour les métaux) et $10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$ (pour les alliages organiques) (Zaidat,05).

$$(\nabla)^2 T_{S,L} = 0, \dots\dots\dots(I.1)$$

$$\frac{\partial C_L}{\partial T} = D_L \nabla^2 C_L + V D C_L \dots\dots\dots(I.2)$$

II-2-2. Conditions aux limites

II-2-2-1 : Bilans interfaciaux: Dans les équations qui suivent, l'indice ϕ signifie que la valeur de la grandeur considérée est prise au niveau de l'interface solide-liquide dont l'équation s'écrit : $z = \phi(x, y)$.

On néglige les effets associés à la contraction (ou la dilatation) volumique qui accompagnent le changement de phase.

Continuité de la température $[TS]_{\phi} = [TL]_{\phi} = T_{\phi}, \dots\dots\dots(I.3)$

Conservation de la chaleur $[K_S \nabla_{TS} - K_L \nabla_{TL}] \phi n = LV n, \dots\dots\dots(I.4)$

Conservation du soluté $D_L [\nabla C] \phi n = [C_S - C_L] \phi V n, \dots\dots\dots(I.5)$

Dans ces équations, K_S et K_L désignent les conductibilités thermiques dans le solide et le liquide, V la vitesse de croissance, n la normale en un point de l'interface, L la chaleur latente de fusion de l'alliage par unité de volume et D_L le coefficient de diffusion solutale (Zaidat 05).

II-2-2-2 : Equilibre de solidification: En croissance directionnelle d'alliage présentant une interface rugueuse, l'attachement des atomes "liquide" au front solide peut être considéré comme infiniment rapide et le front de solidification en quasi-équilibre thermodynamique. Cette approximation conduit à deux relations importantes au niveau de l'interface solide-liquide:

➤ Coefficient de partage k

A partir du diagramme d'équilibre des phases, nous définissons le coefficient de partage k supposé constant, comme le rapport à l'interface de la concentration du soluté dans le solide à celle dans le liquide (Figure I.17): $k = \left[\frac{C_S}{C_L} \right]_{\phi}$(I.6)

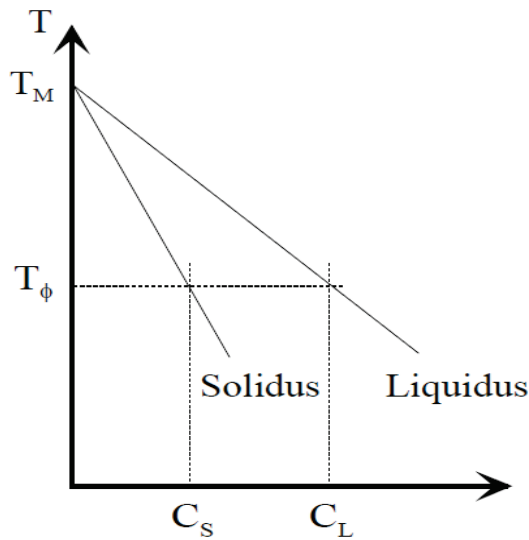


Figure I.17 : Extrait du diagramme d'équilibre.

➤ Equation de Gibbs-Thomson

La température d'équilibre T_E pour une interface courbe vérifie l'équation de Gibbs-Thomson:

$$T_{\phi} = T_E = T_M + m_L C_L - \frac{\Gamma}{R}, \dots\dots\dots(I.7)$$

Où T_M désigne la température de fusion du solvant pur, m_L la pente du liquidus, κ la courbure interfaciale et Γ la constante capillaire donnée par

$$\Gamma = \frac{\gamma T_M}{L}, \dots\dots\dots(I.8)$$

Où γ est la tension interfaciale solide-liquide de l'alliage.

II-2-2-3 : Concentration loin de l'interface: Loin de l'interface, en régime diffusif, on retrouve la concentration initiale de l'alliage: $C_L = C_0$ pour $z \rightarrow \infty$(I.9)

II-3. INSTABILITE MORPHOLOGIQUE DE L'INTERFACE SOLIDE –LIQUIDE

II-3-1. Structure cellulaire : La structure se compose d'éléments parallèles en forme de baguettes prismatiques qui progressent d'habitude dans la direction de la solidification. Les baguettes sont de section hexagonale et l'interface solide/liquide, après décanation, présente un réseau de cellules hexagonales.

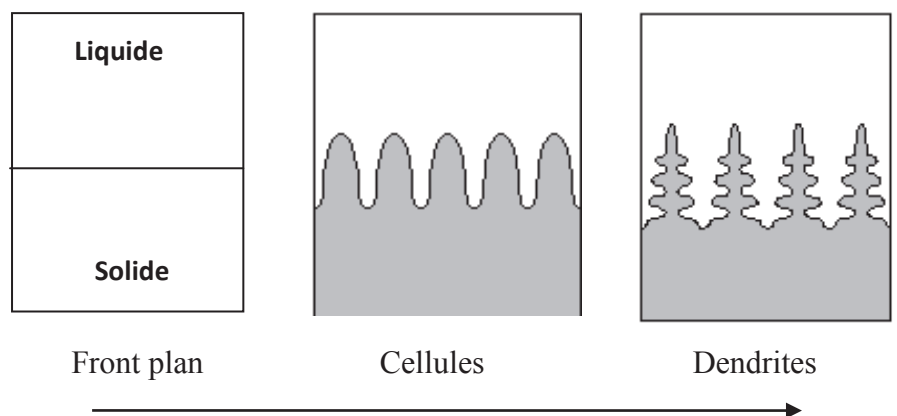
La partie centrale de la cellule fait saillie dans le liquide par rapport au bord et lorsque $k_0 < 1$, ce dernier est enrichi en soluté. La surfusion de constitution peut expliquer ces phénomènes de la manière suivante. Prenons le cas de l'interface d'un cristal qui se développe de manière que telle que le soluté s'accumule en avant de l'interface solide/liquide et que l'on ait surfusion. Toute saillie qui se forme par hasard sur l'interface va se trouver dans une zone de surfusion de constitution, et en conséquence subsister et se développer (Winegard 71).

II-3-2. Transition Cellules- Dendrites : Si la solidification d'un échantillon se fait avec une interface à structure cellulaire, on peut passer à une structure dendritique en augmentant la surfusion. La plupart des structures dendritiques dans les alliages proviennent d'une surfusion de constitution. Si on augmente la surfusion jusqu'à dépasser une valeur critique au dessus de celle nécessaire pour l'apparition des cellules, ces dernières commencent à avoir des embranchements et à former un faisceau de dendrites.

II-3-3. Croissance cellulaire et dendritique : Lorsqu'on fixe le gradient de température dans le liquide G et la concentration initiale C_0 , on remarque qu'à faible vitesse de tirage l'interface solide - liquide est plane. Si on augmente la vitesse V au delà d'une vitesse critique V_C , le front devient instable et l'interface solide – liquide présente une structuration spatiale.

Ces microstructures, dont la période ou l'espacement primaire λ est typiquement de l'ordre de quelques dizaines ou centaines de micromètres, sont appelées cellules ou dendrites (Figure I.18).

Figure I.18: Représentation schématique des différentes morphologies d'interface en fonction de V , lorsque G et C_0 sont fixés.



II-3-4. Distance entre branches de dendrites : Dans le cas de structures dendritiques bien formées, les distances sont mesurées perpendiculairement aux branches. Dans le cas de structures confuses, il faut se contenter de mesures faites le long de segments de droite implantés au hasard sur les coupes métallographiques ou utiliser des modèles de structures et des méthodes d'analyse morphologique raffinées (Lessoult 86). Il est bien connu que la structure dendritique est d'autant plus fine que la chaleur est extraite plus rapidement pendant la solidification. Les résultats sont le plus souvent présentés en coordonnées logarithmiques en fonction de la vitesse de refroidissement du liquide juste avant le début de la solidification, ou en fonction du temps local de solidification complète.

La taille des dendrites est généralement caractérisée par la distance séparant les axes des branches secondaires ou SDAS (Secondary Dendrite Arm Spacing). La valeur de cette distance est d'autant plus faible que le liquide se solidifie plus rapidement (Figure I.19). En effet, pour un métal donné et une température de coulée donnée, la quantité de chaleur à évacuer est toujours la même. Lorsque la durée de la solidification devient courte, l'écoulement de la chaleur est accéléré par le développement de branches secondaires qui permettent d'augmenter la surface de contact entre la dendrite et son environnement (liquide). La distance SDAS est déterminée en fonction de la durée de solidification t_s , à l'aide d'une relation du type :

$$SDAS = k(t_s)^n \dots\dots\dots(I.10)$$

Où k et n sont des constantes indépendantes de la nature du métal.

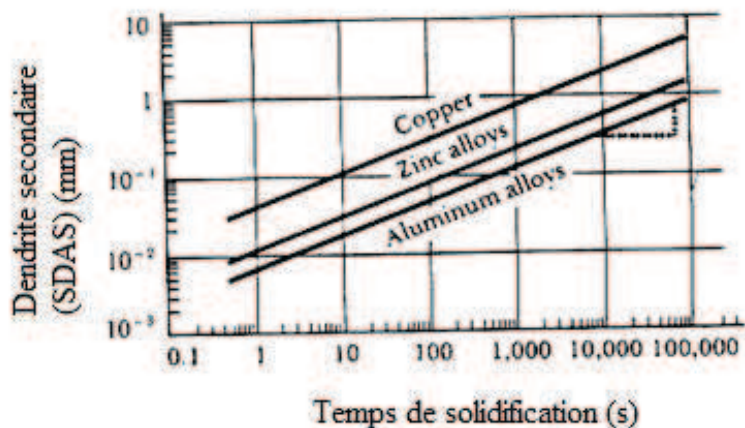


Figure I.19: Influence du paramètre SDAS sur le temps de solidification (cas d'un alliage d'Al).

Les structures présentant des dendrites fines conduisent généralement à une résistance élevée et une ductilité améliorée. Elles sont obtenues par un procédé d'atomisation du liquide en fines gouttelettes qui se solidifient à une vitesse de l'ordre de 10^4 °C/s (vitesse qui reste néanmoins inférieure à celle de formation des verres métalliques).

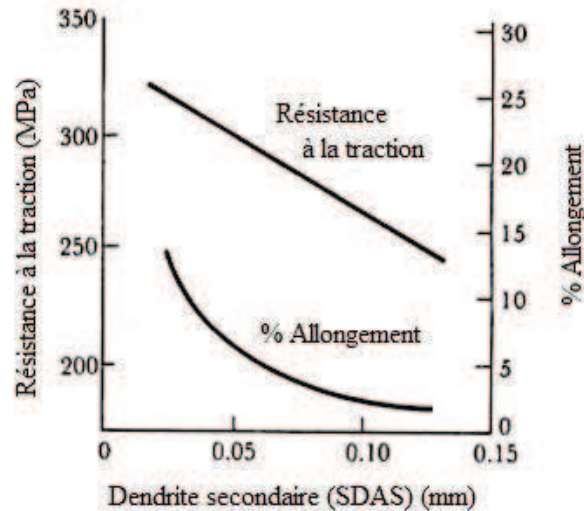


Figure I.20: Influence du paramètre SDAS sur les caractéristiques mécaniques (cas d'un alliage d'Al).

II-4. NOTION DE SURFUSION DE CONSTITUTION

La structure peut être reliée directement à la surfusion des métaux purs et des alliages. Dans les alliages, une surfusion peut être produite indirectement par des changements de la température et de la composition. Dans le cas où les changements de composition sont liés à des changements de température, on l'appelle surfusion de constitution, et c'est ce type de surfusion qui donne naissance aux structures de croissance que l'on rencontre dans les alliages (Winegard 71).

L'origine du phénomène d'instabilité morphologique a d'abord été comprise par Rutter et Chalmers qui ont introduit la notion de surfusion de constitution à partir de considérations purement thermodynamiques: le front plan peut devenir instable si le liquide adjacent à l'interface solide - liquide est thermodynamiquement instable, c'est à dire si sa température

réelle T_L est inférieure à une température fictive d'équilibre T_E . L'expression analytique, en solidification stationnaire, du critère de surfusion de constitution, a été établie par Tiller et al. (Mullins 64)

Le profil de concentration en amont du front de solidification ($V > 0$) s'obtient en intégrant l'équation (I.2) avec les conditions aux limites (I.5) et (I.9):

$$C_L(Z) = C_0 + [C_L - C_S] \exp\left(-\frac{V}{D_L} Z\right) \quad \dots\dots\dots(I.11)$$

Au niveau de l'interface ($z = 0$), la concentration du solide est égale à celle du liquide à l'infini C_0 . D'autre part, en introduisant le coefficient de partage dans l'équation (I.11), on obtient l'expression (I.12) dont l'allure est représentée sur la figure I.21.

$$C_L(Z) = C_0 \left[1 + \left(\frac{1-k}{k}\right) \exp\left(-\frac{V}{D_L} Z\right) \right] \quad \dots\dots\dots(I.12)$$

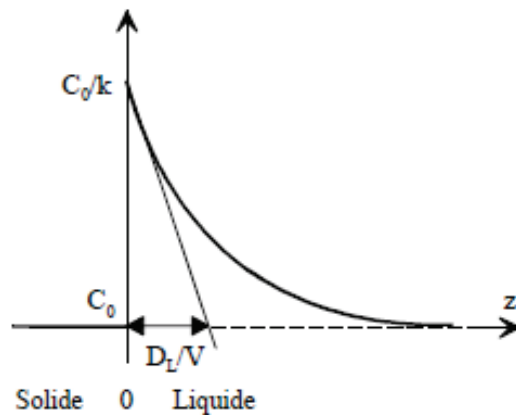


Figure I.21: Profil de concentration en soluté au voisinage de l'interface solide - liquide plane ($k < 1$) dans le référentiel mobile.

La température d'équilibre d'un alliage est finalement donnée par:

$$T_{Eq}(Z) = T_M + m_L C_L(Z) = T_M + m_L C_0 \left[1 + \left(\frac{1-k}{k}\right) \exp\left(-\frac{V}{D_L} Z\right) \right] \quad \dots\dots\dots(I.13)$$

Par ailleurs, en supposant la diffusion thermique instantanée, le profil de température dans la phase liquide est linéaire au voisinage du front :

$$T_L(Z) = T_M + m_L \frac{C_0}{k} + G_L Z \quad \dots\dots\dots(I.14)$$

A gradient de température et concentration fixés, si l'on porte sur une même figure les deux distributions de température, il apparaît une zone de liquide surfondu pour une vitesse V supérieure à la vitesse critique V_C (Figure I.22). Le critère de surfusion de constitution suppose que toute perturbation naissant sur l'interface plane se développera à condition que soit vérifiée la relation :

$$G_L - m_L G_C < 0, \dots\dots\dots(I.15)$$

Où G_C est le gradient de concentration dans le liquide à l'interface, que l'on peut déduire de l'équation (I.12).

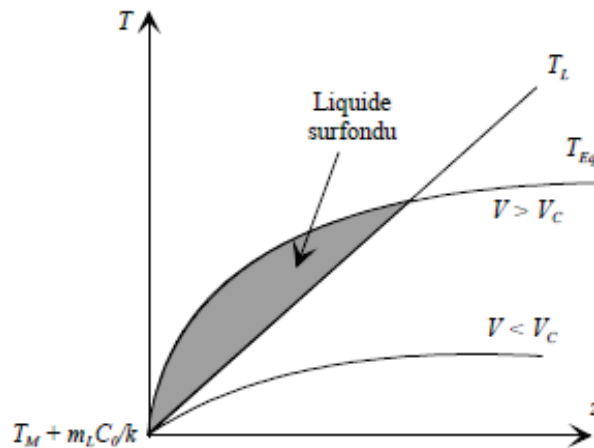


Figure I.22: Représentation de la surfusion de constitution.

En conclusion, un front plan peut être considéré comme instable lorsque la condition :

$$V > V_C = \frac{k G_L D_L}{(k - 1) m_L C_0}, \dots\dots\dots(I.16) \text{ est vérifiée.}$$

Bien que cette analyse soit basée sur un argument purement thermodynamique et que tout l'aspect dynamique de la solidification soit ignoré, son accord avec l'expérience peut être considéré comme satisfaisant en première approche. De plus, elle met en évidence l'effet stabilisant du gradient de température et déstabilisant du gradient de concentration. Par contre, il est évident que la surfusion de constitution ne donne aucune prédiction sur la taille, et encore moins sur la forme, de la microstructure qui s'établit au niveau du front de solidification.

II-5. ANALYSE LINEAIRE DE STABILITE

Le principe d'une telle analyse consiste à déduire le taux de croissance $\sigma(q)$ d'une perturbation infinitésimale harmonique, de nombre d'onde q , que l'on superpose à la solution stationnaire du système d'équations linéaires et homogènes vérifiées par les grandeurs non perturbées. Dans notre cas, les équations de la solidification admettent une solution stationnaire simple: le front plan avec les profils de concentration et de température donnés par (I.12) et (I.14). Si l'analyse linéaire conduit à σ positif, la perturbation croit indéfiniment et le front plan est instable. Dans le cas contraire, le front est stable. L'analyse linéaire de Mullins et Sekerka ^(Reinhart 06) établit que toutes les perturbations sont stables si le critère de stabilité :

$$\frac{K_S G_S + K_L G_L}{K_S + K_L} - m_L G_C S > 0 \quad , \dots\dots\dots(I.17) \text{ est vérifié.}$$

Dans cette expression (I.17), S ($S < 1$) est la fonction de stabilité qui caractérise l'effet stabilisant de la tension interfaciale : faible lorsque S est proche de 1 et augmentant quand S s'en écarte. S est une fonction qui dépend essentiellement du coefficient de partage k et du nombre de Sekerka A ^(Sekerka, 65). En introduisant le gradient de température pondéré G^* :

$$G^* = \frac{K_S G_S + K_L G_L}{K_S + K_L} \quad , \dots\dots\dots(I.18)$$

On peut écrire ce critère de stabilité sous une forme analogue au critère de surfusion (I.17):

$$G^* - m_L G_C S > 0 \quad , \dots\dots\dots(II.19)$$

Si nous supposons égales les conductibilités thermiques dans le solide et le liquide ($G^* = GL$) et les effets capillaires négligeables ($S = 1$), on retrouve le critère de surfusion de constitution. Pour les alliages métalliques, ces considérations ne sont plus valables et l'analyse de Mullins et Sekerka conduit à une meilleure détermination du seuil de transition front plan – front cellulaire. Néanmoins, par sa facilité d'utilisation, le critère de surfusion de constitution reste très utilisé pour l'estimation du seuil d'instabilité morphologique.

De plus, l'analyse de Mullins et Sekerka permet d'établir, pour un alliage donné, le domaine des nombres d'onde q stables et instables dans le plan (V, q) (Figure I.23). Sur ce schéma apparaît V_a qui est la vitesse de stabilité absolue au delà de laquelle le front plan redevient stable mais qui, en dehors des alliages extrêmement dilués, ne peut pas être atteinte

en général en croissance directionnelle de type Bridgman. Au delà du seuil de stabilité absolu, les effets capillaires re-stabilisent le système. On notera également que la courbe donnant la limite de stabilité au voisinage du seuil V_c est très plate ^(Zaïdat 05). Contrairement à d'autres instabilités comme par exemple celles de Rayleigh-Bénard ou de Bénard-Marangoni. Ceci se traduit par un large domaine de tailles possibles pour les microstructures au delà du seuil de Mullins et Sekerka, et explique en partie la nature fortement désordonnée des réseaux cellulaires observés en solidification dirigée ^(Winegard 71).

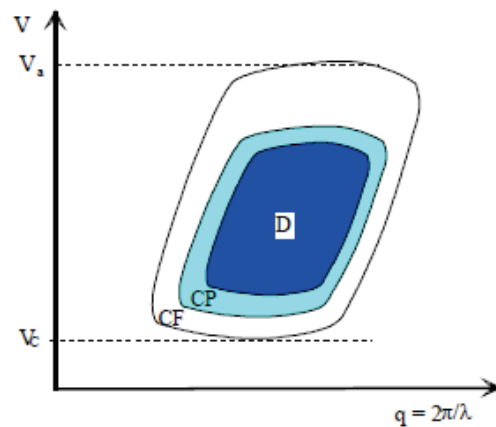


Figure I.23: Allure du diagramme de stabilité linéaire de l'instabilité morphologique dans le plan (V, q) , D : dendrites, CP : cellules profondes et CF : cellules d'amplitude faible.

II-6. TRANSITION COLONNAIRE EQUIAXE (CET)

En solidification deux modes de croissance peuvent être remarquables : la croissance colonnaire et la croissance équiaxe. La transition entre ces deux modes de croissance est appelée transition colonnaire – équiaxe (ou « *Columnar to Equiaxed Transition* », CET). Elle est en fonction de l'évolution des conditions thermiques et solutales au cours de la solidification et a une influence très marquée sur les propriétés intrinsèques du matériau car les deux formes de grains sont à l'origine de propriétés différentes.

D'un point de vue théorique, la structure de grains résulte de phénomènes de germination et de croissance opérants dans deux modes distincts : le mode colonnaire et le mode équiaxe, qui sont en compétition. L'existence de grains équiaxes en solidification dirigée est liée au fait qu'il existe une zone de liquide surfondu entre la température de pointe des dendrites colonnaires T^* et la température du liquidus T_L (Figure I.24). Si des germes

solides sont présents dans cette zone, ils peuvent croître et une compétition entre la croissance de cristaux équiaxes libres et l'avancée du front colonnaire s'établit, pouvant conduire à la CET.

La formation des germes solides, embryons des grains équiaxes, peut avoir deux origines :

❖ La fragmentation : La fragmentation n'est pas un phénomène bien connu. Des auteurs tels que Sato et Paradies ^(Sato 87) attribuent cette fragmentation à la conséquence d'une refusion locale des sections les plus fines des bras de dendrites (effet de cou). D'autres, comme Liu est arrivé à la conclusion que la fragmentation est principalement générée par la dissolution des bras des dendrites causée par une variation solutale dans la zone pâteuse, elle-même induite par la décélération de la vitesse de refroidissement ^(Jackson 66). Gu et Beckermann ^(Gu 97) comme Hellowell ^(Liu 02) attribuent la formation de fragments à la dissolution solutale des dendrites dans le cas précis de création de canaux ségrévés (*freckles*).

❖ L'inoculation : l'adjonction de particules germinantes efficaces (affinants), qui font office de sites préférentiels de germination hétérogène, favorise la transition colonnaire – équiaxe, même si une faible partie du liquide est surfondue. Il suffit que la surfusion nécessaire pour la germination ΔT_n de cristaux sur les particules soit plus faible que la surfusion maximale dans le liquide, et que la densité de particules affinantes soit suffisamment élevée; ce qui est le cas pour les alliages d'aluminium affinés.

