



HAL
open science

Caractérisation des variabilités Matériaux/ Process pour une convergence produit de fonderie par approche prédictive

Imane Outmani

► To cite this version:

Imane Outmani. Caractérisation des variabilités Matériaux/ Process pour une convergence produit de fonderie par approche prédictive. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2017. Français. NNT : 2017ENAM0007 . tel-01511882

HAL Id: tel-01511882

<https://pastel.hal.science/tel-01511882>

Submitted on 21 Apr 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Science des Métiers de l'ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité Mécanique " Matériaux - Procédés "

présentée et soutenue publiquement par

Imane OUTMANI

Le 16 Mars 2017

Caractérisation des variabilités Matériaux/ Process pour une convergence produit de fonderie par approche prédictive

Directeur de thèse : **Mohamed EL MANSORI**

Co-encadrement de la thèse : **Laurence FOUILLAND, Jérôme ISSELIN**

Jury

M. Laurent DUBAR, Professeur des universités, Université de Valenciennes

Mme Caroline RICHARD, Professeur des universités, Université de Tours

M. Hamid ZAIDI, Professeur des universités, Université de Poitiers

M. Mohamed EL MANSORI, Professeur des universités, Arts & Métiers ParisTech

Mme Laurence FOUILLAND, Maitre de conférences, Arts & Métiers ParisTech

M. Jérôme ISSELIN, Maitre de conférences, Arts & Métiers ParisTech

M. Nicolas DE REVIERE, Chef d'UET Fonderie & Forge RENAULT SAS

M. Loïc VAISSIERE, Expert Matériaux de fonderie & leader Stratégie, RENAULT SAS

M. André LE-NEZET, Expert Procédés de fonderie, RENAULT SAS

Président

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

Invité

Invité

T
H
È
S
E

REMERCIEMENTS

Le projet de recherche présenté dans ce mémoire s'est déroulé au sein du laboratoire Mécanique, Surface, Matériaux et Procédés (MSMP) dans le cadre d'une thèse CIFRE en collaboration avec l'entreprise RENAULT.

Je suis très honorée à remercier l'ensemble des membres du jury. Je remercie Monsieur Laurent Dubar pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant d'être président de ce jury ainsi que pour ses commentaires constructifs. Je remercie par ailleurs Madame Caroline Richard et Monsieur Hamid Zaidi pour leur participation à mon jury de thèse en qualité de rapporteur de mon travail, pour le temps consacré à la lecture de cette thèse, et pour les suggestions et les remarques judicieuses qu'ils m'ont indiquées. J'adresse mes remerciements également à Messieurs Loic Vaissière et André Le-Nezet pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Monsieur M. EL MANSORI, Professeur aux Arts et Métiers de Aix-en-Provence et à Monsieur Nicolas DE-REVIERE, chef UET Fonderie & Forge à RENAULT qui m'ont donnée la chance de réaliser ces travaux. Je retiens leurs conseils avisés et la disponibilité constante dont ils ont fait preuve.

Je suis également extrêmement reconnaissante envers Madame Laurence FOUILLAND et Monsieur Jérôme ISSELIN, pour l'intérêt qu'ils ont manifesté vis-à-vis de ces travaux de recherche. Je ne saurais oublier leur engagement remarquable ainsi que leur disposition naturelle à m'apporter conseils et assistance.

C'est avec chaleur et sincérité que je salue les membres de l'équipe Fonderie & Forge et de l'équipe Matériau de fonderie à RENAULT qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de mon projet. Je tiens à remercier également tous le personnel du laboratoire MSMP à Chalons en champagne avec lesquels j'ai pu mener à bien mes travaux de thèse.

J'aimerais également en profiter pour remercier mes parents qui ont toujours cru en moi et qui m'ont encouragée tout au long de mes études. Ces mêmes remerciements vont également à mon conjoint Issam qui m'a beaucoup supportée au quotidien pendant toute la période de la thèse.

Enfin, mes plus vifs remerciements vont aux personnes qui ont contribué au bon déroulement et à l'aboutissement de cette thèse.