La CET est d'un grand intérêt pour l'industrie. Cependant ce phénomène est d'une complexité accrue par la diversité des conditions de coulée qui l'induisent (ajout d'inoculant, effet de la vitesse de refroidissement, solidification sous convection naturelle ou forcée). C'est la compréhension des mécanismes mis en jeu lors de la CET qui nous permettra d'expliquer en détail l'affinage de la structure de coulée.

Deux concepts s'appuyant des modèles de blocage pour la transition équiaxe – colonnaire (CET) ont été développés. Le premier est le modèle de blocage mécanique ^(Hunt 84). Ce concept s'appuie sur le modèle de Hunt ^(Hunt 84) et le deuxième modèle de blocage chimique pour la CET qui est dû à Martorano *et al.* ^(Wang 93). Un nouveau mécanisme de transition colonnaire équiaxe, basé sur la présence d'interactions chimiques dues au rejet de soluté lors de la croissance des grains est présenté. Les modèles classiques de transition colonnaire-équiaxe ne tiennent pas compte de la convection naturelle ou forcée qui a pourtant une

influence majeure : mouvements des fragments, des particules et des grains équiaxes, modification de la répartition du soluté.

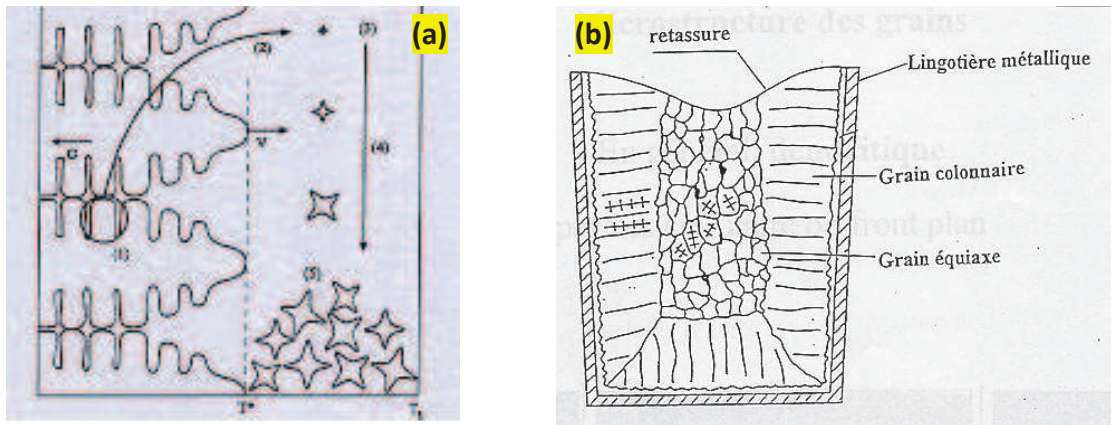


Figure I.24 : (a) Mécanisme de transition colonnaire équiaxe décrit par le modèle de Maxwell et Hellawell ^(Liu 02) en solidification horizontale. (b) : Transition colonnaire - équiaxe dans le cas des ligots industriels.

II-7. SOLIDIFICATION DIRIGÉE EN PRESENCE D'UNE CONVECTION NATURELLE

Dans les mécanismes de solidification; les mouvements du liquide par convection thermique ou par action mécanique ou électromagnétique jouent souvent un rôle important. L'influence des mouvements de convection a été l'objet de nombreuses études. Dans les expériences de solidification dirigée horizontale, Fraser et Oakley ont montré que la convection est un mode de transfert de chaleur important. Dans les mêmes conditions, Cole et Wuinegard ont observé des fluctuations de température au cours de cristallisation dès que le gradient de température dépasse une certaine valeur. Plus tard, ils ont montré que ces fluctuations sont dues à la convection thermique et, corrélativement, que le phénomène entraîne une ségrégation macroscopique du soluté des alliages monophasés. D'autres auteurs ^(Vandenbulcke 72) montrent également que des mouvements de matière s'établissent dans un liquide qui présente un gradient de densité associé au gradient de température; ce qui se traduit par des variations périodiques de la concentration du soluté le long de la direction de solidification.

Cole a effectué des mesures de température dans le liquide devant des interfaces solide - liquide stationnaires. Dans le cas d'un métal pur dont les paramètres physiques du liquide sont

connus, la distribution des températures et le profil du front de cristallisation permettant d'évaluer le flux de la chaleur à l'interface et en déduire la nature des mouvements du liquide.

Dans les conditions usuelles de solidification, la phase liquide est presque toujours animée de mouvements macroscopiques dus à la convection forcée ou naturelle ^(Vandenbulcke 72) et on ne peut pas se limiter au cas diffusif. La convection naturelle peut avoir plusieurs origines :

- ✚ La différence de masse volumique entre les deux phases,
- ✚ La convection Marangoni due à la non-uniformité de la tension interfaciale au niveau d'une surface libre,
- ✚ Les gradients de température ou de concentration (c'est-à-dire la densité) dans le bain fondu.

II-7-1. Convection thermosolutale : Origine de la convection thermosolutale

La principale cause de convection est la variation de densité du liquide avec la température (convection thermique) et la teneur en soluté (convection solutale). L'origine de la convection est la poussée d'Archimède : le liquide a localement tendance à s'élever là où sa densité est plus faible que la densité moyenne, et à descendre où sa densité est plus forte. La configuration du liquide peut alors être stable ou instable. Les profils de concentration (pour $k < 1$) et de température lors de la croissance unidirectionnelle d'un alliage binaire, sont représentés sur la figure I.25.

Pendant la solidification, au niveau de l'interface, se produisent des échanges de solutés et de solvant entre solide et liquide. Ces échanges au niveau de l'interface provoquent une variation de la composition moyenne du liquide avec l'avancement de la solidification et, donc, une variation dans l'espace de la composition du solide déposé. Les vitesses de diffusion chimique dans le solide étant le plus souvent faibles ^(Lessoult 86).

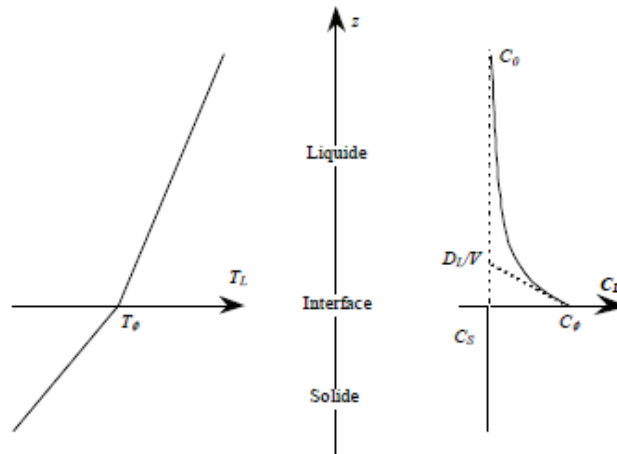


Figure I.25: Profils de température et de concentration en amont de l'interface lors de la solidification unidirectionnelle stationnaire.

D'un point de vue hydrodynamique, la couche de liquide adjacente à l'interface peut être en équilibre stable ou instable selon l'alliage considéré. Quand la solidification est vers le haut, le gradient thermique est toujours stabilisant (liquide chaud au-dessus du liquide froid). Par contre, le gradient de concentration peut être soit stabilisant soit déstabilisant suivant essentiellement la valeur du coefficient de partage k et le rapport des masses volumiques du soluté et du solvant (si $k < 1$ et si le soluté est plus lourd que le solvant la configuration est stable, mais si le soluté est plus léger que le solvant la configuration est instable et des mouvements convectifs apparaissent). En présence de convection dans le liquide, vient s'ajouter le couplage des bilans volumiques de chaleur et de soluté avec l'hydrodynamique qui, au travers des équations de Navier-Stokes, est fortement non linéaire. Dans le liquide, les transports de chaleur et de soluté se font alors par diffusion mais aussi par convection.

D'un point de vue physique, il est clair que la présence de ces courants convectifs au voisinage de la microstructure interfaciale modifie plus ou moins fortement les bilans locaux de soluté et de température. Ceci explique l'influence des effets convectifs sur l'instabilité morphologique. Mais réciproquement, la présence de la microstructure modifie la vitesse de convection, en particulier pour les régimes de dendrites développées.

Expérimentalement, la convection thermo-solutale provoque des effets qui sont non négligeables sur la solidification dirigée. Des travaux ont montré qu'en présence de convection dans le bain fondu, le réseau cellulaire présente des irrégularités de taille ^(Dupouy 89)

et provoque une diminution de la longueur d'onde caractéristique des instabilités à l'interface. Des études ont montré que la convection modifie la direction et la cinétique de croissance des dendrites colonnaires. La direction de croissance de la pointe des dendrites est inclinée vers le flux de liquide entrant comme dans le cas des alliages transparents.

La cinétique de croissance de la pointe de dendrite dépend également de la direction du flux de liquide ^(Okamoto 75).

II-7-2. Convection d'origine radiale : Origine de la convection radiale

Afin d'éviter à priori la convection thermo-solutale durant la solidification directionnelle, les expériences peuvent être effectuées dans un mode thermiquement et solutalement stable; ce qui est le cas lors de la solidification dirigée vers le haut d'un alliage binaire dont le soluté, rejeté au cours de la solidification, est plus lourd que le solvant (Figure I.26).

Des résultats expérimentaux ^(Dupouy 97) ont montré que de forts mouvements de convection pouvaient encore perturber profondément la solidification et donc la structure.

La convection radiale induit des rouleaux convectifs confinés dans une zone "tampon" adjacente à l'interface solide - liquide. Ces mouvements hydrodynamiques induisent principalement:

- ❖ Des gradients de microstructures de l'interface associés aux gradients radiaux de concentration. La microstructure le long du front n'est alors plus uniforme. Un effet a été remarqué dans le cas des alliages hypo et hyper - eutectique Al - Cu ^(Nguyen 05, Burden 73). Dans ce dernier cas, l'effet de gradient de microstructure (phase dendritique $\alpha(\text{Al})$ et phase eutectique) est beaucoup plus spectaculaire à cause de la phase eutectique.

- ❖ De plus, la convection d'origine radiale provoque une courbure importante du front de solidification qui augmente au cours de la solidification (*steeping*). Cet effet, mis en évidence par Burden *et al.* ^(Burden 76) dans le cas des alliages Al - Cu10 wt.%, disparaît pour des vitesses élevées de croissance c'est-à-dire quand le front de solidification présente une microstructure dendritique.

- ❖ Enfin, la convection ayant lieu dans une zone tampon proche du front de solidification, il n'y a pas de mélange avec le cœur du liquide.

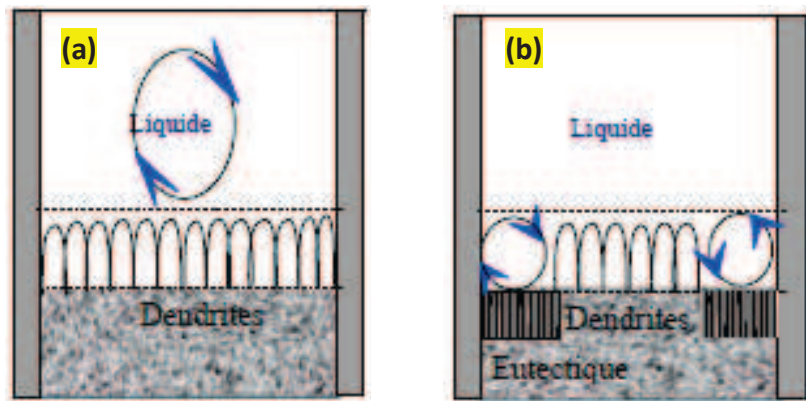


Figure I.26: *Mouvements hydrodynamiques associés aux deux types de convection : (a) Convection liée aux gradients longitudinaux et (b) Convection liée aux gradients radiaux.*

CONCLUSION DU CHAPITRE

Ce chapitre a permis de présenter le concept de base sur la solidification et la croissance cristalline des eutectiques car pour connaître l'influence de l'étape de solidification sur les propriétés des produits métalliques, il faut établir des corrélations avec les caractères microstructuraux du métal coulé, à savoir principalement : la dimension du grain de coulée et la finesse des ramifications dendritiques. Une étude sur les alliages d'Aluminium utilisés en fonderie particulièrement AlSi, AlSiMg et AlCu qui seront employés dans le chapitre suivant a été aussi effectuée.

Egalement, cette partie bibliographique nous a permis aussi de connaître le principe de la technique de Bridgman et de présenter les équations fondamentales de la solidification dirigée afin de l'adapter aux applications de la solidification des alliages de fonderie élaborés.

Un rappel sur l'influence de la convection présente dans la phase liquide sur les microstructures de solidification ainsi que le rôle de l'anisotropie du matériau a été abordé.

Enfin des généralités sur la transition colonnaire – équiaxe en solidification directionnelle ont été présentées.

CHAPITRE. II

Méthode d'Elaboration des Alliages de Fonderie par Solidification Dirigée et leurs Caractérisation

Méthode d'Elaboration des Alliages de Fonderie par Solidification Dirigée et leurs Caractérisation

INTRODUCTION

L'un des objectifs de cette thèse est de mettre au point un dispositif de solidification dirigée d'alliages non ferreux à base d'Aluminium, de Cuivre, d'Etain, ... Ce dispositif est réalisé au sein de notre laboratoire des systèmes et matériaux avancés (LASMA) à l'université Badji-Mokhtar de Annaba. Nous présentons dans ce chapitre les différentes techniques d'élaboration employées en résumant les progrès réalisés au cours de ces dernières années, les divers types de croissance ainsi que leurs domaines d'application.

I. PROCEDE D'ELABORATION

I-1. Dispositif de solidification dirigée « SD »

I-1-1. Principe : Le principe de l'essai de solidification dirigée consiste à appliquer un gradient de température G à un barreau en cours de translation avec une vitesse de solidification constante choisie v . On peut contrôler ainsi le gradient de température et la vitesse de solidification. Cette dernière étant assimilée à la vitesse d'extraction du barreau. Le contrôle de ces deux paramètres G et v permet de suivre la nature de la microstructure (structure dendritique et structure cellulaire) et la taille caractéristique de cette microstructure (dP , dS , nP).

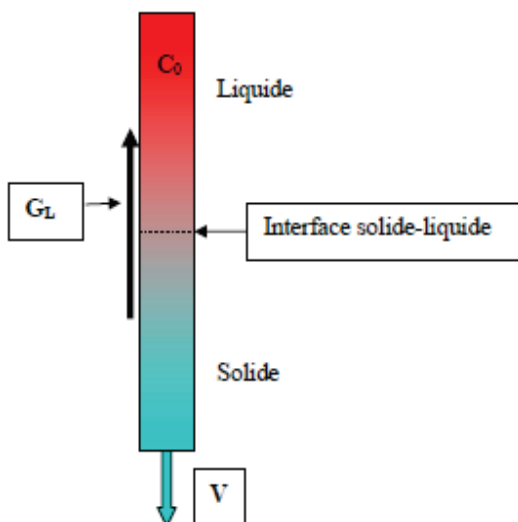


Figure II.1: Schéma de principe de l'essai de solidification dirigée.

Chapitre II: *Techniques d'Elaboration et de Caractérisation*

Lors d'un essai de solidification dirigée (SD), l'échantillon est placé dans un dispositif vertical (appelé aussi four de Bridgman), comprenant dans sa partie haute un système de chauffage et dans sa partie basse un système de refroidissement (Figure II.1).

- Dans le système de chauffage qui est composé de quatre résistances, l'échantillon placé au milieu est porté localement à une température T supérieure à la température du liquidus T_L ; ce qui nous permet d'imposer le degré de surchauffe, définie par $\Delta T = T_0 - T_L$.
- Le système de refroidissement assure la solidification dans la partie inférieure du dispositif. L'échantillon est translaté verticalement de la zone chaude vers la zone froide du dispositif à une vitesse choisie constante.
- En régime stationnaire, la vitesse de translation du front de solidification par rapport au front de solidification est égale, en valeur absolue, à la vitesse de translation de l'échantillon par rapport au four. Grâce à un thermocouple de type (Pt-Pt10% Rh) incrusté dans l'échantillon et se translatant avec lui à la même vitesse, le gradient de température peut être mesuré à travers la pointe du thermocouple.

I-1-2. Constituant du système de solidification dirigée « SD »: Le dispositif de solidification dirigée se compose principalement de trois parties : Un système de chauffage ❶, un système de refroidissement ❷, un système de translation ❸ (Figure II.2).

- ✓ **Système de chauffage ❶**: Le dispositif employé est constitué dans sa partie haute d'un four à résistances qui permet de porter une partie de l'échantillon à la température de fusion. La pointe du thermocouple est placée au niveau du point le plus chaud dans l'échantillon.
- ✓ **Système de refroidissement ❷**: Il consiste en une boîte d'eau (réservoir) sous pression à circuit fermé qui permet de maintenir un gradient de température bien déterminé. Un dispositif de translation, monté sur le bâti du dispositif permet d'imposer des vitesses de translation.
- ✓ **Système de translation ❸**: Pour déplacer le tube en quartz utilisé comme porte échantillon de la partie chaude vers la partie froide, un moteur asynchrone avec un galet d'entraînement sont utilisés dans ce système de translation. Grâce à un vérin

Chapitre II: *Techniques d'Elaboration et de Caractérisation*

mécanique et un variateur de vitesse, l'échantillon est ainsi translaté à la vitesse voulue. Les vitesses de tirage disponibles données par ce système sont variant de 500 à 4000 $\mu\text{m/s}$.



Figure II.2 : *Photo réel du dispositif de solidification dirigée.*

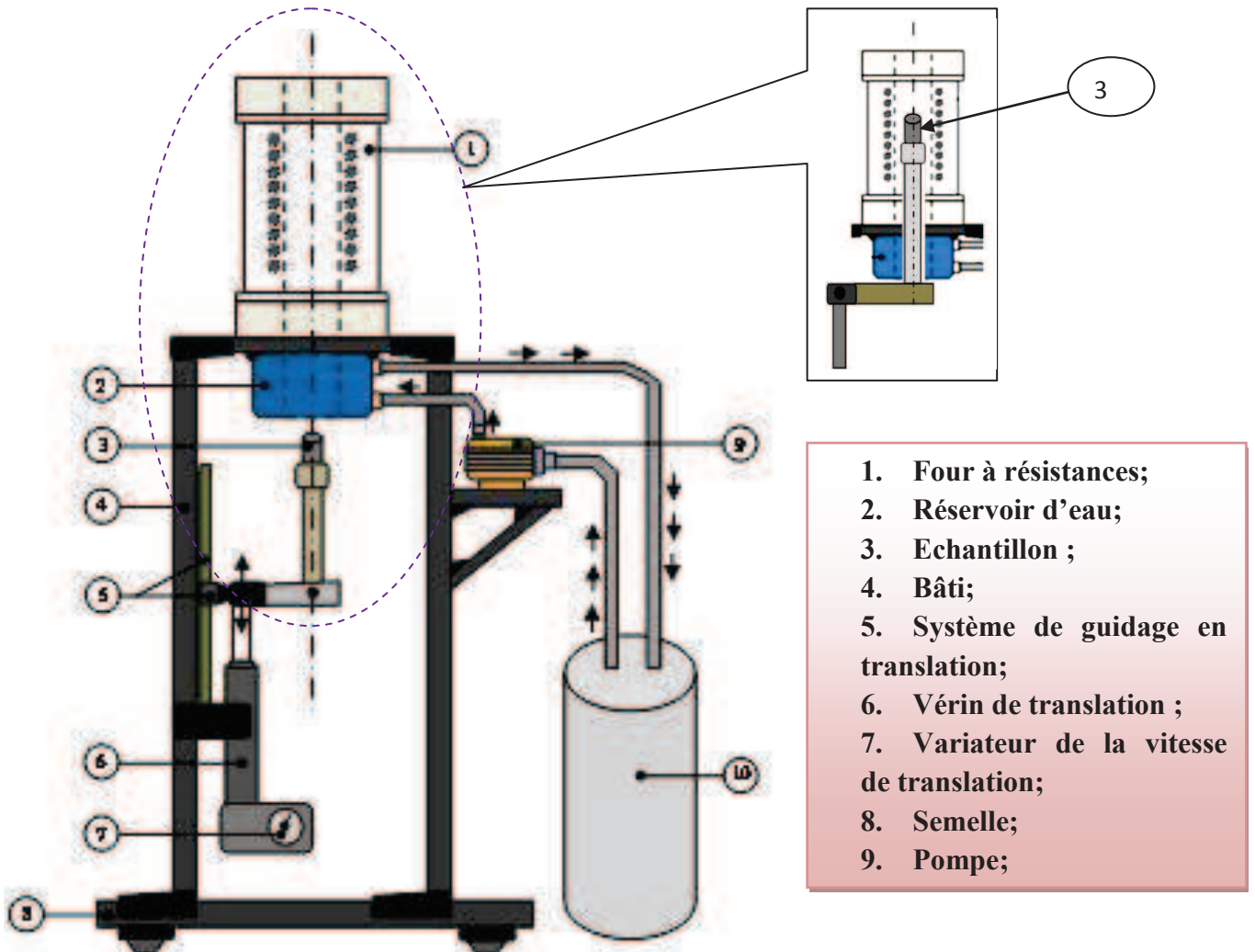


Figure II.3: Schéma du dispositif de solidification dirigée.

I-2. Paramètres expérimentaux de la solidification dirigée « SD »

Les essais de solidification dirigée ont été effectués avec des vitesses d'extraction v qui varient entre 500 et 4000 $\mu\text{m/s}$ et des gradients de température G différents (entre 8 et 14 $^{\circ}\text{K/mm}$) en fonction de la structure attendue.

I-3. Désignation et composition des alliages choisis

Une série d'essais préliminaires a été menée sur des échantillons de différentes nuances à base d'aluminium « Al » et ce afin d'optimiser les paramètres de la solidification dirigée comme la vitesse de tirage et le gradient de température.

Nos expériences ont porté sur les alliages AlSi10Mg et AlCu33. Le premier alliage nous a été fourni de SNVI RUIBA sous forme de lingots et le deuxième alliage a été élaboré au sein de notre laboratoire à partir des matériaux solides purs Al et Cu avec une pureté de 99%.

Notre choix s'est porté sur ces deux alliages eutectiques AlSi10Mg et AlCu33 parce que le premier est proche de la composition eutectique $CE = 12\%$ pds Si à une température de 577°C et présente de bonnes propriétés mécaniques ce qui fait que cet alliage est utilisé pour des applications très diverses. Le deuxième AlCu33 est un alliage eutectique, la présence d'une composition eutectique $CE = 33\%$ pds Cu à une température de 548°C , l'eutectique étant constitué d'une phase pratiquement pure d'aluminium avec un composé intermétallique Al_2Cu , il présente la plus basse température de fusion et possède de bonnes propriétés mécaniques.

II. TECHNIQUES DE CARACTERISATION

INTRODUCTION

La technique de solidification dirigée permet de contrôler les conditions d'obtention ainsi que la transition entre les deux types de microstructure (colonnaire et équiaxe). Outre son intérêt en métallurgie, la croissance directionnelle d'un alliage est également un archétype pour l'étude de la formation des structures. Une connaissance approfondie des propriétés structurales et mécaniques est essentielle dans le domaine de la science des matériaux; ce qui conduit à une forte demande de moyens de caractérisation surtout pour des systèmes hétérogènes. Des efforts initiaux ont été principalement orientés vers la caractérisation de ces structures car ces dernières ont mis en avant un nombre important d'applications potentielles à cause de leurs étonnantes propriétés structurales et mécaniques.

Les alliages étudiés durant ces travaux de thèse sont élaborés au sein du laboratoire LASMA. Afin de caractériser ces alliages et d'établir les relations entre la microstructure et les propriétés mécaniques, plusieurs techniques expérimentales de caractérisation sont mises

Chapitre II: *Techniques d'Elaboration et de Caractérisation*

en œuvre au cours de cette étude au laboratoire LEM3. On propose dans ce chapitre une description de l'ensemble des techniques employées.

II-1. Outils de caractérisation structurale et microstructurale

Différentes techniques ont été utilisées pour observer la microstructure à différentes échelles et suivre son évolution après les traitements thermiques et/ou mécaniques appliqués. La microstructure a été examinée par microscopie optique et microscopie électronique à balayage. La technique EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) a été employée afin d'étudier la texture cristallographique locale.

II-1-1. Diffraction des Rayons X : La diffraction des rayons X permet d'identifier les phases présentes dans l'échantillon ainsi que leurs structures cristallographiques correspondantes. Le diffractomètre utilisé est un goniomètre de texture MFDP (multi figure de pôle) équipé d'un détecteur courbe CPS 120°C (INEL), qui permet de collecter simultanément les photons en provenance de l'échantillon sur une plage angulaire de 120°.

La source des rayons X est équipée d'une anticathode de cuivre produisant un faisceau de RX k_{α} de longueur d'onde $\lambda=1,54 \text{ \AA}$ à une puissance maximale de 12 kW. Le dispositif est visible sur la figure II.4.

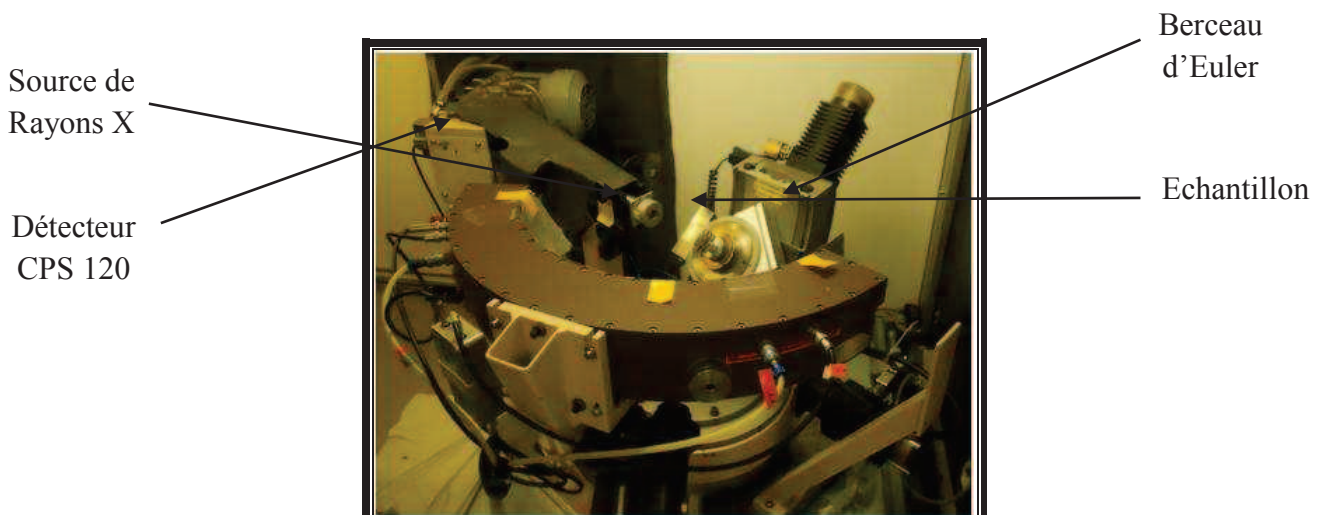


Figure II.4 : *Goniomètre de texture MFDP.*

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre 0,1 Å et 10 Å. Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatiques interagit avec un matériau, une partie du faisceau est diffractée par les atomes du cristal sous forme d'un rayonnement X de même fréquence. Les rayons X utilisés en cristallographie ont une longueur d'onde de même

ordre de grandeur que la distance inter-réticulaire notée d_{hkl} . La théorie de diffraction est donnée par la loi de Bragg. Un faisceau diffracté n'est obtenu que si la famille de plans d'indices de Miller (h, k, l) est en position de diffraction définie par l'angle de Bragg (Figure II.5). Cette loi est traduite par la formule suivante : $2d_{hkl} \sin\theta_{hkl} = n\lambda$.

Où θ_{hkl} est l'angle de Bragg ; d_{hkl} est la distance inter-réticulaire ; n est l'ordre de diffraction (nombre entier) et λ est la longueur d'onde des rayons X.

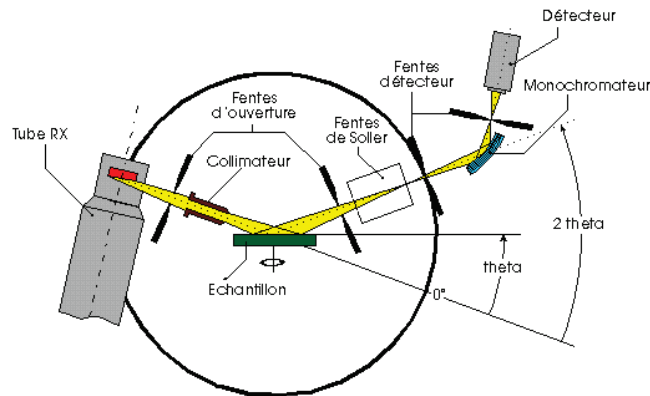


Figure. II.5 : Schéma du principe de fonctionnement d'un diffractomètre en mode $\theta/2\theta$.

Les diffractogrammes sont présentés sous forme d'une courbe donnant l'intensité en fonction de l'angle 2θ . La position angulaire des pics de diffraction obtenus renseigne sur la géométrie de la maille élémentaire (structure cristalline et paramètres de mailles).

✚ Préparation des échantillons

L'échantillon à analyser est déposé sur le porte-échantillon. Les positions et les intensités des raies de diffraction sont comparées avec celles données par les fiches de référence JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards).

Généralement, les spectres de DRX de l'Aluminium sont caractérisés par deux bandes principales : [111] et [200] se trouvant, respectivement, aux environ de $38,472^\circ$ et $44,738^\circ$ selon FASTM 04-0787.

Ainsi, la DRX est une méthode permettant de déterminer les phases plausibles et la structure cristalline du matériel analysé.

Dans notre travail et dans le cas de nos alliages AlSi10Mg et AlCu33 élaborés par solidification dirigée, nous allons utiliser cette technique pour caractériser la texture

Chapitre II: Techniques d'Elaboration et de Caractérisation

cristallographique de nos échantillons. Un échantillon polycristallin est constitué par un ensemble de grains ayant chacun une orientation cristalline spécifique. On dit qu'un matériau présente une texture (ou anisotropie cristallographique) si les grains ne sont pas orientés d'une manière aléatoire. La présence de la texture influence d'une manière significative les propriétés du matériau d'où l'importance de sa caractérisation.

Pour déterminer la texture cristallographique d'un échantillon, plusieurs approches expérimentales existent. La mesure des figures de pôle par diffraction des rayons X est la plus courante. Sur un goniomètre de texture, deux rotations sont effectuées : une rotation suivant l'axe de l'azimut (φ) et une rotation suivant l'axe de déclinaison (ψ). L'intensité $I(\varphi, \psi)$ des rayons X diffractés est proportionnelle au volume total des différents grains de l'échantillon ayant les plans réticulaires (hkl) en position de Bragg.

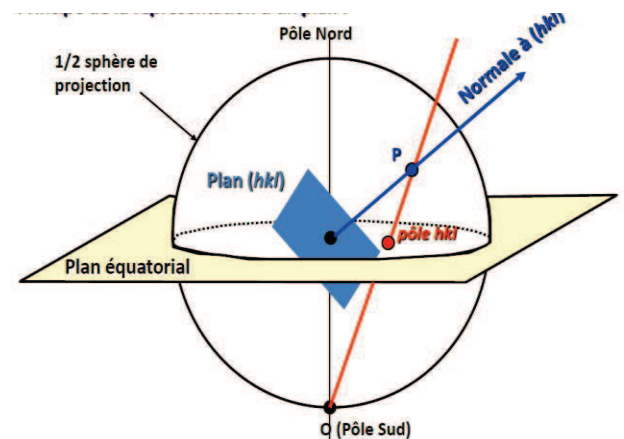


Figure II.6: Schéma illustrant la construction de la figure de pôle.

Par projection stéréographique, illustrée par la figure II.6, chaque plan de diffraction est représenté par un pôle P de sa normale qui sera projeté sur un plan équatorial constituant ainsi la figure de pôle.

II-1-2. Microscopie optique : La microscopie optique est une technique de base utilisée pour observer la microstructure mais aussi pour contrôler l'état de surface du matériau obtenu durant la préparation métallographique.

De ce fait, pour l'observation des microstructures, nous avons utilisé un microscope optique universel de type OLYMPUS BX61 alimenté sous 220V avec une fréquence de 50Hz équipé d'une caméra couleur haute résolution. Il a été utilisé pour acquérir les micrographies avec un grossissement allant de 50 jusqu'à 1000 fois (Figure II.7).

Chaque échantillon est poli aux papiers abrasifs de granulométrie croissante 80, 320, 500, 800, 1000, 1200, 2400 et 4000 ; puis enfin poli avec un feutre et une solution diamantée

Chapitre II: Techniques d'Elaboration et de Caractérisation

de 9μ , 3μ , 1μ et $1/4\mu$. Cette dernière étape nous a permis d'avoir un polissage miroir. L'attaque chimique révèle ensuite la microstructure. Pour les alliages Al-Si le réactif utilisé est : 2.5% HCl - 1.5% HNO₃ - 1% HF, le temps d'attaque varie de 30 secondes à 1 minute.

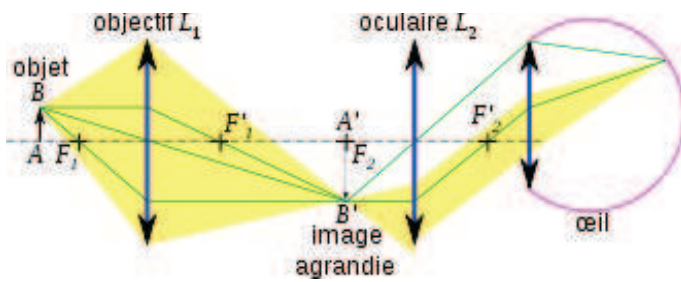


Figure II.7 : Schéma du principe du microscope optique.

II-1-3. Microscopie électronique à balayage (MEB) : La microscopie électronique à balayage est une technique d'imagerie basée sur le principe d'interaction électrons-matière. Différents aspects peuvent être étudiés selon la nature du signal analysé émis par l'échantillon tel que le contraste topographique (électrons secondaires), le contraste chimique et cristallographique (électrons rétrodiffusés) et la composition chimique et cartographie (rayonnement X) (Figure II.8).

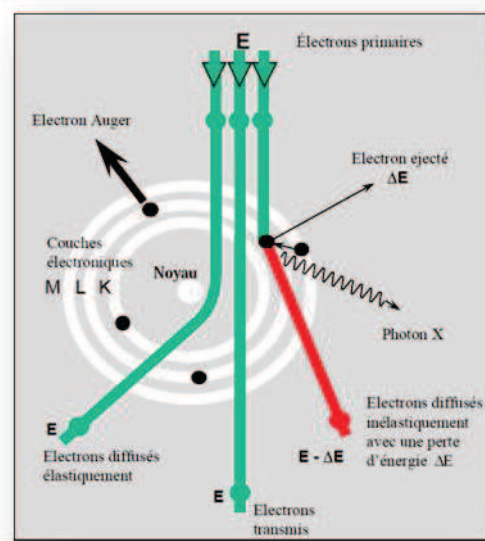
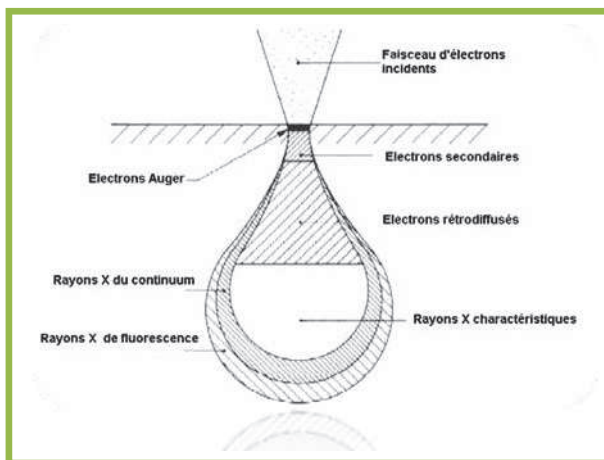


Figure II.8: Schéma de la poire représentant les différents processus élastique et inélastique ayant lieu lors de l'interaction électrons/matière.

Chapitre II: *Techniques d'Elaboration et de Caractérisation*

Les analyses effectuées au cours de ces travaux sont réalisées à l'aide d'un MEB FEG JEOL JSM 6500F (Microscope Electronique à Balayage équipé d'un canon à effet de champ).

Analyse chimique par spectroscopie à dispersion d'énergie (EDX)

Le MEB utilisé est équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie permettant l'analyse chimique des échantillons par microanalyse de l'émission des rayons X.

Lors de l'interaction entre le faisceau d'électrons incidents et la surface de la matière, un spectre d'émission X est obtenu. L'identification des éléments constituant l'échantillon analysé, à partir de leur spectre d'émission X, a été suggéré par Henry Moseley en 1913 qui a remarqué que la fréquence des raies caractéristiques émises est fonction du nombre atomique de l'élément émetteur (*Moseley, 1913*). Le spectre obtenu par microanalyse est représentatif de la fréquence de comptage des photons X en fonction de leur énergie et comporte deux contributions : d'une part, la contribution du spectre caractéristique des éléments présents dans l'échantillon représentée par une série de raies d'énergie discrète et d'intensité variable. L'énergie de ces raies caractéristiques augmente avec le numéro atomique de l'élément émetteur. D'autre part, la contribution du spectre continu qui est constitué d'une distribution continue de l'intensité en fonction de l'énergie. Ce spectre continu correspond au ralentissement des électrons incidents au voisinage des noyaux des atomes cibles.

Préparation des échantillons

Avant observation au microscope électronique MEB, les échantillons subissent le même traitement de polissage que pour le microscope optique puis ensuite sont trempés dans un bain d'eau distillé ultrason pendant 10 minutes. Par la suite, ils sont placés sur un porte objet ou bien collés avec un vernis d'argent afin d'assurer leurs conductibilités.

II-2. Outils de caractérisation mécanique

II-2-1. Comportement mécanique : Les essais mécaniques ont pour but de déterminer un certain nombre de caractéristiques des métaux et alliages tels que l'aptitude à la déformation par traction ou compression et la résistance à la pénétration d'une pièce dure soumise à un effort constant. Les résultats obtenus par ces différents essais qui mettent en œuvre des techniques particulières, sont en relation directe avec la structure du métal et permettent de prévoir son comportement dans les conditions réelles d'utilisation.

II-2-2. Essais de dureté : La dureté est la résistance qu'oppose un matériau à sa pénétration par un autre corps plus dure que lui. L'essai consiste à enfoncer un pénétrateur dans le métal à tester. La charge est constante et on mesure la dimension l'empreinte. Celle-ci est d'autant plus grande que le matériau est plus mou.

Dans notre travail, ces essais sont utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques des alliages AlSi10Mg et AlCu33 élaborés par solidification dirigée et cristallisés avec différentes vitesses de tirage. Ces alliages obtenus présentent une structure colonnaire et des propriétés mécaniques anisotropes. Le type de dureté utilisé dans cette étude est le Brinell.

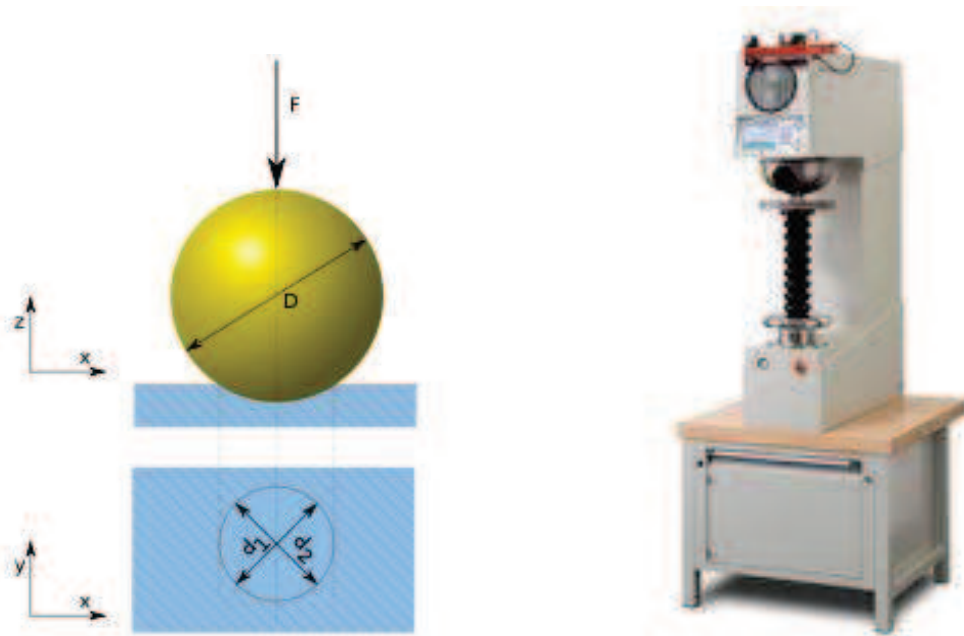


Figure II.9 : Schéma du principe de l'essai de dureté Brinell.

➤ **Dureté Brinell :** L'essai consiste à imprimer dans la pièce à essayer une bille en acier ou en carbure de tungstène de diamètre D sous une charge F et à mesurer le diamètre d de l'empreinte laissée sur la surface après suppression de la charge F . La dureté brinell, notée HB , est un nombre proportionnel au rapport F/S . Elle est donnée

$$\text{par la relation : } HB = \frac{-0.102 \times 2Fb}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

Chapitre II: *Techniques d'Elaboration et de Caractérisation*

Où la charge d'essai F est exprimée en (N); D diamètre de la bille et d diamètre de l'empreinte en (mm). Par ailleurs, la charge d'essai F peut être exprimée en fonction du diamètre de la bille par la relation : $F = 9.81 KxD^2$ où K est un coefficient dépendant du matériau utilisé.

En effet $K = 2.5, 5, 10$ pour l'aluminium et ses alliages et $K = 5, 10, 30$ pour le cuivre et ses alliages. L'essai Brinell est largement utilisé pour les pièces mi-dures et de grandes épaisseurs. Il présente des avantages et des inconvénients; parmi ses avantages, on a :

- La facilité de mesurer l'empreinte,
- La dureté Brinell est le procédé le plus précis pour le contrôle de la dureté.

Dans nos essais de dureté Brinell, nous avons utilisé un duromètre universel de type Zwick ZHU250.

CONCLUSION DU CHAPITRE

1. Prise d'informations sur les techniques utilisées

Il faut surtout s'intéresser aux points suivants. Quelles sont les limites de détection des techniques ? Est-ce compatible avec la concentration attendue dans mes échantillons ? Quelle est la précision (pour la détermination de la concentration) ainsi que les résolutions latérales et verticales des techniques envisagées ? Existe-t-il des artéfacts ? Toutes ces caractéristiques des techniques envisagées sont-elles compatibles avec le problème posé ?

2. Choix de la technique

Il est nécessaire de préciser quels sont les éléments chimiques recherchés ainsi que le type d'analyse souhaité (volume, surface, profil). La taille des échantillons est-elle compatible avec la technique ? Si la technique est destructive, penser à prévoir plusieurs échantillons.

Est-ce qu'il est nécessaire d'avoir des échantillons conducteurs ? Si on désire des données quantitatives, doit-on fournir un échantillon de référence ? Enfin, quel est le temps de mesure et son coût ?

3. Choix des échantillons à analyser

Quelles sont les contraintes de taille des échantillons à analyser (minimale et maximale)? En fonction du nombre de paramètres à étudier, estimer le nombre d'échantillons nécessaires. Marquer systématiquement les échantillons pour pouvoir les identifier (pointe diamant). Etablir une liste détaillée des échantillons à mesurer en mentionnant les traitements subis auparavant par les échantillons. Enfin, à l'aide de dessins ou de photographies, penser à localiser la zone d'analyse.

4. Réalisation des analyses

Fournir le plus d'informations possibles sur les échantillons et définir le protocole de mesure avec la personne qui va réaliser les analyses. Si possible, assister aux analyses et enfin, exploiter les résultats immédiatement.

Finalement, différents aspects ont été traités durant ces travaux de thèse nécessitant la mise en œuvre de nombreuses techniques expérimentales complémentaires. L'étude porte sur deux alliages d'aluminium AlSi10Mg et AlCu33. Le premier nous a été fourni de SNVI Rouïba et le deuxième élaboré au sein de notre laboratoire. L'analyse par fluorescence FRX a été utilisée pour l'analyse chimique des lingots élaborés et la vérification de leur homogénéité. Des essais mécaniques avec divers types de chargement permettent de caractériser le comportement mécanique et d'évaluer les propriétés mécaniques de ces alliages. L'analyse microstructurale est effectuée à différentes échelles (Optique, DRX et MEB-EBSD) afin d'établir l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques.