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Cartographie mondiale des nuances Al-Si-Cu utilisées en HPDC (Renault et/ou alliances)	6
Figure 2 : Variabilités des éléments principaux Si, Cu et Mg des alliages d'aluminium sous pression	7
Figure 3 : Microstructure de l'alliage AlSi9Cu3 coulé en sous pression [4]	8
Figure 4 : Microstructure de l'alliage Eu380 montrant les composés intermétalliques Al ₅ FeSi [5]	9
Figure 5 : Image électroniques d'échantillons d'alliages Al-Si : a) à 4,5% de Si ; b) à 11% de Si [13]	10
Figure 6 : Précipitation de composés intermétalliques Al ₂ Cu dans l'alliage AlSi _{10,8} Cu ₂ sur les aiguilles de β-AlFeSi [17]	10
Figure 7: Micrographies MEB, (a) retassure et (b) soufflure [18]	11
Figure 8: Variation du pourcentage volumique de porosité en fonction de la teneur en Cu [22]	12
Figure 9 : Effet du Mg sur les caractéristiques de traction [15]	13
Figure 10: Dureté des alliages analysés [29]	14
Figure 11: Caractéristiques de traction des alliages analysés [29]	14
Figure 12 : Précipitation des phases riches en Cu [29]	15
Figure 13: les phases Al ₂ Cu et Al ₅ Mg ₈ Si ₆ Cu ₂ dans un alliage AlSi _{10,8} Cu ₃ Mg _{0,4} [17]	15
Figure 14: Variation des Caractéristiques de traction en fonction de la teneur en Si [30]	16
Figure 15: Propriétés mécaniques des alliages Al-Si en fonction du pourcentage massique en Si [34]	16
Figure 16 : La résistance à la traction et la dureté des Al-Si en fonction du taux de Si [35]	17
Figure 17 : Micrographies optiques des alliages Al-Si : a) à 6% de Si, b) à 8% de Si, c) à 12% de Si, d) à 15% de Si [35]	17
Figure 18: Illustration schématique du système d'injection en fonderie sous pression [44]	18
Figure 19: Procédé de fonderie sous pression : (a) Phases du cycle de production ; (b) Courbes de la vitesse et de la pression pendant le remplissage et la solidification	19
Figure 20: Température de formation des précipités en fonction de la teneur en fer [7]	21
Figure 21: Influence de la pression 3ème phase et de la taille des attaques de coulée sur le pourcentage de porosités [49]	22
Figure 22: Valeurs de la dureté (a) de la limite élastique (b) et de la résistance à la traction (c) en fonction de la pression [38]	23
Figure 23 : variation du pourcentage de porosité en fonction de la vitesse aux attaques de coulée [44]	24
Figure 24 : Plan d'expériences	26
Figure 25: Représentation d'un domaine d'étude continu pour le cas de deux facteurs à deux modalités [61] ..	28
Figure 26: Représentation d'un domaine d'étude discret pour le cas de deux facteurs à trois modalités (domaine discret) [62]	29
Figure 27: Pièce coulée	42
Figure 28 : Four de maintien utilisé lors des coulées	46
Figure 29: La presse et le moule utilisés pour les coulées	47
Figure 30 : Phases de procédé HPDC	48
Figure 31: Zones de prélèvement des éprouvettes de caractérisation	50
Figure 32: Courbes de traction des éprouvettes testées par SOLSI-TEC (a, 1), (a,2), (a,3) et celles testées au laboratoire MSMP (b,1), (b,2), (b,3)	52
Figure 33: Comparaison des résultats des essais croisés	53
Figure 34 : Montage en flexion pour la mesure du module d'Young par résonance en fréquence [73]	53
Figure 35: Dispositif de mesure du module d'Young	54
Figure 36 : Exemple de seuillage d'une image	55
Figure 37 : Principe du contrôle radiographique des pièces de fonderie	56
Figure 38: Image de référence ASTM pour classer les soufflures des alliages d'aluminium [71]	56
Figure 39 : Résultats de la mesure du module d'Young	60
Figure 40 : Dureté des 11 alliages pour les trois zones Z1, Z2 et Z3	61