CHAPITRE. III

**Etude de l'Alliage AlSi10Mg obtenu par la
Solidification Dirigée**

Etude de l'Alliage AlSi10Mg obtenu par la Solidification Dirigée « SD »

INTRODUCTION

Les alliages AlSi10Mg sont d'excellents candidats pour les applications dans l'industrie chimique et alimentaire et sont aussi fréquemment utilisés dans l'aérospatiale et l'automobile. L'ajout du magnésium à l'alliage Al-Si permet la précipitation de Mg_2Si qui renforcera la matrice sans compromettre dans une mesure significative les autres propriétés mécaniques.

Dans ce chapitre, nous présentons le procédé d'élaboration de l'alliage AlSi10Mg obtenu par solidification dirigée avec différentes vitesses de traction 500, 833, 1333 et 4000 $\mu\text{m/s}$ en utilisant la technique de Bridgman. Nous étudions ensuite l'effet de la vitesse de traction sur la structure et les propriétés mécaniques ainsi que l'espacement de bras dendritique secondaire (SDAS) en solidification directionnelle d'alliage AlSi10Mg. En outre, nous décrivons d'autres expériences qui ont été menées pour étudier l'influence de la forme conique des échantillons ($\theta = 5^\circ$ et 10°) sur les propriétés structurales et mécaniques de l'alliage AlSi10Mg.

La dernière partie de ce chapitre est consacrée à une caractérisation sur le plan microstructural de l'alliage AlSi10Mg solidifié uni-directionnellement par microscopie optique et électronique au MEB et la caractérisation de leur comportement mécanique (dureté).

I. PROCÉDE D'ELABORATION

Nous avons utilisé des lingots standards d'alliage AlSi10Mg obtenu de la Société nationale des véhicules industriels (SNVI) à Rouïba.

I-1. ELABORATION DE L'ALLIAGE AlSi10Mg ETUDIE

I-1-1. Processus de fusion : La fusion se fait dans un four à creuset basculant chauffé au gaz. La température ne devant pas dépasser les 1100°C et doit être surveillée régulièrement à l'aide d'un thermocouple type K. Dès que le pied de bain est fondu, la charge doit être couverte d'un produit appelé COVERAL 55 qui se présente sous forme d'une poudre rose, afin d'éviter l'oxydation. La dose d'emploi est de 0.1 % de la charge totale.

I-1-2. Processus de dégazage : Afin d'éviter la formation de la porosité, la masse liquide subit un traitement de dégazage dans le four. On utilise un dégazeur sous forme de pastilles et qui réagit à une température de 720°C. La dose d'emploi est de 0.3 % de la charge totale. Le dégazage doit être assuré sous vide.

Pour s'assurer de l'exactitude de la composition chimique de nos alliages, on procède à des prélèvements de médailles du bain liquide. Cette analyse a pour but d'éviter deux situations possibles :

- Un élément étant à teneur trop faible, par exemple dans le cas du magnésium, on effectue une correction au métal fondu au moyen d'alliages mères de type AlSi10;
- Un élément se trouvant à teneur en excès, dans ce cas, on doit dans la mesure du possible ajouté du métal neuf contenant en principe moins de cet élément au métal fondu. Après le processus de fusion et de dégazage, l'alliage est coulé dans des moules en sables.

Les analyses chimiques de cet alliage selon NFA57-702 utilisé pour tous les échantillons sont regroupées dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : Analyse chimique de l'alliage AlSi10Mg (wt.%)

Fe%	Si%	Mg%	Cu%	Mn%	Ni%	Zn%	Sn%	Pb%	Ti%
≤ 0,65	9-10,5	0,17-0,35	≤ 0,1	0,25-0,5	≤ 0,05	≤ 0,10	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,1

Lors d'un essai de solidification dirigée (SD), l'échantillon (18 mm de diamètre et 120 mm de longueur) est placé dans un tube en quartz scellé puis dans le dispositif vertical (four de Bridgman), porté localement à une température T supérieure à la température du liquidus

T_L pendant 15 minutes à 850 °C. L'échantillon est ensuite translaté verticalement de la zone chaude vers la zone froide du dispositif à une vitesse constante de traction (de 500, 833, 1333 et 4000 $\mu\text{m/s}$) dans le réservoir d'eau froid sous pression. Grâce à un thermocouple de type (Pt-Pt10% Rh), protégé par des gaines d'alumine, incrusté dans l'échantillon et se translatant avec lui à la même vitesse, le gradient de température peut être mesuré à la pointe de ce thermocouple. Le gradient de température varie entre 10 à 14 °K/min.

Les gradients de température mesurés en fonction des vitesses de traction pour l'alliage AlSi10Mg obtenu par solidification dirigée sont montrés dans le tableau III.2.

Tableau III.2 : Mesure du gradient de température en fonction de la vitesse de traction.

V ($\mu\text{m/s}$)	500	833	1333	4000
G (°K/mm)	10	10	12	14

De plus, afin d'étudier l'effet de la forme coniques des échantillons sur la structure et sur les propriétés mécaniques de l'alliage AlSi10Mg, une série d'échantillons a été également préparée avec des conicités différentes, à savoir : $\theta = 5^\circ$ et $\theta = 10^\circ$ pour les vitesses de traction de 500 et 4000 $\mu\text{m/s}$.

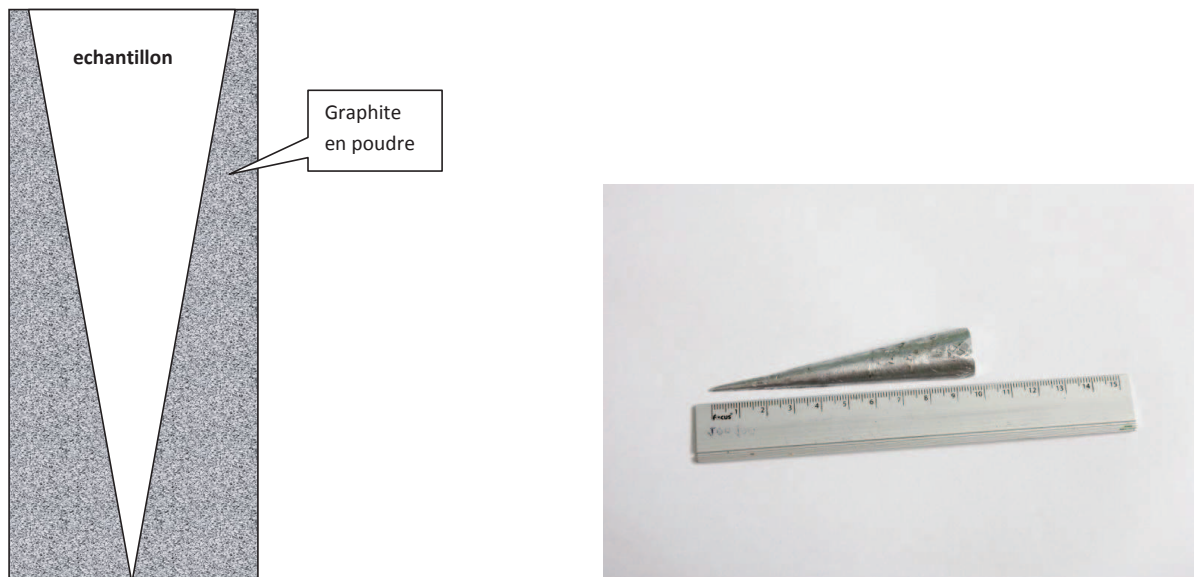


Figure III.1: (a) Tube en quartz rempli de graphite et (b) photo d'un échantillon de forme conique.

Avant de placer l'échantillon dans l'appareil de solidification unidirectionnel, comme décrit précédemment, le tube de quartz est d'abord rempli avec de la poudre de graphite puis l'échantillon est introduit délicatement et ce afin de conserver la forme conique des échantillons (Figures III.1 a et III.1 b).

II. ETUDE METALLOGRAPHIQUE

L'examen métallographique de l'alliage hypoeutectique AlSi10Mg à l'état brut de coulée (figure III.2) montre la présence des dendrites de la phase riche en Al (α_{Al}) et une proportion de l'eutectique. L'analyse de cette microstructure, révèle une répartition hétérogène des phases riches en Si (eutectique interdendritique). Cette hétérogénéité peut être liée à la distribution non uniforme de l'élément de soluté (Si) dans la matrice et de la différence de composition chimique due au phénomène de ségrégation. Par ailleurs, une certaine partie des atomes solutés, se trouvent piégée dans les composés intermétalliques formés au cours de la solidification, tels que $Al_8Mg_3FeSi_6$ et $Al_5Mg_8Cu_2Si_6$ (Moustafa 03, Mohamed 09).

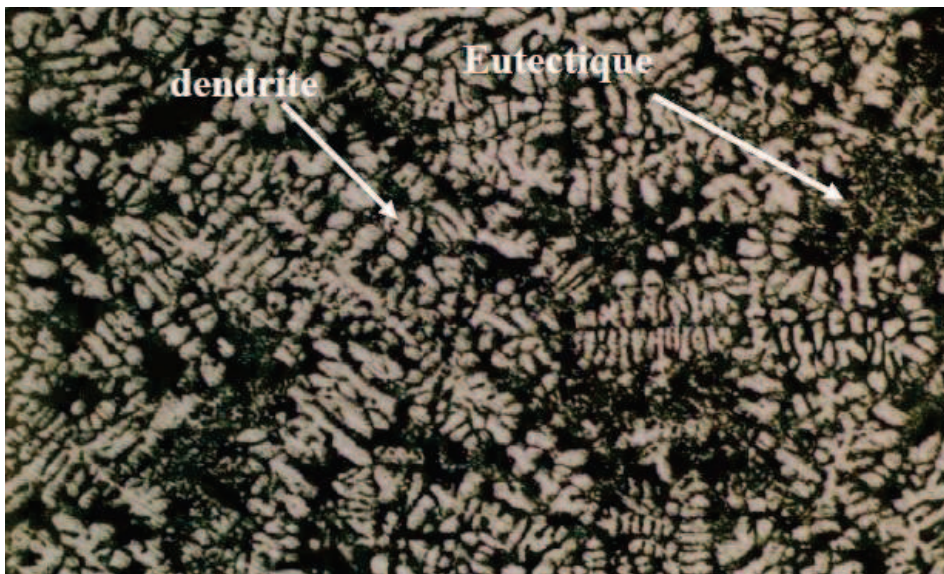


Figure III.2: Micrographie des échantillons en AlSi10Mg brut de coulée (x100).

Après le processus de solidification dirigé, les échantillons sont découpés dans le sens longitudinal puis enrobés dans une résine. La coupe longitudinale sert à révéler l'évolution de la microstructure au cours de la solidification dirigée « SD ».

II-1. Influence de la vitesse de traction

Les microstructures de l'alliage étudié AlSi10Mg élaboré par le processus SD montrent la présence dominante de la phase (α) qui se trouve sous forme de dendrites α_{Al} (Figures III.3 c, d, e et f).

Les figures III.3a et III.3b montrent qu'avec l'augmentation de la vitesse de tir de 500 à 4000 $\mu\text{m/s}$, on observe un accroissement du nombre de dendrites de la solution α_{Al} . Ceci est dû à la diminution de la distance inter-dendritique qui va causer un arrêt du développement des dendrites secondaires et va favoriser la germination d'autres dendrites. Lorsque la durée de solidification est courte, l'écoulement de la chaleur est accéléré par le développement des branches secondaires qui vont augmenter la surface de contact entre la dendrite et son environnement liquide.

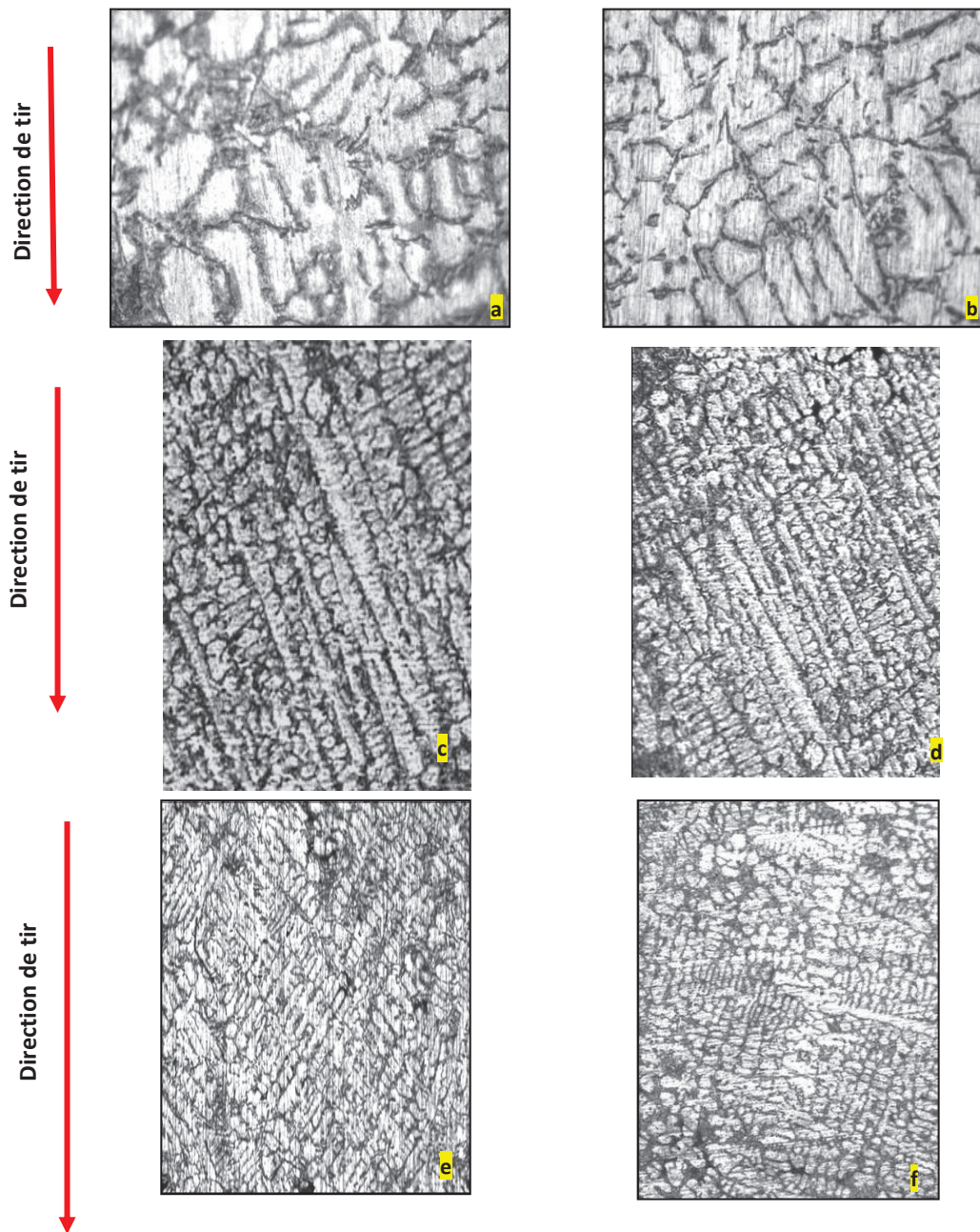


Figure III.3: Micrographies des échantillons en AlSi10Mg dans le sens longitudinal : (a) 500 $\mu\text{m/s}$, (b) 4000 $\mu\text{m/s}$, (c) 500 $\mu\text{m/s}$, (d) 833 $\mu\text{m/s}$, (e) 1333 $\mu\text{m/s}$ et (f) 4000 $\mu\text{m/s}$.

En effet, les mesures des distances entre les dendrites secondaires (SDAS) montrent une décroissance en fonction de l'incrémentation de la vitesse (Figure III.3). Ainsi, pour les valeurs respectives 500 $\mu\text{m/s}$, 833 $\mu\text{m/s}$, 1333 $\mu\text{m/s}$ et 4000 $\mu\text{m/s}$, on trouve la distance moyenne SDAS, respectivement, 23.03 μm , 20.5 μm , 17.39 μm et 16.97 μm (Figures III.4 et III.5).

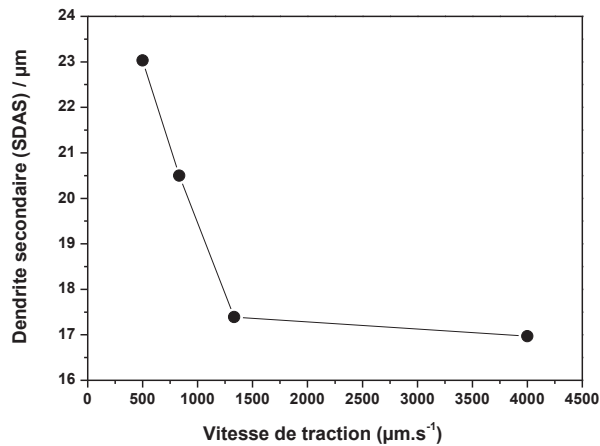


Figure III.4: Variation de la distance SDAS en fonction de la vitesse de traction.

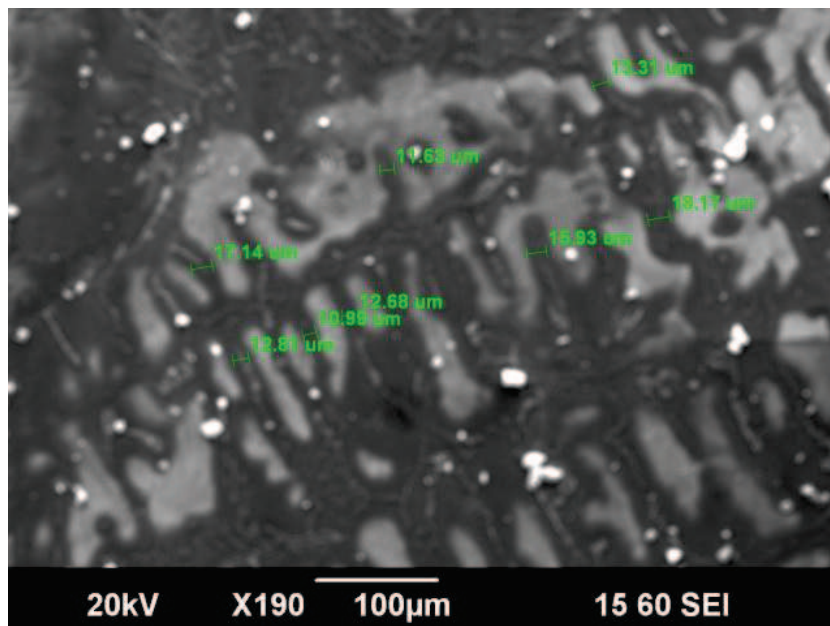


Figure III.5: Mesures des espacements entre les dendrites secondaires (SDAS) au MEB pour 4000 $\mu\text{m/s}$.

En ce qui concerne leurs orientations, on note qu'elles se font préférentiellement dans le sens du tir lorsque les vitesses sont faibles, de l'ordre de 500 $\mu\text{m/s}$ (Figures III.3c et III.3d) car

elles se développent selon le flux de la chaleur. Pour des tirs plus rapides, 1333 $\mu\text{m/s}$ et 4000 $\mu\text{m/s}$, les dendrites α_{Al} croissent d'abord dans le sens du refroidissement mais se cassent ensuite pour laisser d'autres naître. Ces ruptures d'orientation et cassure de dendrites sont dues à la finesse de ces dernières suite à la grande vitesse de tir de 4000 $\mu\text{m/s}$ (Figures III.3e et III.3f).

En plus des dendrites décrites précédemment, les microstructures de l'alliage étudié révèlent la présence d'eutectique ($\alpha_{\text{Al}} + \beta_{\text{Si}}$) réparti entre les dendrites de la phase α_{Al} . Par ailleurs, une certaine partie des atomes se trouve piégée dans les composés intermétalliques Mg_2Si formés au cours de la solidification (Figure III.6).

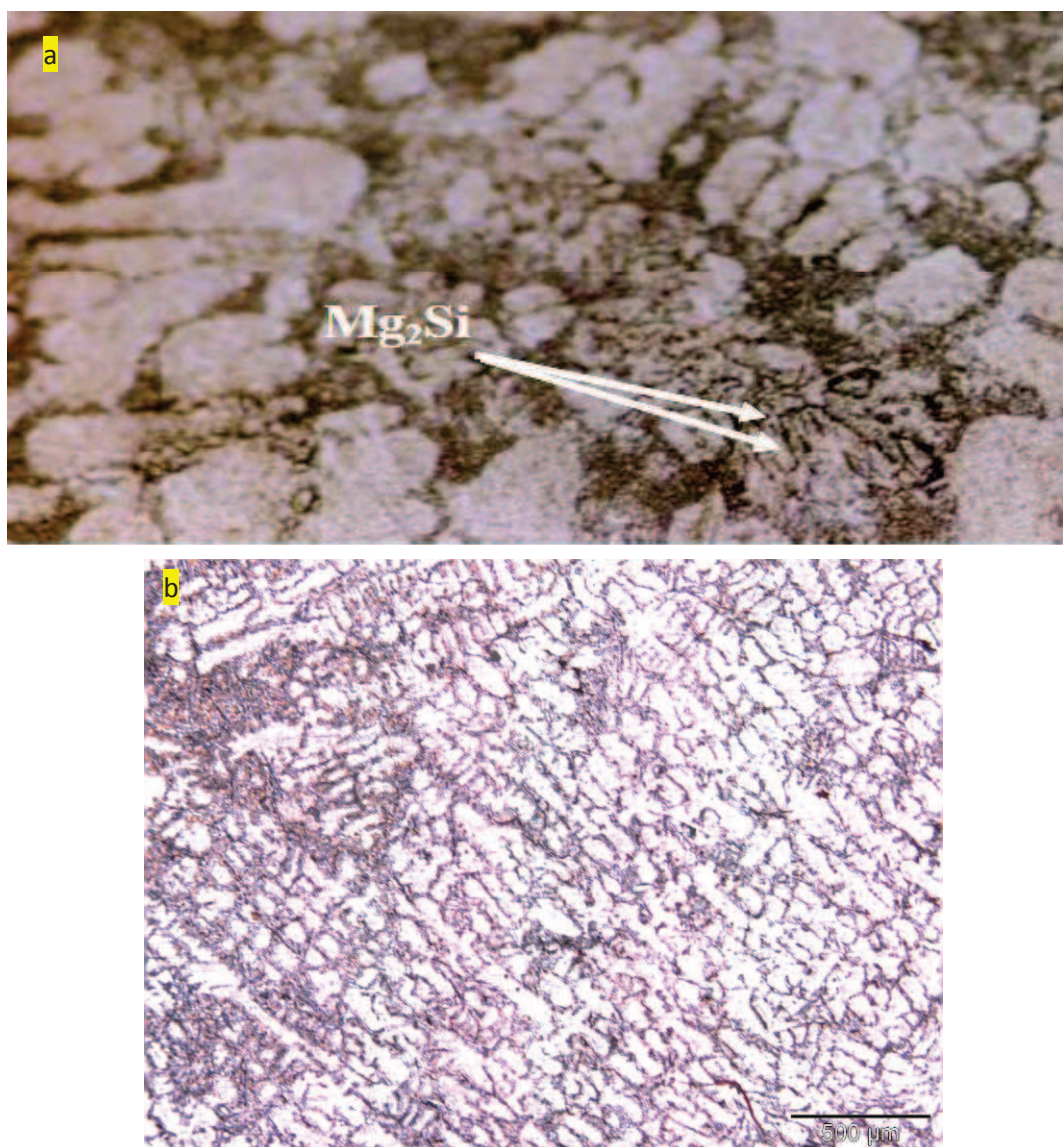


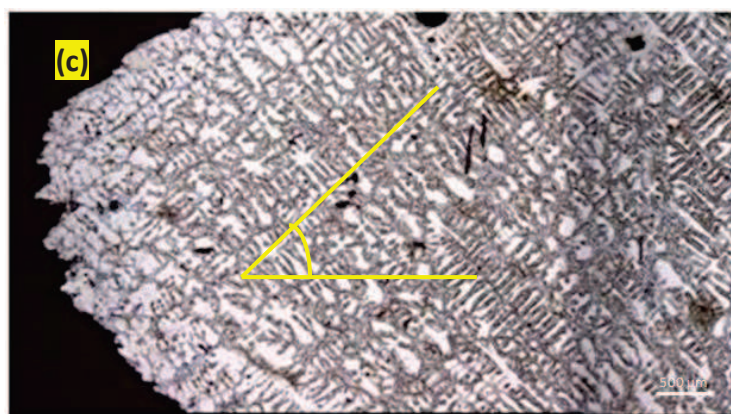
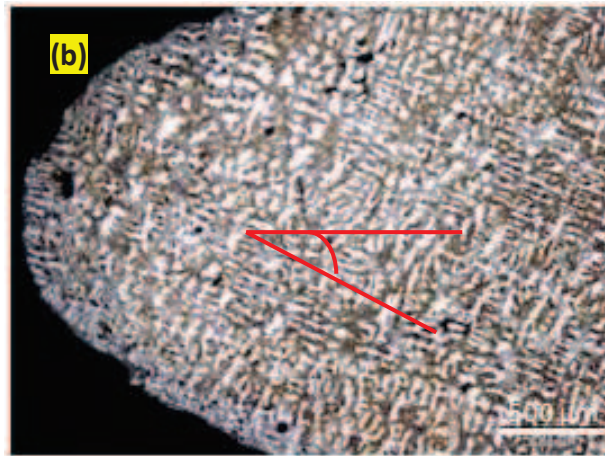
Figure III.6: Micrographies ($\times 100$) (a) ^(Sersour, 10) et (b) des échantillons en AlSi10Mg montrant les intermétalliques Mg_2Si .

La présence du Mg dans les alliages AlSi10Mg, entraîne la transformation d'une proportion des plaquettes de la phase β -Fe en particules de la phase compacte α -Fe de composition $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$ et apparaissant sous forme de script ^(Fan 11).

II-2. Influence de l'angle de conicité

Après avoir fait des expériences sur des éprouvettes cylindriques, nous utilisons maintenant les mêmes échantillons en AlSi10Mg avec cependant des conicités d'angles au sommet $\theta = 5^\circ$ et $\theta = 10^\circ$ (Figures III.7a et III.7b), avec une vitesse de tir de $500 \mu\text{m/s}$. Nous remarquons qu'il existe une relation entre l'angle θ et l'orientation des dendrites α_{Al} avec l'axe principal de l'éprouvette cylindrique.

Ainsi, pour une conicité $\theta = 5^\circ$, l'angle formé entre les dendrites et l'axe principal est petit, soit 18° environ, par rapport à 30° qui correspond à une conicité $\theta = 10^\circ$ (voir Figures III.7a et III.7b). Nous avons aussi procédé à des comparaisons pour la vitesse de $4000 \mu\text{m/s}$. Ce phénomène s'explique par le fait qu'avec la vitesse de refroidissement vient s'ajouter l'influence de la conicité qui favorise l'évacuation de la chaleur permettant ainsi l'orientation des dendrites α_{Al} vers le sens du refroidissement et dans la direction de la zone conique.



← Direction de tir

Figure III.7: Microstructures de l'alliage AlSi10Mg dans le sens longitudinal : (a) 500 $\mu\text{m/s}$ avec $\theta = 10^\circ$, (b) 500 $\mu\text{m/s}$ avec $\theta = 5^\circ$ et (c) 4000 $\mu\text{m/s}$ avec $\theta = 5^\circ$.

➤ Observations au microscope électronique à balayage « MEB »

Les micrographies du MEB de nos échantillons coupés dans le sens longitudinal obtenus avec les vitesses de tir de 500 $\mu\text{m/s}$ et avec une conicité de 5° confirment les observations métallographiques au microscope optique (Figure III.8). Dans ce dernier, on a remarqué une meilleure orientation des dendrites de la phase α_{Al} dans le sens de tir, surtout dans la zone conique, que pour l'échantillon avec une conicité de 10° . C'est dû à la diminution de la distance inter-dendritique qui va causer un arrêt du développement des dendrites secondaires et va favoriser la germination d'autres dendrites. Vient aussi s'ajouter l'influence de l'angle de conicité $\theta = 5^\circ$ qui favorise l'orientation des dendrites vers la partie conique.

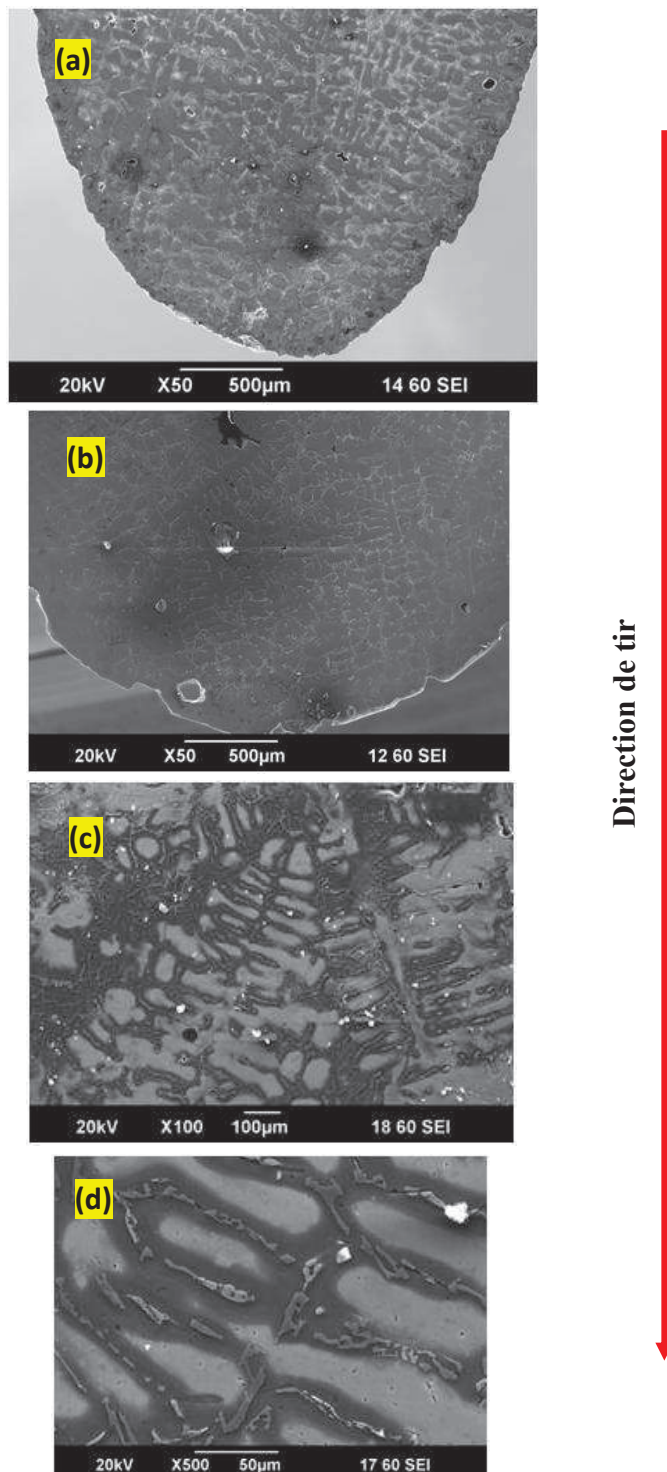


Figure III.8: Micrographies du MEB de l'alliage AlSi10Mg obtenu par solidification dirigée à 500 μm/s : (a,c,d) avec $\theta = 5^\circ$ et (b) avec $\theta = 10^\circ$.

II. ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES (Dureté Brinell HB)

Nous avons aussi effectué des mesures de dureté Brinell HB sur différentes régions de nos échantillons que nous avons découpés longitudinalement. Les résultats montrent que la dureté augmente progressivement avec la vitesse de tir, de 72,14 HB pour $V = 500 \mu\text{m/s}$ à 77,60 HB pour $V = 4000 \mu\text{m/s}$ (Figure III.9). Cette augmentation de dureté est liée à un raffinement de la structure résultant de l'augmentation de la vitesse de tir, impliquant ainsi une augmentation du nombre d'interfaces, sachant que chaque interface est susceptible de constituer une entrave au mouvement des dislocations. Par ailleurs cette augmentation peut être attribuée à la présence d'intermétalliques Mg_2Si qui constituent des obstacles au mouvement des dislocations

Il est à relever que d'autres précipités, tels que Al_2CuMg , sont également susceptibles de se former et d'apporter un renforcement de l'alliage AlSi10Mg .

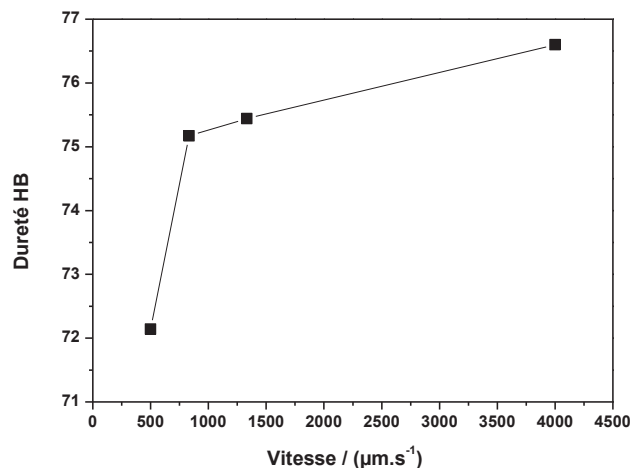


Figure III.9: Variation de la dureté HB en fonction de la vitesse de traction ($\theta = 0^\circ$).

Des mesures de dureté ont été aussi effectuées sur des échantillons cylindriques, c'est-à-dire sans conicité où $\theta = 0^\circ$, découpés dans le sens longitudinal et sur toute la longueur des échantillons (Figure III.10). L'analyse des résultats montre que l'alliage AlSi10Mg obtenu avec une vitesse de $4000 \mu\text{m/s}$ présente les valeurs de dureté les plus élevées sur toute la longueur de l'éprouvette par rapport aux autres échantillons tirés avec $500 \mu\text{m/s}$, $833 \mu\text{m/s}$ et $1333 \mu\text{m/s}$. L'augmentation de la vitesse de tir favorise le raffinement de la structure et la présence des intermétalliques, comme on l'a déjà vu.

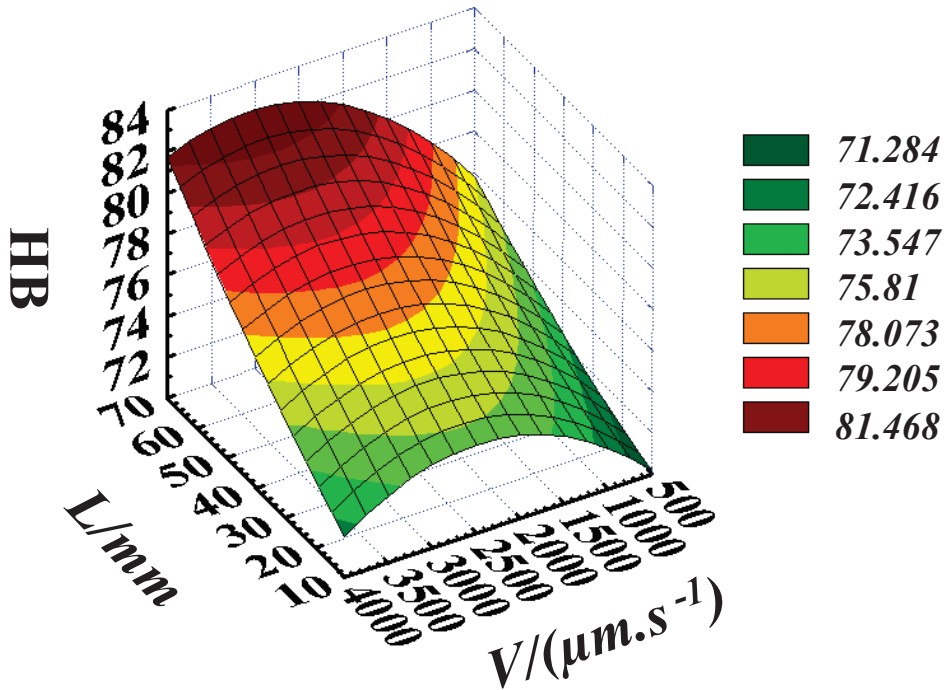


Figure III.10: Variation de la dureté avec la vitesse de tir ($\theta = 0^\circ$).

Nous avons aussi procédé de la même façon pour les échantillons avec une conicité de 5° et 10° , pour les vitesses de $500 \mu\text{m/s}$ et $4000 \mu\text{m/s}$. Les mesures de dureté ont été toutefois effectuées sur une distance d'environ 20 mm à partir du sommet du cône, dans le but de voir l'influence de la conicité sur l'évolution de la dureté (Figure III.11).

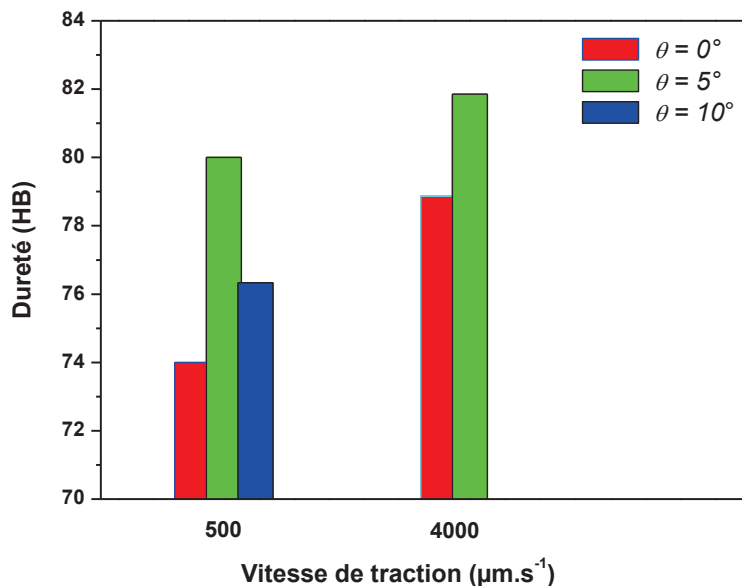


Figure III.11: Comparaison des duretés de l'alliage AlSi10Mg à différentes vitesses (500 et 4000 $\mu\text{m/s}$) pour différentes conicités ($\theta = 0^\circ$, 5° et 10°).

D'après cette figure, pour les vitesses de tir de 500 $\mu\text{m/s}$ et 4000 $\mu\text{m/s}$, on constate que les échantillons de conicité 5° ont des valeurs de dureté plus élevées par rapport à ceux de 10° . Les éprouvettes cylindriques, sans conicité avec $\theta = 0^\circ$, présentent les plus faibles valeurs. Ceci s'explique par le fait qu'une conicité de 5° privilégie le regroupement de phases α_{Al} , d'eutectique ($\alpha_{\text{Al}}+\beta_{\text{Si}}$) et des intermétalliques Mg_2Si , afin de favoriser leur densification, induisant une compacité plus grande que dans l'échantillon présentant une conicité de 10° ou 0° .

CONCLUSION DU CHAPITRE

Nous avons élaboré un alliage AlSi10Mg par solidification dirigée avec différentes vitesses de tir de 500, 833, 1333 et 4000 $\mu\text{m/s}$. Nous avons d'abord observé un accroissement du nombre de dendrites de la phase α_{Al} , suite à la diminution de la distance inter-dendritique, selon les vitesses croissantes. Les distances entre les dendrites secondaires (SDAS) décroissent aussi. Ensuite, on a noté que les orientations des dendrites se font préférentiellement selon le sens du tir lorsque les vitesses sont faibles, car elles se développent selon le flux de la chaleur. Pour des tirs plus rapides, les dendrites croissent d'abord dans le sens du refroidissement mais se cassent ensuite pour laisser d'autres naître. Leurs duretés sont les plus fortes.

Nous avons enfin étudié l'influence de la conicité de l'échantillon : plus l'angle au sommet est petit, plus les dendrites vont mieux s'orienter selon le sens du tir. La dureté y est aussi la plus grande.

CHAPITRE. IV

**Etude de l'Alliage AlCu33 obtenu par la
Solidification Dirigée**

Etude de l'Alliage Eutectique AlCu33 obtenu par Solidification Dirigée « SD »

INTRODUCTION

Ce travail comprend des études sur le comportement de solidification dans les alliages eutectiques de cuivre et d'aluminium et à proximité de la composition eutectique. Le but est d'examiner les caractéristiques de croissance des dendrites de l'alliage AlCu33 à haute teneur en soluté et aussi pour étudier le mécanisme de solidification. Ces études d'eutectiques sont importantes du point de vue pratique en tant que la distribution des différentes phases qui affecte les propriétés de résistance. Les études d'alliages eutectiques sont utiles car elles sont très souvent présentes en faible quantité dans les alliages d'ingénierie dilués, de plus, ces alliages qui sont généralement de composition eutectique sont utilisés pour les soudures.

La solidification est un processus en deux étapes de la nucléation et de la croissance. Malheureusement le comportement de nucléation dans la solidification d'alliage n'a pas été encore bien compris. Cependant habituellement dans des conditions de refroidissement réel en raison de la présence de noyaux hétérogènes la nucléation n'est pas vraiment un problème et la croissance est le facteur important régissant la morphologie ultime. Les facteurs qui influent sur les caractéristiques de croissance sont principalement : facteurs cristallographiques, facteurs thermiques et facteurs de transport de matière.

Ce chapitre est consacré à l'exploitation des résultats obtenus à partir des diverses expériences de solidification dirigée sur l'alliage AlCu33 réalisées avec le dispositif expérimental *Bridgman*, décrit dans le chapitre II.

L'organisation de ce chapitre comprend trois parties essentielles : Premièrement, nous procéderons à une série d'expériences sur l'alliage AlCu33 coulé dans deux moules différents : dans un moule en sable et dans des tubes en quartz, puis solidifié unidirectionnellement avec différentes vitesses de traction 500 et 833 $\mu\text{m/s}$ et ce afin d'étudier l'influence du milieu sur les propriétés structurales et mécaniques de l'alliage eutectique. Dans la deuxième partie, nous étudierons l'influence de la vitesse de traction 500, 833, 1333

et 4000 $\mu\text{m/s}$ sur les propriétés structurales et mécaniques de l'alliage. Enfin, les résultats des mesures de l'influence de la conicité $\theta = 5^\circ$, qui seront présentés dans leur ensemble pour la vitesse de traction de 500 $\mu\text{m/s}$, sur les propriétés structurales et mécaniques de l'alliage AlCu33.

I. PROCEDE D'ELABORATION

Les expériences ont porté sur les alliages eutectiques AlCu33 qui ont été élaborés au sein de notre laboratoire LASMA à partir des matériaux purs Al et Cu de pureté 99 %.

La réactivité de l'aluminium avec l'oxygène exige des précautions particulières lors de l'élaboration. Le creuset est d'abord préchauffé à $T = 150$ à 200°C afin d'éviter les phénomènes d'oxydation. Une attention particulière est également portée sur la propreté du creuset lors de la procédure d'élaboration.

Après pesée, les deux matériaux sont placés dans un creuset en graphite en couches alternées afin de faciliter leur fusion puis placé dans un four à moufle à une température d'environ 850°C . Après homogénéisation, l'alliage est coulé dans des moules en sable d'autres dans des tubes en quartz.

❖ Dans le moulage en sable : le moule est composé de deux mottes en sables tassées ; ce sable est un mélange de silice, d'argile et de l'eau. Pour réaliser un moule, on utilise deux plaques modèles et deux châssis sur la plaque modèle de façon que celle-ci laisse une empreinte dans le sable. On ferme ensuite le moule par l'assemblage des deux châssis supérieur et inférieur et on remplit le métal liquide en fusion pour obtenir à la fin des éprouvettes de dimensions normalisées qui mesurent environ 120 mm de longueur et 16 mm de diamètre.

L'éprouvette est ensuite introduite dans un tube en quartz de même diamètre puis placé dans un four vertical de type Bridgman., portée localement à une température T supérieure à la température du liquidus T_L égale à 900°C pendant 20 minutes. L'échantillon est ensuite translaté verticalement de la zone chaude vers la zone froide du dispositif à une vitesse constante de traction de 500 et 833 $\mu\text{m/s}$ dans le réservoir d'eau froid sous pression.

Le gradient de température étant mesuré au moyen d'un thermocouple de type K (Pt-Pt10% Rh) incrusté dans l'échantillon et se translatant avec lui à la même vitesse. Ce gradient de température, étant mesuré à la pointe du thermocouple, varie entre 8 à 10°K/mm .

II. ETUDE METALLOGRAPHIQUE

➤ *Influence du milieu de coulée*

D'après les micrographies montrées dans la figure IV.1, nous remarquons que l'alliage AlCu33 coulé dans des tubes en quartz, élaboré par solidification dirigée avec des vitesses de tirage 500 $\mu\text{m/s}$ et 833 $\mu\text{m/s}$ (Figure IV.1 a et b) présente une structure composée de dendrites de la phase α_{Al} comme phase prédominante et d'une autre phase inter-dendritique qui est minoritaire composée de la phase eutectique ($\alpha_{\text{Al}} + \theta_{(\text{Al}_2\text{Cu})}$).