Figure 41: Dureté (a) de l'alliage 9 répété, (b) des 11 alliages	62
Figure 42 : Limite élastique des 11 alliages pour les trois zones, (a) Z1 et Z2, (b) Z4	63
Figure 43 : Limite élastique (a) des trois coulées de l'alliage 9 répété 3 fois, (b) des 11 alliages	65
Figure 44 : Résistance à la traction des 11 alliages pour les trois zones (a) Z1 et Z2 et (b) Z4	66
Figure 45 : Allongement à la rupture des 11 alliages pour les zones (a) Z1, Z2 et (b) Z4.....	68
Figure 46 : Pourcentage volumique de la porosité les 11 alliages dans chacune des zones Z1 et Z2	72
Figure 47 : Taux de porosité surfacique pour les 11 alliages dans chacune des zones Z1 et Z2	72
Figure 48 : Images microscopiques des 11 alliages	73
Figure 49 : Influence de la porosité volumique sur la résistance mécanique.....	75
Figure 50:Classification des éprouvettes étudiées selon leur taux de porosités (%pv).....	75
Figure 51: Influence de la porosité volumique sur la résistance mécanique.....	76
Figure 52: Influence du pourcentage massique du silicium et de la fraction volumique de la porosité sur la résistance à la traction	77
Figure 53: Influence du pourcentage massique du magnésium et de la fraction volumique de la porosité sur la résistance à la traction	77
Figure 54: Influence du pourcentage massique du cuivre et de la fraction volumique de la porosité sur la résistance à la traction	78
Figure 55: La résistance à la traction et la limite élastique en fonction du taux de porosités (soufflures)	79
Figure 56 : Microstructure type des alliages Al-Si-Cu-Mg (alliage 3 équivalent à l'AlSi9Cu3).....	81
Figure 57 : Micrographies avant attaque des alliages 1, 2, 4, 5, 6 et 8	82
Figure 58 : Cartes EDS des éléments Al et Si de l'alliage 6.....	83
Figure 59 : Observations de la microstructure(a) de l'alliage 3, (b) de l'alliage 6	83
Figure 60 : Comparaison des microstructures de l'alliage (a) 1 et (b) 4	84
Figure 61 : Composés riches en Cu dans les alliages (a) 4 et (b) 7	84
Figure 62 : Microstructures des alliages (a) 1, (b) 4, (c) 2 et (d) 3	85
Figure 63 : Analyse MEB des phases AlCuMgSi observées dans l'alliage 3.....	85
Figure 64 : Section transversale du diagramme de phase d'équilibre des alliages Al-Si-Cu-Mg avec 9% de Si, 3,5% de Cu, 0,1% de Fe et 0,5% de Mn calculé par le logiciel Pandat [15]	86
Figure 65: Influence de la température de coulée sur la dureté à la pression sur le métal de (a) 1275 bar (b) 875 bar.....	91
Figure 66 : Influence de la température de coulée sur Rp0,2 à la pression sur le métal de (a) 1275 bar (b) 875 bar.....	92
Figure 67 : Influence de la température de coulée sur Rm pour une pression sur le métal de (a) 1275 bar (b) 875 bar pour chacune des zones Z1, Z2 et Z4	93
Figure 68 : Influence de la température de coulée sur A% pour une pression sur le métal de (a) 1275 bar (b) 875 bar pour chacune des zones Z1, Z2 et Z4	95
Figure 69 : Pourcentage de porosité surfacique en fonction de la température de coulée (a) à 1275 bar, (b) à 875 bar.....	96
Figure 70 : Images microscopiques des alliages B, E et C avant attaque chimique	97
Figure 71 : Micrographies des échantillons de l'alliage B injectés à (a) 680°C/1275 bar; (b) 630°C/1275 bar ; (c) 680°C/875 bar ; (d) 630°C/875 bar.	98
Figure 72 : Micrographies des échantillons de l'alliage E injectés à (a) 680°C/1275 bar; (b) 630°C/1275 bar ; (c) 680°C/875 bar ; (d) 630°C/875 bar.	99
Figure 73 : Micrographies des échantillons de l'alliage C injectés à (a) 680°C/1275 bar; (b) 630°C/1275 bar ; (c) 680°C/875 bar ; (d) 630°C/875 bar.	100
Figure 74 : Micrographies de l'eutectique (a) fibreux, (b) à plaquettes.....	101
Figure 75 : Composés intermétalliques détectés dans l'alliage B	102
Figure 76 : Cartes EDS des éléments Al, Fe, Si et Mn d'un échantillon de l'alliage B à 630°C/1275 bar	103
Figure 77 : Composés intermétalliques détectés dans l'alliage E	104
Figure 78 : Composés intermétalliques détectés dans l'alliage C	105
Figure 79 : Cartes EDS des éléments Al, Fe, Si et Mn d'un échantillon de l'alliage C à 630°C/875 bar	105
Figure 80 : petits composés riches en Cu et en fer observés dans les alliages B, E et C.....	106
Figure 81 : Micrographies optiques des zones Z1, Z2 et Z4 de l'alliage 3	109