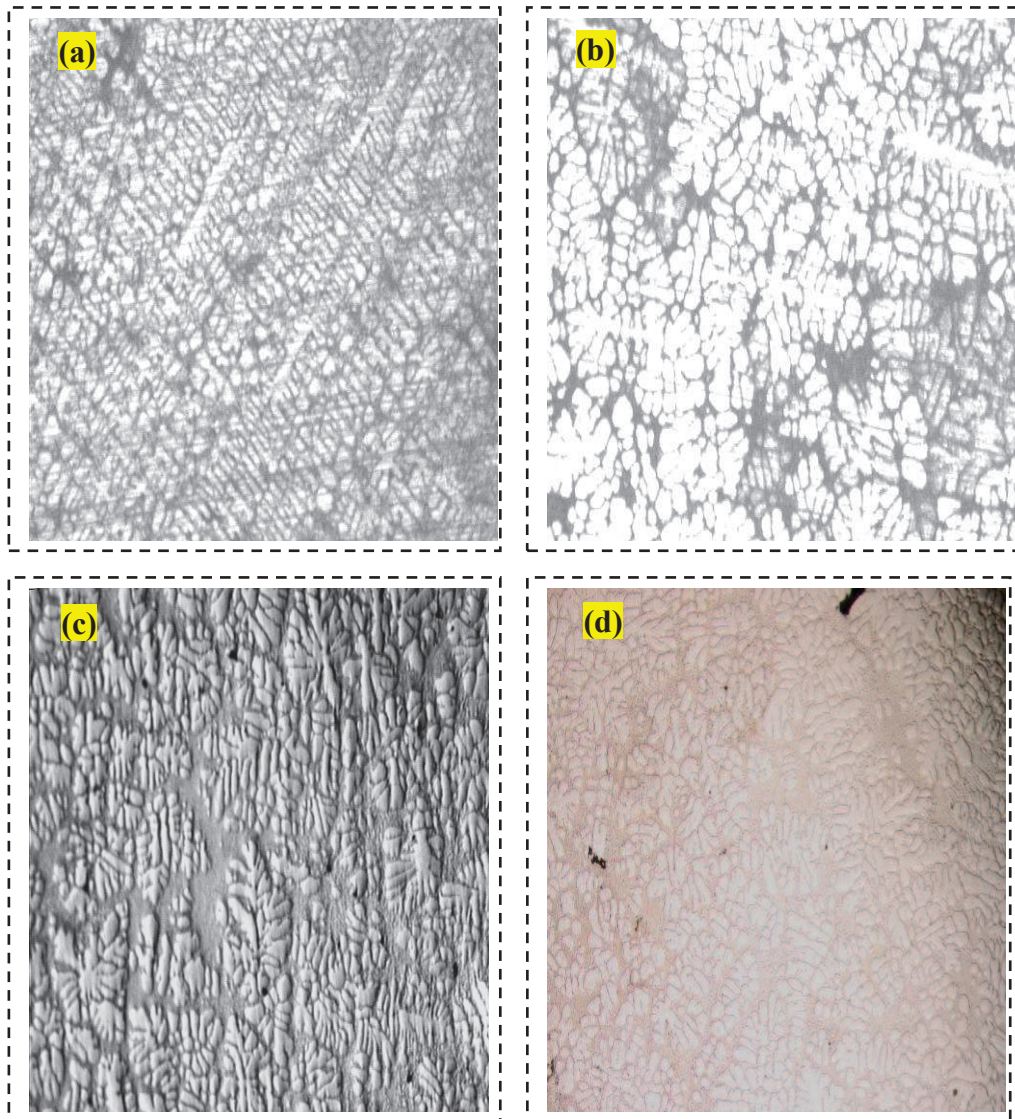


Figure IV.1: Micrographies des échantillons en AlCu33 dans le sens longitudinal G X60. Pour $V = 500 \mu\text{m/s}$: (a) coulé dans des tubes en quartz ; (c): coulés dans un moule en sable. Pour $V = 833 \mu\text{m/s}$: (b) coulé dans des tubes en quartz ; (d): coulés dans un moule en sable.

Par contre quand l'alliage est coulé en sable et élaboré par solidification dirigée avec les mêmes vitesses de traction, il présente une structure différente comme c'est montré dans la figure IV.1 c et d où nous remarquons des dendrites de la phase α_{Al} avec la présence dominante d'une phase eutectique ($\alpha_{Al} + \theta_{(Al2Cu)}$).

➤ **Analyse qualitative et quantitative en utilisant « MEB - EDX »**

Les observations au microscope MEB et l'analyse quantitative par EDX en utilisant la méthode PBZAF pour l'alliage AlCu33 coulé en quartz montrent en plus des dendrites de la phase α_{Al} , il y a la présence du silicium environ 2.02% (Figure IV.2 et Figure IV.3). Ce pourcentage provient de la réaction du moule en quartz qui contient du Si avec l'alliage AlCu33. On note que la composition chimique du quartz est la silice (SiO_2) avec des traces d'éléments tels que : Al, Li, B, Mg et Fe, et son système cristallin est rhomboédrique.

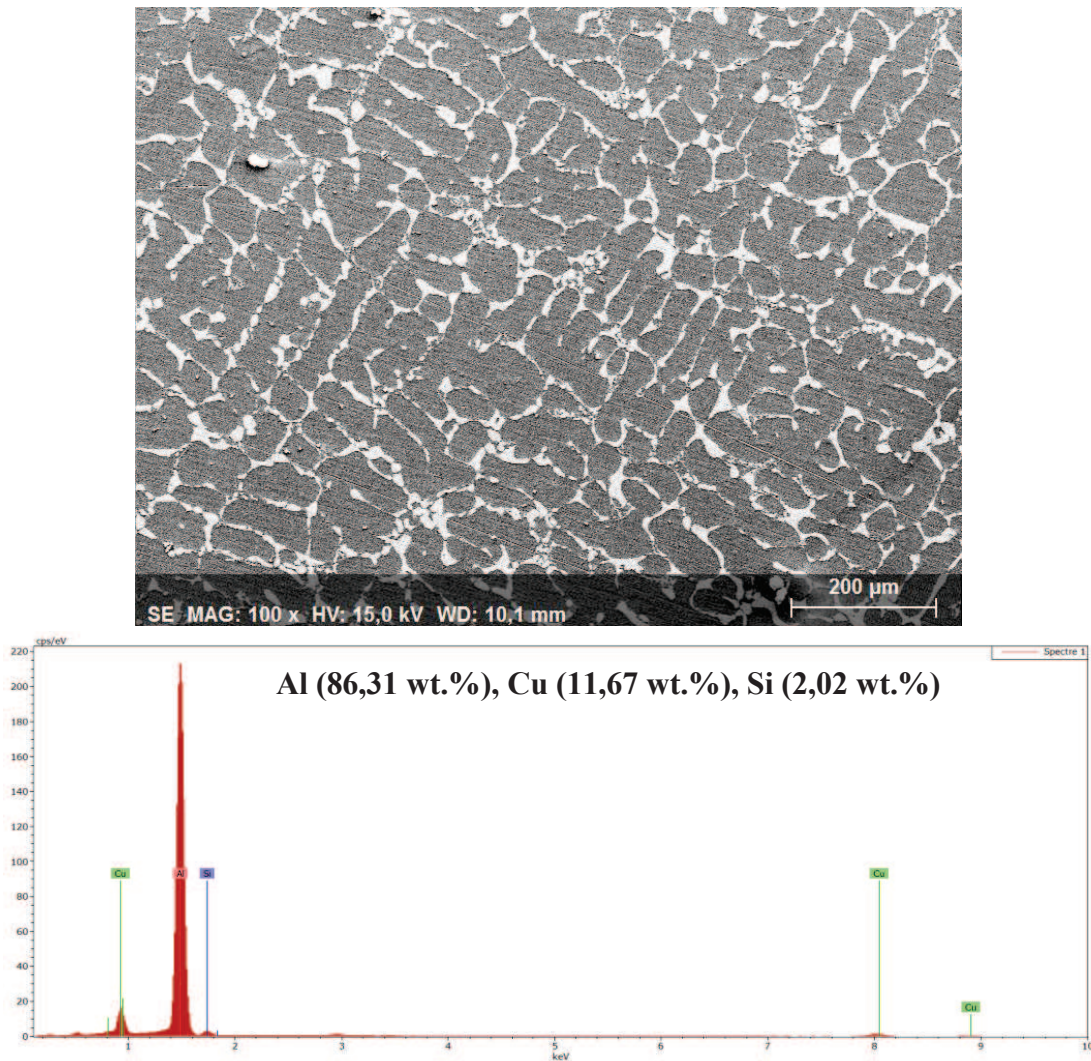


Figure IV.2: Micrographies MEB et spectre d'EDX de l'alliage AlCu33 dans le sens longitudinal pour $V = 500 \mu m/s$: coulé en quartz.

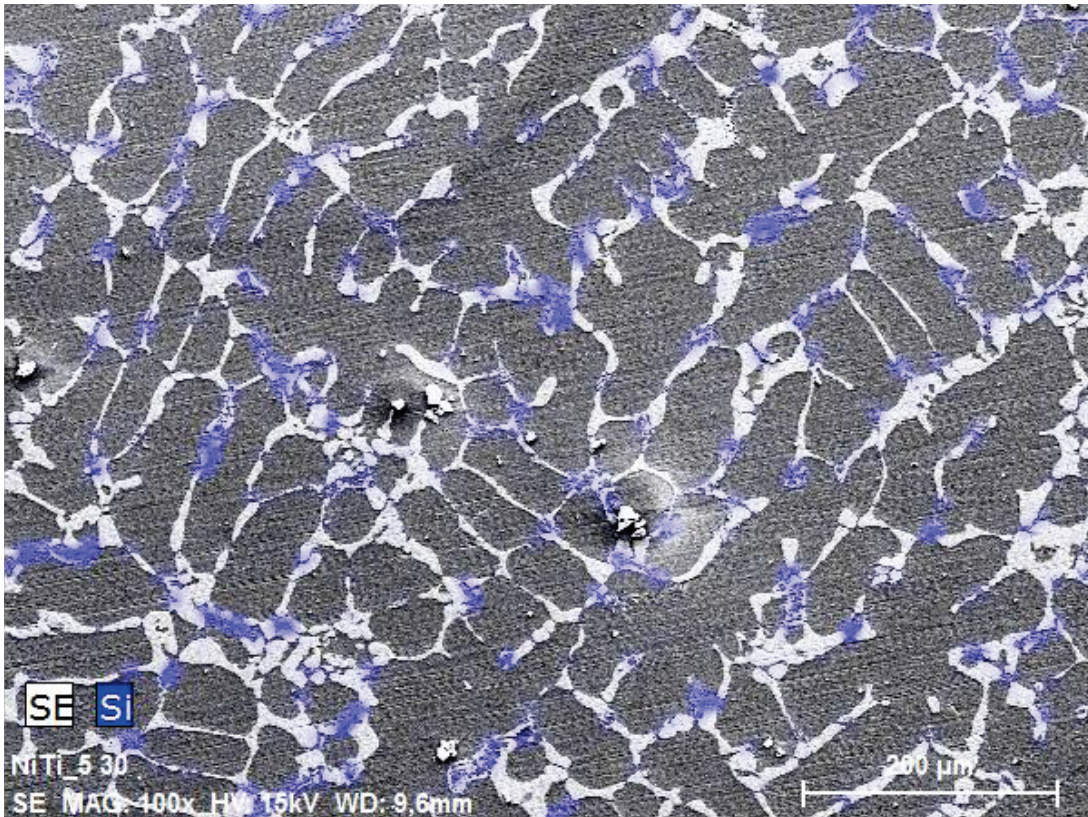


Figure IV.3: Micrographies MEB de l'alliage AlCu33 dans le sens longitudinal pour $V = 500 \mu\text{m/s}$: coulé en quartz.

Pour l'alliage coulé en sable (Figure IV.4), les observations au MEB et l'analyse par EDX confirment la présence des dendrites avec une dominance d'une phase eutectique ($\alpha_{\text{Al}} + \theta_{(\text{Al}_2\text{Cu})}$).

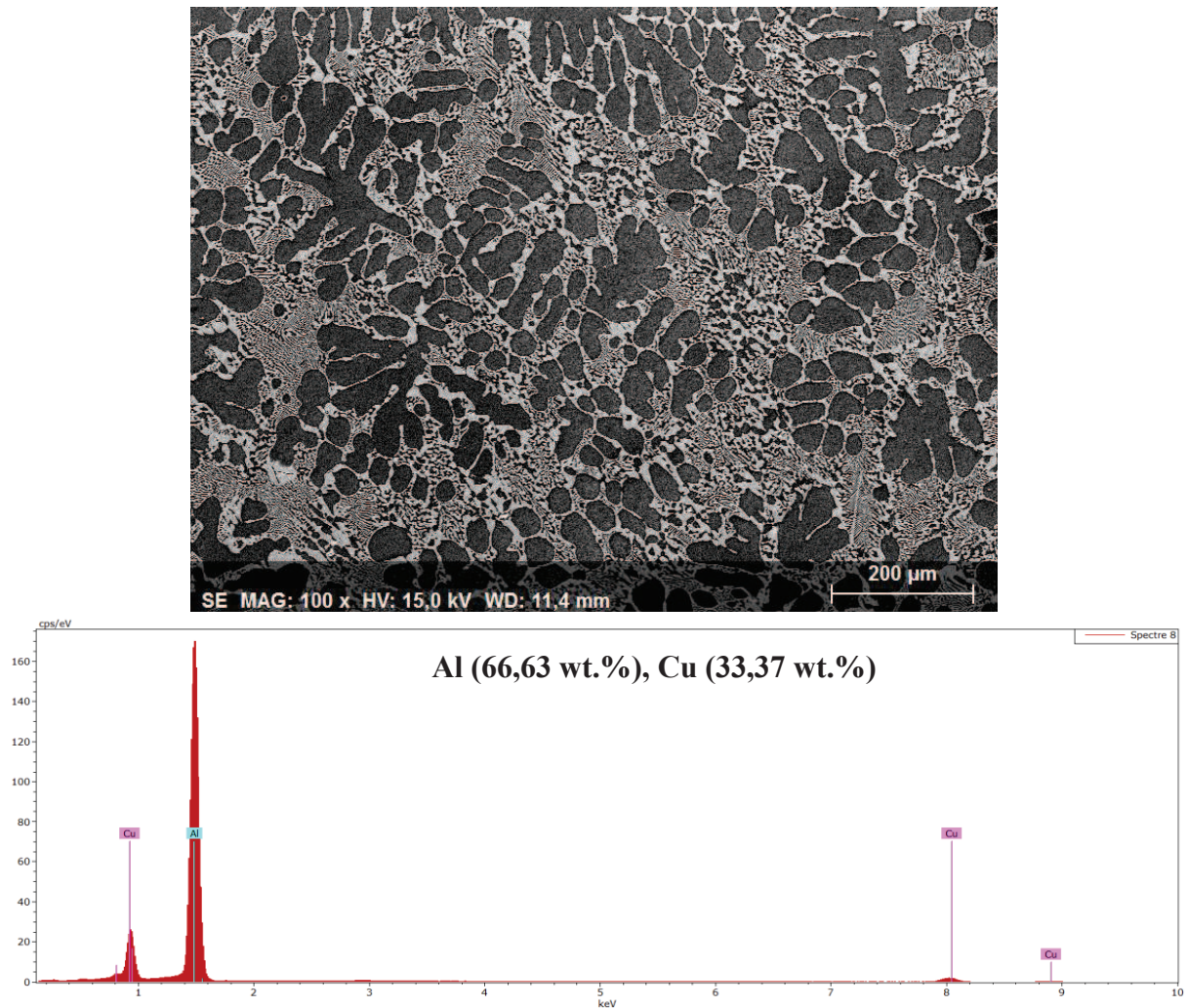


Figure IV.4: Micrographies MEB et spectre d'EDX de l'alliage AlCu33 dans le sens longitudinal pour $V = 500 \mu\text{m/s}$: coulé en sable.

III. ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES (Dureté Brinell HB)

➤ Influence du milieu de coulée

Les essais de dureté Brinell (tableau IV.1) confirment les observations métallographiques et montrent une importante variation de la dureté pour les deux alliages coulés dans deux moules différents « en quartz et en sable »:

Quand l'alliage est coulé dans les tubes en quartz la structure contient plus de phase α_{Al} que la phase eutectique ($\alpha_{\text{Al}} + \theta_{(\text{Al}_2\text{Cu})}$), avec une dureté plus faible que lorsque l'alliage est coulé en sable dont la structure est à priori composée de ($\alpha_{\text{Al}} + \theta_{(\text{Al}_2\text{Cu})}$) et les propriétés mécaniques (dureté) sont plus élevées.

Tableau IV.1 : Dureté HB en fonction de la vitesse de traction : de l'alliage AlCu33 coulé dans des tubes en quartz et dans le sable.

		V ($\mu\text{m/s}$)	500	833
Dureté HB moy	quartz		104,33	108,85
	sable		124.00	138.0

D'après les résultats obtenus, nous remarquons l'influence du milieu du moulage sur les propriétés microstructurales et mécaniques de l'alliage AlCu33.

Pour le même alliage AlCu33 coulé dans deux milieux différents et élaboré par la technique de solidification dirigée dans les mêmes conditions (gradient de température) et avec les mêmes vitesses de tirage 500 et 800 $\mu\text{m/s}$, nous obtenons des structures et des duretés différentes. Cela revient à notre avis au fait quand l'alliage est coulé dans des tubes en quartz il y a une forte surfusion et cette dernière favorise la formation de la phase α_{Al} au détriment de la phase eutectique ($\alpha_{\text{Al}}+\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$) avec la présence d'une quantité non négligeable du Si (2%) qui provient de la réaction du tube en quartz avec l'alliage AlCu33.

Quand l'alliage est coulé en sable, la vitesse de refroidissement est lente d'où une surfusion moindre et on retrouve ainsi la structure eutectique formée de la phase α_{Al} et de la phase $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$.

Pour cette raison une autre série d'essais a été menée et ce pour élaborer l'alliage AlCu33 dans les mêmes conditions d'élaboration c'est-à-dire avec même milieu de coulée.

Après fusion, l'alliage AlCu33 est coulé dans des moules en sable comme déjà expliqué précédemment. Les éprouvettes obtenues ont de dimensions normalisées qui mesurent environ 120 mm de longueur et 16 mm de diamètre.

L'échantillon est ensuite placé dans un tube en quartz scellé puis dans le four de Bridgman, porté localement à une température T supérieure à la température du liquidus T_L à 900 °C pendant 20 minutes. Le gradient de température étant mesuré au moyen d'un thermocouple de type K (Pt-Pt10% Rh) incrusté dans l'échantillon et se translatant avec lui à

la même vitesse. Ce gradient de température, étant mesuré à la pointe du thermocouple, varie entre 8 à 12 °K/mm (Tableau IV.2). Les vitesses de tirage utilisées dans ces expériences sont respectivement: 500, 833, 1333 et 4000 $\mu\text{m/s}$.

Tableau IV.2 : *Mesure du gradient de température en fonction de la vitesse de traction.*

V ($\mu\text{m/s}$)	500	833	1333	4000
G ($^{\circ}\text{K/mm}$)	8	10	12	12

Les échantillons sont ensuite découpés longitudinalement à l'aide d'une tronçonneuse avec une vitesse de coupe de 0,005 mm/s. Cette faible vitesse permet de limiter l'échauffement et l'érouissage du matériau. Après leur enrobage à froid, les échantillons sont polis mécaniquement avec des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (de grade 500 à 4000). Ceci est suivi d'un polissage de finition à l'OPS (solution de silice colloïdale) jusqu'à l'obtention d'une surface "poli miroir". Après ce polissage et afin de révéler la microstructure et certains détails, nous avons utilisé un réactif de composition : 2.5% HCl-1.5% HNO_3 -1%HF pour une durée d'attaque chimique entre 30 secondes à 1 minute.

IV. ETUDE MICROSTRUCTURALE

IV-1. Analyse par diffraction des rayons X

➤ Influence de la vitesse de traction

Une étude en diffraction des rayons X est nécessaire pour définir avec précision la nature des phases présentes dans les échantillons en AlCu33 élaborés par solidification dirigée. Cette analyse confirme sans ambiguïté la présence de la phase α_{Al} ainsi que la présence de la phase intermétallique Al_2Cu . Le diffractogramme de l'alliage AlCu33 révèle plusieurs pics indiquant la présence en proportion importante de la phase Al_2Cu ce qui est en concordance avec les observations microscopiques et ce pour tous les échantillons (Figure IV.5).

Il est important de noter que les phases obtenues dans les deux diffractogrammes AlCu33 avec vitesse de traction de 500 $\mu\text{m/s}$ et de 4000 $\mu\text{m/s}$ sont très proches. Ce résultat est

Chapitre IV: Résultats et Discussion 2

important car un écart dans les phases entraîne un comportement structural différent de celui visé.

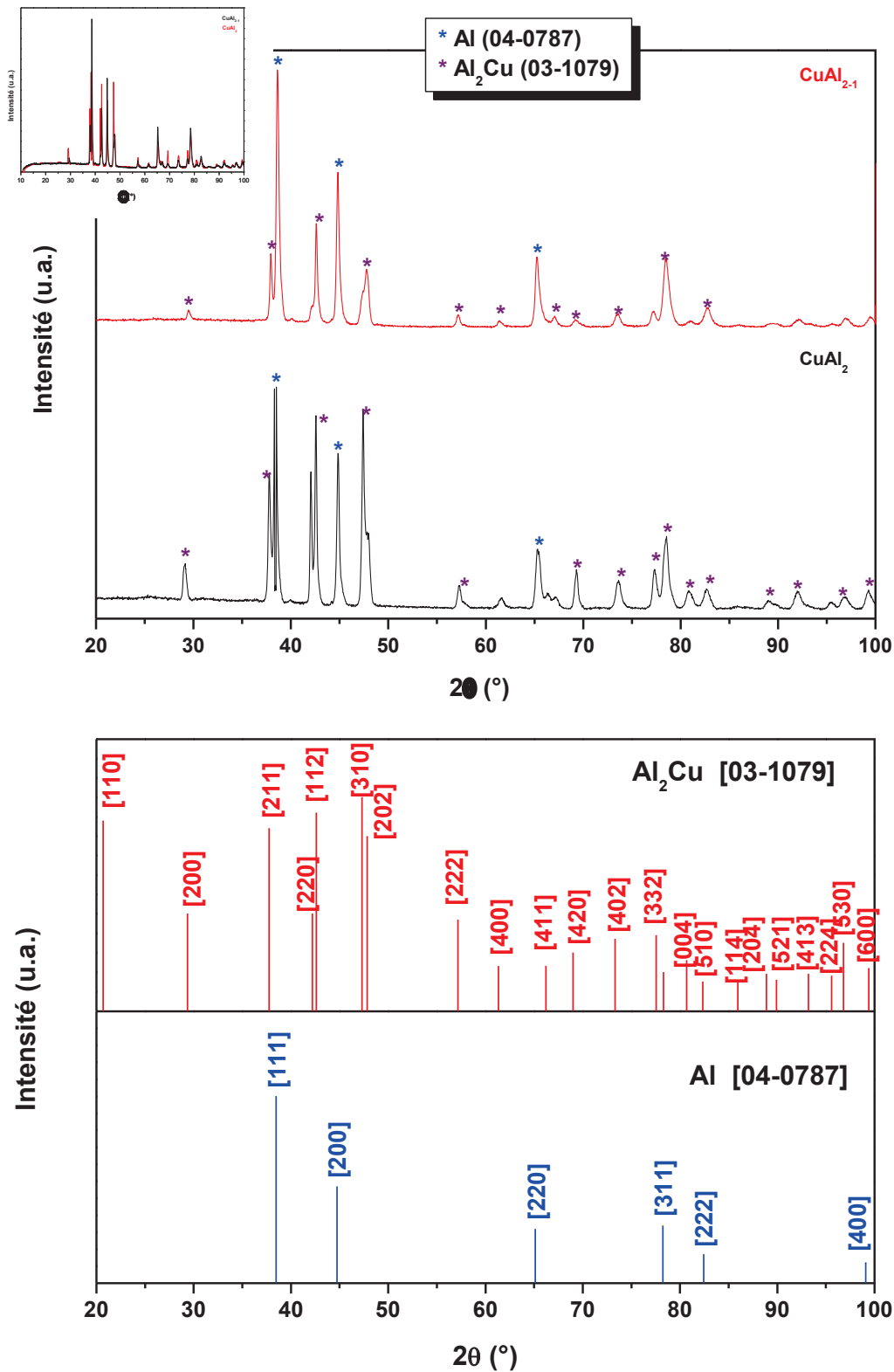


Figure IV.5: Diffractogramme des échantillons en AlCu₃₃ obtenus par solidification dirigée avec : 500 $\mu\text{m/s}$ (CuAl₂) et 4000 $\mu\text{m/s}$ (CuAl₂₋₁).

Par ailleurs, on remarque, à partir de ces diffractogrammes expérimentaux de l'alliage AlCu33 pour les deux vitesses de traction 500 et 4000 $\mu\text{m/s}$ que les pics se superposent avec un léger décalage angulaire.

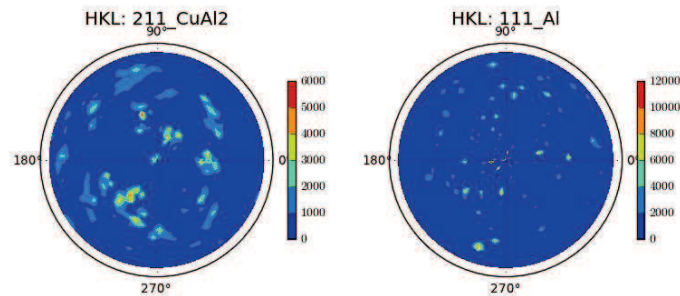


Figure IV.6: Figure de pôle des échantillons en AlCu33 obtenus par solidification dirigée.

Pour connaître l'orientation et la texture cristallographique de l'alliage AlCu33, solidifié uni-directionnellement, nous avons utilisé la mesure des figures de pôle par DRX pour représenter ses orientations. Deux rotations sont effectuées : une rotation suivant l'axe de l'azimut (φ) et une rotation suivant l'axe de déclinaison (ψ). L'intensité $I(\varphi, \psi)$ des rayons X diffractés est proportionnelle au volume total des différents grains de l'échantillon ayant les plans réticulaires (hkl) en position de Bragg. Par projection stéréographique, chaque plan de diffraction est représenté par un pôle P de sa normale qui sera projeté sur un plan équatorial constituant ainsi la figure de pôle.

La figure de pôle de notre alliage, comme but de cette étude (Figure IV.6), montre une dispersion des grains d'aluminium Al et des grains d' Al_2Cu ; ceci revient au fait qu'il n'y a pas assez de statistiques c'est à dire nombre de grains insuffisant suite à la grosseur et la taille des grains qui est de l'ordre de 50 μm (structure à gros grains).

Donc nous n'avons pas pu obtenir des résultats sur l'orientation cristallographique des grains de l'alliage AlCu33 solidifié uni-directionnellement pour toutes les vitesses de traction étudiées.

IV-2. Analyse métallographique

➤ Influence de la vitesse de traction

Les microstructures de l'alliage étudié AlCu33 élaboré par le processus SD montrent la présence de la phase (α) et la phase eutectique ($\alpha_{Al} + \theta_{(Al2Cu)}$).

La figure IV.7 montre une meilleure orientation de la structure surtout des dendrites de la phase α_{Al} dans le sens de l'écoulement de la chaleur lorsque la vitesse de traction est lente ($500 \mu\text{m/s}$)

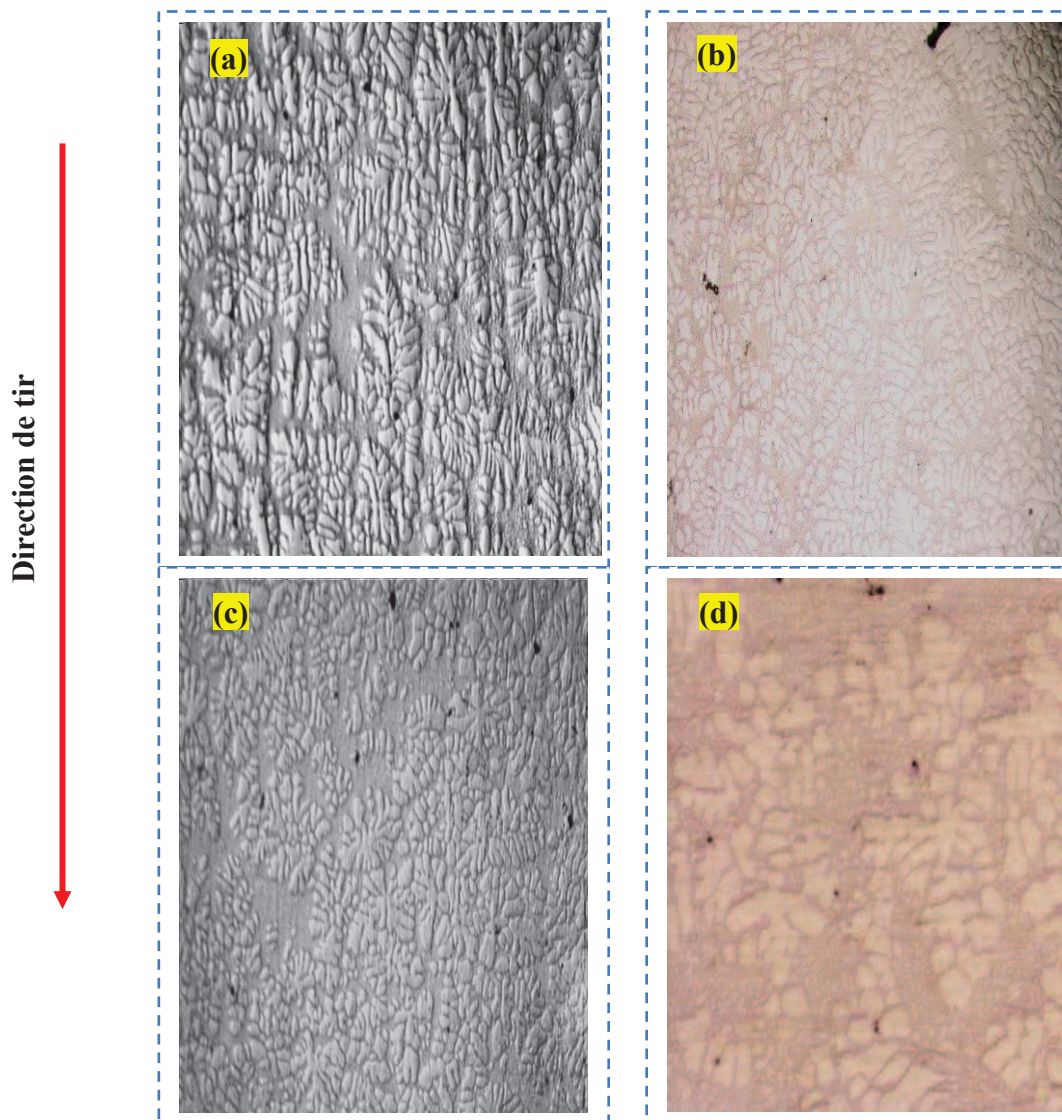


Figure IV.7: Micrographies des échantillons en AlCu33 dans le sens longitudinal GX60: (a) $500 \mu\text{m/s}$, (b) $833 \mu\text{m/s}$, (c) $1333 \mu\text{m/s}$ et (d) $4000 \mu\text{m/s}$.

Pour des vitesses plus rapides, nous remarquons que les dendrites α_{Al} deviennent plus fines que celles obtenues avec des vitesses de 500 et 800 $\mu\text{m/s}$ (Figure IV.7 c et d) avec un rejet du cuivre et la formation de phase eutectique répartie d'une manière colonnaire.

En effet, les mesures des distances entre les dendrites secondaires (SDAS) montrent une décroissance en fonction de l'incrément de la vitesse (Figure IV.8). Ainsi, pour les valeurs respectives 500 $\mu\text{m/s}$, 833 $\mu\text{m/s}$, 1333 $\mu\text{m/s}$ et 4000 $\mu\text{m/s}$, on trouve la distance moyenne SDAS, respectivement, 17.03 μm , 15.5 μm , 12.39 μm et 5.97 μm

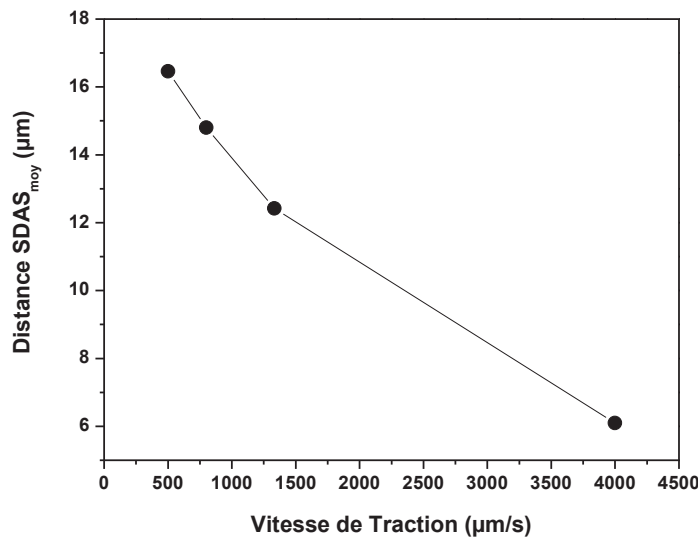


Figure IV.8: Variation de la distance SDAS en fonction de la vitesse de traction.

Les observations au MEB des échantillons AlCu33 découpés dans le sens longitudinal ont montré pour la vitesse de traction de 500 $\mu\text{m/s}$ (Figure IV.9) une structure colonnaire de la phase α_{Al} suivant le sens du flux de chaleur. Nous notons aussi la présence de la phase eutectique entre les dendrites de la phase α_{Al} répartie d'une manière irrégulière. La figure IV.9 - milieu montre une dendrite d'aluminium avec son axe principal et à côté les branches secondaires plus au moins espacées entre elles. Entre la dendrite et les dendrites voisines et même entre les branches secondaires se trouve la phase eutectique ($\alpha_{Al} + \theta_{(Al_2Cu)}$).

Pour des vitesses plus rapides $v = 4000 \mu\text{m/s}$, nous remarquons que les dendrites d'Al deviennent plus fines (Figure IV.10). Cette figure montre la phase eutectique ($\alpha_{Al} + \theta_{(Al_2Cu)}$) répartie autour et entre les branches secondaires d'une dendrite d'Aluminium.

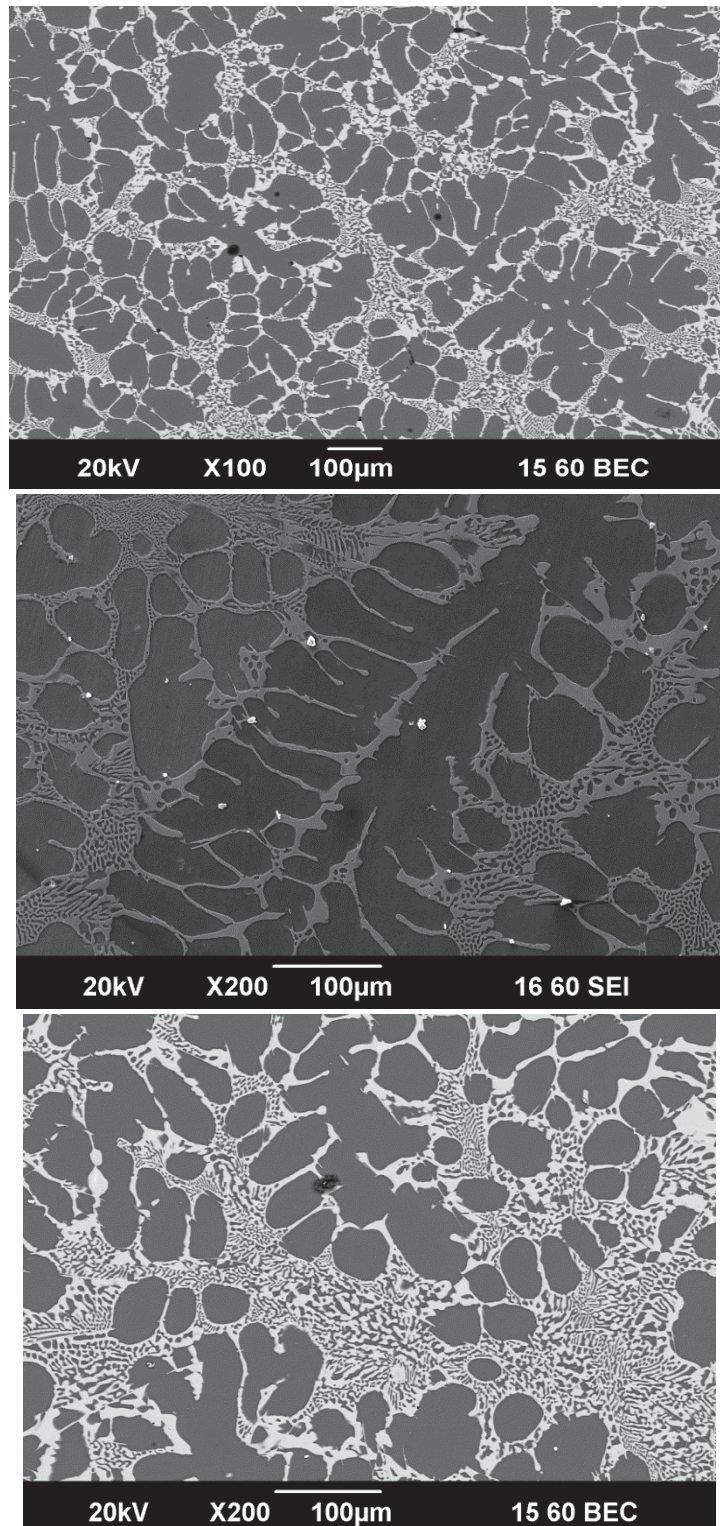


Figure IV.9: Micrographies de MEB des échantillons en AlCu33 dans le sens longitudinal pour 500 μm/s.

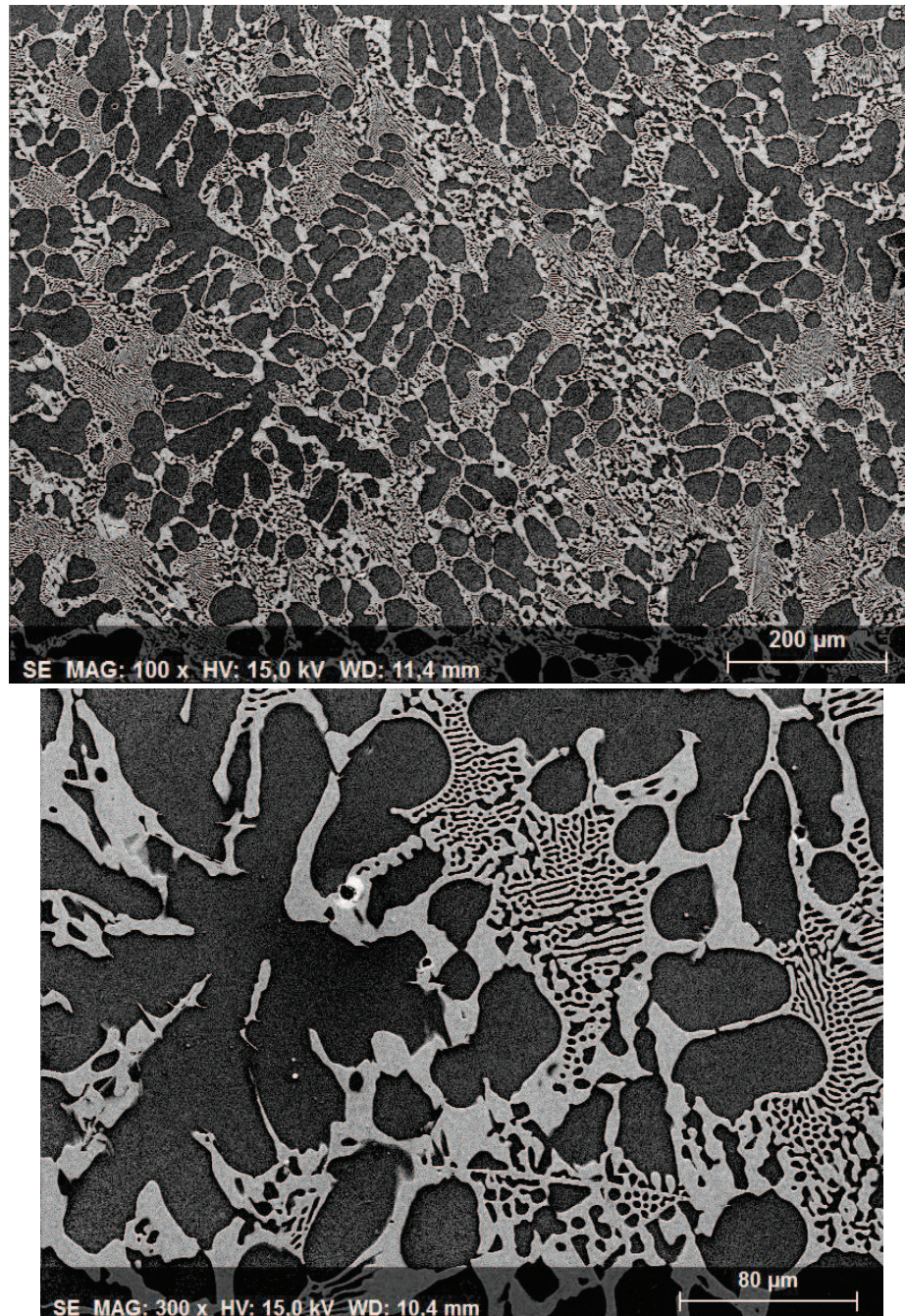


Figure IV.10: *Micrographies de MEB des échantillons en AlCu33 dans le sens longitudinal pour 4000 μm/s.*

V. ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES (Dureté Brinell HB)

➤ Influence de la vitesse de traction

Des mesures de dureté ont été aussi effectuées sur des échantillons en AlCu33 découpés dans le sens longitudinal et sur toute la longueur des échantillons (Figure IV.11). L'analyse des résultats montre que l'alliage AlCu33 obtenu avec une vitesse de 4000 $\mu\text{m/s}$ présente les valeurs de dureté les plus élevées sur toute la longueur de l'éprouvette par rapport aux autres échantillons tirés avec 500 $\mu\text{m/s}$, 833 $\mu\text{m/s}$ et 1333 $\mu\text{m/s}$. En conséquent, l'augmentation de la vitesse de tir favorise le raffinement de la structure et la présence de la phase eutectique ($\alpha_{\text{Al}} + \theta_{(\text{Al}_2\text{Cu})}$) qui permet d'augmenter les propriétés mécaniques en général et la dureté en particulier.

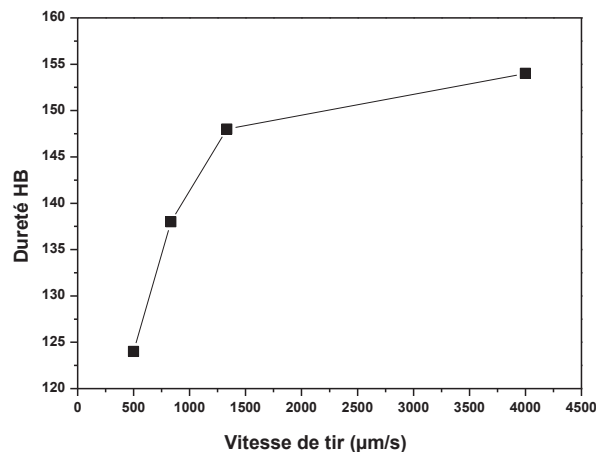


Figure IV.11: Variation de la dureté HB avec la vitesse de traction.