Figure 82 : Approximation du module thermique sous ProCast	110
Figure 83 : Pourcentage de contribution des facteurs influents dans la variation de la dureté	114
Figure 84 : Incertitude sur modèle de dureté par rapport aux facteurs influents : (a) Si, (b) Mg, (c) Cu, (d) P ...	115
Figure 85 : Pourcentage de contribution des facteurs influents dans la variation de Rp0,2	120
Figure 86 : Pourcentage de contribution des facteurs influents dans la variation de Rm	121
Figure 87 : Pourcentage de contribution des facteurs influents dans la variation d'A%	123
Figure 88 : Incertitude sur modèle de Rp0,2 par rapport aux facteurs influents : (a) Si, (b) Cu, (c) Mg, (d) T	125
Figure 89 : Incertitude sur modèle de Rm par rapport aux facteurs influents : (a) Si, (b) Cu, (c) Mg, (d) T	126
Figure 90 : Incertitude sur modèle de A% par rapport aux facteurs influents : (a) Si, (b) Cu, (c) Mg.....	127
Figure 91 : Composés riches en Cu à basse pression	129
Figure 92 : variation de Rm et de la porosité pour les trois alliages B, E et C et en fonction des paramètres procédé (température et pression)	133
Figure 93 : Méthodologie de construction de l'outil de re-conception produit	140
Figure 94: Cartographie de la dureté (HBw) de l'alliage 3.....	142
Figure 95: Cartographie de la limite élastique(MPa) de l'alliage 3	143
Figure 96 : Cartographie de la résistance à la traction (MPa) de l'alliage 3.....	143
Figure 97 : Exemple de surface de réponse de la résistance à la traction	145
Figure 98 : Interface de calcul des valeurs min et max de Rm en fonction des plages de variation des paramètres d'entrée.....	146

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Composition chimique des alliages d'aluminium coulés sous pression par Renault et ses alliances ...	6
Tableau 2 : Réactions produites pendant la solidification de l'alliage Eu380 [5].	8
Tableau 3: Composition chimique des alliages analysés [29]	14
Tableau 4 : Modèles empiriques pour les deux techniques du MPE	30
Tableau 5: Tableau d'analyse de variance de screening [63]	35
Tableau 6: Tableau d'analyse de la variance sur modèle - Cas général	39
Tableau 7: Plan de Rechtschaffner pour trois facteurs à trois niveaux	43
Tableau 8: Liste des alliages du plan d'expériences	44
Tableau 9 : Plan d'essais simple avec interactions	45
Tableau 10 : Plan d'essais Matériau-Procédé	45
Tableau 11 : Paramètres procédé mesurés du plan « Matériau »	49
Tableau 12 : Paramètres procédé mesurés du deuxième plan « matériau/procédé »	49
Tableau 13 : Résultats des essais croisés	52
Tableau 14: Composition chimique mesurée en éléments Si, Cu et Mg pour les 11 alliages étudiés (% massique)	58
Tableau 15: Alliages à comparer pour l'étude de l'influence des trois éléments d'alliage (Si, Cu et Mg)	59
Tableau 16 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z4 par rapport à Rm	67
Tableau 17 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z4 par rapport à A%	69
Tableau 18 : Paramètres matériau/procédé	90
Tableau 19 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z4 par rapport à Rm	92
Tableau 20 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z4 par rapport à A%	94
Tableau 21 : Composés intermétalliques observés dans les alliages B, E et C	101
Tableau 22 : Composition chimique des phases riche en fer α et β et des composés riches en Cu Al_2Cu	103
Tableau 23 : Facteurs influents les propriétés mécaniques	111
Tableau 24 : Test de comparaison des populations des 11 alliages sur le module d'Young	111
Tableau 25 : Analyse de la variance (1 ^{ère} itération) de la dureté ($R^2=0,99$ et $Q^2=0,98$)	112
Tableau 26 : Analyse de la variance (dernière itération) de la dureté	113
Tableau 27 : Analyse de la variance (1 ^{ère} itération du screening