VI. INFLUENCE DE LA CONICITE SUR LES PROPRIETES MICROSTRUCTURALES ET MECANIQUES DE L'ALLIAGE AlCu33

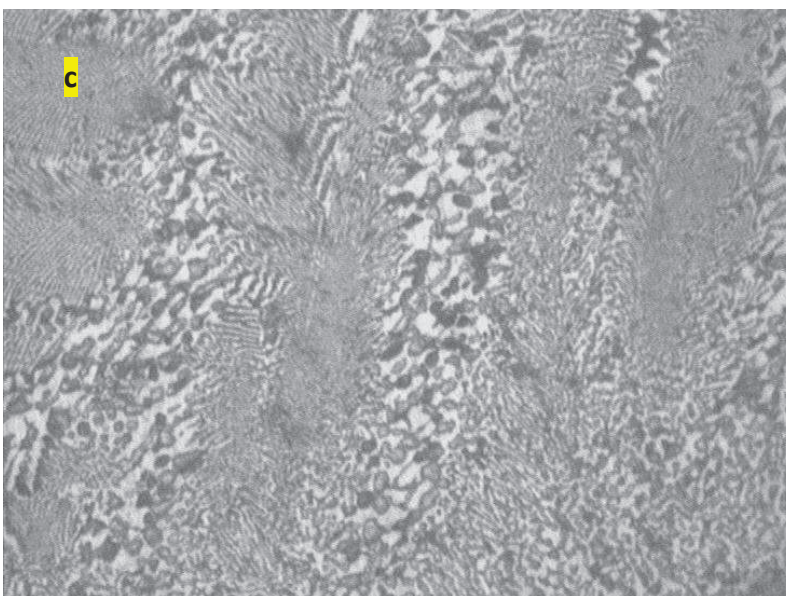
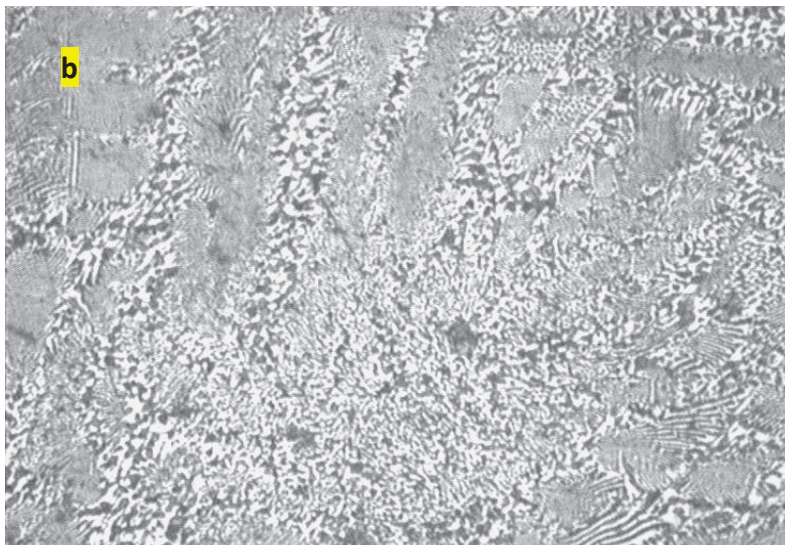
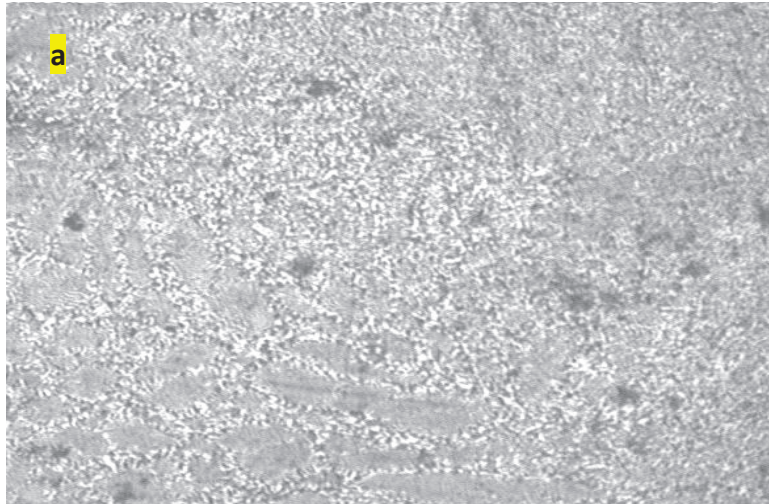
VI-1. Influence de la conicité sur les propriétés structurales

Pour étudier l'influence de la conicité sur les propriétés structurales de l'alliage AlCu33 comme pour l'alliage AlSi10Mg nous avons mené des expériences sur cet alliage avec des conicités d'angles au sommet $\theta = 5^\circ$ avec une vitesse de tir de 500 $\mu\text{m/s}$.

Les observations métallographiques au microscope optique (Figure IV.12) de nos échantillons coupés dans le sens longitudinal obtenus avec des vitesses de tir de 500 $\mu\text{m/s}$ et

Chapitre IV: Résultats et Discussion 2

avec une conicité de 5° montrent une meilleure orientation de la structure composée de la phase α_{Al} et de la phase eutectique ($\alpha_{Al} + \theta_{(Al_2Cu)}$) dans le sens de tir, surtout dans la zone conique, que pour l'échantillon cylindrique sans conicité; ceci étant dû à l'influence de la conicité qui favorise l'évacuation de la chaleur dans la direction de la zone conique.



Direction de tir

Figure IV.12: Micrographies des échantillons en AlCu33 conique $\theta = 5^\circ$ dans le sens longitudinal pour $v = 500 \mu\text{m/s}$, (a) GX50; (b) GX100 et (c) GX200.

VI-2. Influence de la conicité sur les propriétés mécaniques (dureté)

Des mesures de dureté ont été effectuées sur une distance d'environ 20 mm à partir du sommet du cône dans le but de voir l'influence de la conicité sur l'évolution de la dureté.

D'après la figure IV.13, pour la vitesse de tir de $500 \mu\text{m/s}$, on constate que les échantillons de conicité 5° ont des valeurs de dureté plus élevées ($\text{HB}_{\text{moy}} = 139.47$) par rapport aux éprouvettes cylindriques, sans conicité c.à.d. avec $\theta = 0^\circ$, qui présentent les plus faibles valeurs ($\text{HB}_{\text{moy}} = 124$). Ceci s'explique par le fait qu'une conicité de 5° privilégie le regroupement de phases α_{Al} et de la phase eutectique ($\alpha_{\text{Al}} + \theta_{(\text{Al}_2\text{Cu})}$) ainsi que des intermétalliques Al_2Cu dans la zone conique afin de favoriser leur densification et induisant ainsi une compacité plus grande que dans l'échantillon cylindrique.

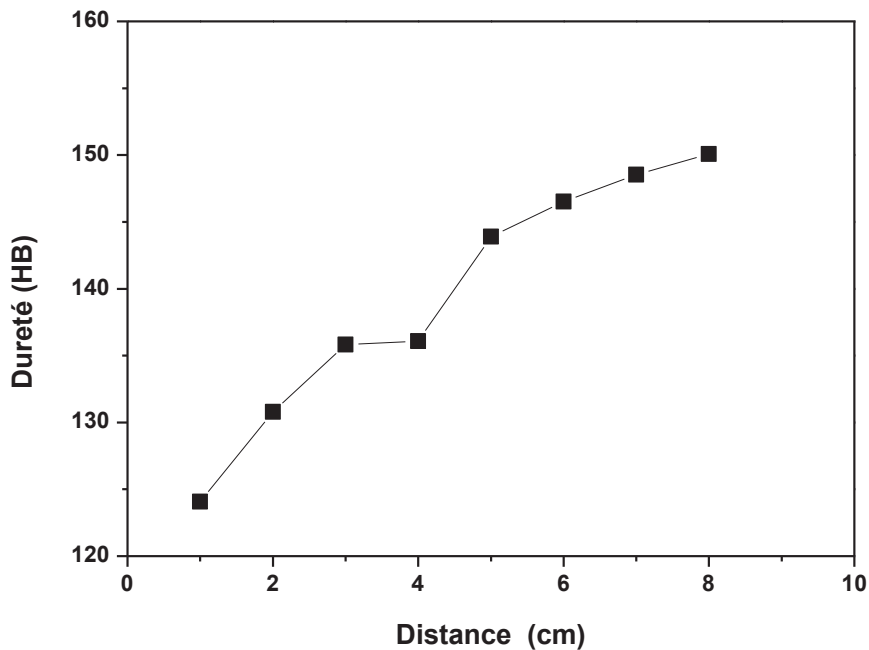


Figure IV.13: Variation de la dureté HB en fonction de la longueur de l'éprouvette pour $v = 500 \mu\text{m/s}$ et $\theta = 5^\circ$.

CONCLUSION DU CHAPITRE

A la lumière des résultats obtenus sur l'élaboration de l'alliage AlCu33 par solidification dirigée, on peut déduire que le milieu de coulé a un effet significatif sur la diminution de la surfusion constitutionnelle. On peut déduire donc que quand l'alliage est coulé en sable la structure est d'un eutectique, formée de la phase α_{Al} et de la phase $\theta(Al_2Cu)$ et les propriétés mécaniques (dureté) sont meilleures que celles de l'alliage coulé dans le quartz.

L'effet de la variation de la vitesse de tir sur le processus de solidification de l'alliage AlCu33 par solidification dirigée est important. Nous avons d'abord observé un affinement de la structure suite à la diminution de la distance inter-dendritique, selon les vitesses croissantes et les distances entre les dendrites secondaires (SDAS) décroissent aussi. Ensuite, on a noté que les orientations des dendrites de la phase eutectique se font préférentiellement selon le sens du tir lorsque les vitesses sont faibles, car elles se développent selon le flux de la chaleur. Les duretés elles sont les plus fortes pour les vitesses de traction les plus rapides.

Les échantillons élaborés uni directionnellement avec une vitesse de tir de 500 $\mu\text{m/s}$ et avec une conicité 5° présentant une meilleure orientation de la structure eutectique dans le sens de la conicité et dans le sens de l'extraction du flux de chaleur. Ils ont aussi des valeurs de dureté les plus élevées par rapport aux éprouvettes cylindriques sans conicité.

Conclusion générale



Conclusion générale et Perspective

Le but de cette étude était de mettre au point une installation expérimentale pour l'élaboration des alliages de fonderie non ferreux au sein de notre laboratoire LASMA à l'Université Badji-Mokhtar de Annaba de manière parfaitement contrôlée et reproductible des alliages binaires, de caractériser et de mieux comprendre les différents effets de la vitesse de traction et du gradient thermique sur le processus de solidification d'un alliage métallique binaire sous l'effet d'une convection thermosolutale dite naturelle créée par les gradients thermiques et solutaux. Cette installation a montré son efficacité à fournir des données quantitatives et qualitatives sur le processus de solidification des alliages métalliques.

Les travaux expérimentaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont porté sur deux alliages métalliques AlSi10Mg et AlCu33 avec des vitesses de traction de 500, 833, 1333 et 4000 $\mu\text{m/s}$.

Par conséquent, les résultats expérimentaux obtenus à travers les expériences de solidification réalisées sur l'alliage AlSi10Mg peuvent être résumés comme suit :

L'hors de la solidification et avec l'augmentation des vitesses de traction, nous avons d'abord observé un accroissement du nombre de dendrites de la phase α_{Al} suite à la diminution de la distance interdendritique et les distances entre les dendrites secondaires (SDAS) également décroissent. Ensuite, on a noté que les orientations des dendrites se font préférentiellement selon le sens du tir lorsque les vitesses sont faibles, car elles se développent selon le flux de la chaleur. Pour des tirs plus rapides, les dendrites croissent d'abord dans le sens du refroidissement mais se cassent ensuite pour laisser d'autres naître. Leurs duretés sont les plus fortes.

Nous avons aussi étudié l'influence de la conicité de l'échantillon avec $\theta = 5^\circ$ et $\theta = 10^\circ$ sur les propriétés structurales et mécaniques de l'alliage AlSi10Mg: plus l'angle au sommet est petit, plus les dendrites vont mieux s'orienter selon le sens du tir. La dureté y est aussi la plus grande.

Pour l'alliage AlCu33 solidifié uni-directionnellement, nous avons d'abord étudié l'influence du type de moulage sur les propriétés microstructurales et mécaniques de l'alliage.

Alors, pour le même alliage AlCu33 coulé dans deux milieux différents et élaborés par solidification dirigée dans les mêmes conditions (gradient de température et même vitesses de

Conclusion générale et Perspective

tirage 500 et 800 $\mu\text{m/s}$), nous obtenons des structures et des duretés différentes. Cela revient à notre avis au fait quand l'alliage est coulé dans des tubes en quartz; il y a une forte surfusion qui favorise la formation de la phase α_{Al} et rejette le cuivre au détriment de la phase eutectique ($\alpha_{\text{Al}} + \theta_{(\text{Al}_2\text{Cu})}$)

Par contre, quand l'alliage est coulé en sable, la vitesse de refroidissement est lente d'où une surfusion moindre et on retrouve la structure eutectique formée de la phase α_{Al} et de la phase $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ avec des propriétés mécaniques meilleures que celles de l'alliage coulé dans le quartz.

L'effet de la variation de la vitesse de traction (500, 833, 1333 et 4000 $\mu\text{m/s}$) sur le processus de solidification dirigée de l'alliage AlCu33 est important. Nous avons d'abord observé un affinement de la structure suite à la diminution de la distance inter-dendritique, selon les vitesses croissantes et les distances entre les dendrites secondaires (SDAS) décroissent aussi. Ensuite, on a noté que les orientations des dendrites de la phase eutectique se font préférentiellement selon le sens du tir lorsque les vitesses sont faibles, car elles se développent selon le flux de la chaleur. Les duretés sont les plus fortes pour les vitesses de traction les plus rapides.

Les échantillons élaborés uni-directionnellement avec une vitesse de tir de 500 $\mu\text{m/s}$ et avec une conicité de 5° présentant une meilleure orientation de la structure eutectique dans le sens de la conicité et dans le sens de l'extraction du flux de chaleur. Ils ont aussi des valeurs de dureté les plus élevées par rapport aux éprouvettes cylindriques avec $\theta = 0^\circ$.

Les travaux futurs à mener pourraient aborder le problème de l'amélioration du dispositif expérimental surtout la diminution de la vitesse de traction au dessous de 500 $\mu\text{m/s}$ et de la reproductibilité des expériences. Les premières expériences sont d'ailleurs en cours. Enfin, les développements futurs pourraient aussi concerner l'étude d'alliages plus complexes, comme les alliages ternaires à bas points de fusion, les aciers et les fontes en ajoutant des résistances supplémentaires au four de Bridgman

Références



- **Barlas B** (2004), *Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie*, Thèse de doctorat, Centre des Matériaux P.M. FOURT de l'Ecole des Mines de Paris.
- **Bayrakt Y, Liang D and Jones H** (1995), *The effect of growth velocity and temperature on growth characteristics of matrix eutectic in a hypereutectic aluminium-silicon*, J. of Materials Science; 30: pp. 5939-5943.
- **Böyük U, Engin S and Maraşlı N** (2011), *Microstructural characterization of unidirectional solidified eutectic Al-Si-Ni alloy*, J. of Materials Characterization; 62, pp. 844-851.
- **Burden M.H, Hebditch D.J and Hunt J.D** (1973), *Macroscopic stability of a planar, cellular or dendritic interface during directional freezing*, J. Crystal Growth; 20, pp. 121-124.
- **C'aceres C.H, Davidson C.J, Griffiths J.R and Wang Q.G** (1999), *The effects of Mg on the Microstructure and mechanical behaviour of Al-Si-Mg casting alloys*, J. Metal. Mater.Trans.; 30A, pp. 2611-2618.
- **Dupouy M.D, Drevet B and Camel D** (1997), *Influence of convection on the selection of solidification microstructures at low growth rates*, J. of Crystal Growth; 181, pp. 145-159.
- **Dupouy M.D, Camel D and Favier J** (1989), *Natural convection in directional dendritic solidification of metallic alloys-I macroscopic effects*, J. of Acta Metallurgica; 37, issue 4, pp. 1143-1157.
- **Fan J and al.** (2011), *Microstructure evolution of directionally solidified Ti-46Al-0.5W-0.5Si alloy*, J. Crystal Growth, 337 ,pp. 52-59.
- **Fisher DJ and Kurz W** (1986), *Fundamentals of solidification*, Trans Tech Publications Ltd, Trans Tech House, 4711, Aedermansdorf.
- **Fisher D.J and Kurz W** (1980), *Theory of branching limited growth of irregular eutectics*, J. of Acta Metal; 28, pp. 777-794.
- **Flemings M.C, Kattamis T.Z and Bardes B.P.** (1991), *Dendrite arm spacing in*

aluminum alloys, AFS Trans.; 99, pp. 501-506.

- **Forder S.D, Brooks J.S, Reeder A and Evans P.V.** (1999). *Fe57 Mossbauer spectroscopy of intermetallic phases in D.C. cast aluminium*, J. of Scripta Mater.; 40, pp 45-48.
- **Ghods M, Lauer M, Surendra N.Tewari, Grugel R.N and Erdman. R.E,** *Effect of convection on primary dendrites, observations from ground based and space station processed samples*, Collaborative Effort between NASA and European Space Agency, Program MICAST.
- **Gu J.P, Beckermann C and Giamei A.F** (1997), *Motion and remelting of dendrite fragments during directional solidification of a nickel-base superalloy*, J. of Metall. Mater. Trans.; 28 A, pp. 1533-1542.
- **Hegde S and Narayan Prabhu K.** (2008), *Modification of eutectic silicon in Al-Si alloys*, J. Mater Sci; 43, pp. 3009-3027.
- **Hirosawa S, Sato T, Kamio A and Flower H.M** (2000), *Classification of the role of microalloying elements in phase decomposition of Al based alloys*. Acta Mater, vol. 48, pp 1797-1806.
- **Hosch T** (2010), *Solidification, growth mechanisms, and associated properties of Al-Si and magnesium lightweight casting alloys*, Thèse, Université Iowa State Ames, Iowa.
- **Hunt J.D** (1984), *Steady-state columnar and equiaxed growth of dendrites and eutectics*, J. of Mater. Sci. Eng; 65, pp. 75-83.
- **Iglesis I.** (1976). *Effet de l'influence des paramètres de solidification sur la structure et les propriétés mécaniques d'alliages industriels hypo-eutectiques aluminium-silicium*, Thèse de doctorat de l'Université de Nancy.
- **Jackson K.A, Hunt J.D, Uhlmann D.R and Seward T.P** (1966), *On the origin of the equiaxed zone in castings*, J. of Transaction of the Metallurgical Society of AIME; 236, pp. 149-157.
- **Justi S and Bragg R.H** (1978), *Tensile properties of directionally solidified Al-Si eutectic*, Metallurgical Transactions A; 9A, pp. 515-516.

- **Kuijpers N.C.W, Tirel J, Hanlon D.N, Van der Zwaag S.** (2002), *[Quantification of the evolution of the 3D intermetallic structure in a 6005A aluminium alloy during a homogenisation treatment](#)*, J. of Mater. Char.; 48, pp 379–392.
- **Lebyodkin M, Deschamps A and Bréchet Y** (1997), *[Influence of second-phase morphology and topology on mechanical and fracture properties of Al-Si alloys](#)*. J. of mater. Sci. Eng. A; 234-236, pp 481-484.
- **Lessoult G** (1986), *[Solidification - Cristallisation et microstructures](#)*, Technique de l'ingénieur.
- **Lessoult G:** (1994). *[Solidification d'alliage eutectique](#)*, LSG2M-école des mines, F54042, Nancy cedex France.
- **Liao H, Sun Y and Sun G.** (2002), *[Correlation between mechanical properties and amount, of dendritic \$\alpha\$ -Al phase in as-cast near-eutectic Al– 11.6% Si alloys modified with strontium](#)*, J. Mater. Sci. Eng. A, 335, pp. 62–66.
- **Liu S, Lu S.Z and Hellawell A** (2002), *[Dendritic array growth in the system \$NH_4Cl-H_2O\$ and \$\[CH_2CN\]_2-H_2O\$: The detachment of dendrite side arms induced by deceleration](#)*, J. Crystal Growth; 234, pp. 751-758.
- **Massinon D and Constantin V** (2002), *[Formation métallurgie et défauts de fonderie](#)*, International congress and exposition Montupet, Chateauroux.
- **Mohamed A.M.A, Samuel F.H and Samuel A.M** (2009), *[Influence of additives on the microstructure and tensile properties of near-eutectic Al-10.8%Si alloys](#)*, J. of Mater Design; 30, pp. 3943-3957.
- **Mondolfo L.F** (1976), *[Aluminium alloys, structure and properties](#)*, liv Butterworths, London, ISBN0408706805.
- **Morrow D** (1977), *[Mechanical properties of directionally solidified Al-Si eutectic](#)*, M.S. Thesis, UCBLBL, Report No 6063, Lawrence Berkley Laboratory.
- **Moustafa M.A, Samuel F.H, Doty H.W** (2003), *[Effect of solution heat treatment and additives on the hardness, tensile properties and fracture behaviour of Al-Si \(A413.1\) automotive alloys](#)*, J. Mater.Science; 38, pp. 4523-4534.

- **Mullins W.W, Sekerka R.F** (1964), *Stability of a planar interface during solidification of a dilute binary alloy*, J. Appl. Phys.; 35, pp. 444-451.
- **Nguyen-Thi. H, Reinhart .G, Zhou .B, Billia .B, Liu .Q. Lyubimova .T.P, Roux. B** (2004). *Tailoring of dendritic microstructure in solidification processing by crucible vibration*, J. Crystal Growth; 275, pp. e1579–e1584.
- **Okamoto K.Kishitake and Bessho I** (1975), *Dendritic structure in unidirectionally solidified cyclohexanol*, J. Crystal Growth; 29, pp.131-136.
- **Ovono D** (2002), *Etude sur les alliages d'aluminium de fonderie précipitation et intermétalliques*, Etude bibliographique de l'Université de Technologie de Compiègne.
- **Reinhart G.** (2006), *Dynamique de formation de la microstructure de solidification d'alliages métalliques : caractérisation par imagerie x synchrotron*, Thèse, Université PAUL Cesane.Aix-Marseille III.
- **Sato T, Kurz W and. Ikawa K** (1987), *Experiments on dendrite branch detachment in the succinonitrile-camphor alloy*, Trans of the Japan institute of metals; 28, pp. 1012-1020.
- **Sersour Z** (2010), *Influence d'éléments d'addition sur les propriétés mécaniques et microstructurales des alliages AlSi*, Thèse de Magister, Université M'Hamed Bougara-Boumerdes.
- **Smith T.J, Maier H.J, Sehitoglu H, Fleury E and Allison J.** (1999), *Modeling high-temperature stress-strain behavior of cast aluminum alloys*, J.Metallurgical and Materials Transactions. A; 30A1, pp. 33-146.
- **Stefanescu D.Michael** (2002), *Science and engineering of casting solidification*, Springer International Publishing AG, Part of Springer, pp. 186-209.
- **Sumanth Shankar, Yancy W.R and Makhlof M. Makhlof** (2004), *Eutectic solidification of Aluminum-Silicon alloys*, J. Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science; 35A (9), pp. 3038-3043.
- **Vandenbulcke L and Vuillard G** (1972), *Influence de la convection sur la solidification dirigée de l'alliage eutectique Al-Si*, J. Cristal Growth; 12, pp. 137-144.

- **Wang C.Y and Berckermann C** (1993), *[A multiphase solute diffusion model for dendritic alloy solidification](#)*, J. Met. Trans A; 24A, pp. 2787-2802.
- **Winegard W.C** (1971), *[Introduction à la solidification des métaux](#)*, Liv, ed Dunod.
- **Zaïdat K** (2005), *[Influence d'un champ magnétique glissant sur la solidification dirigée des alliages métalliques binaires](#)*, Thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble.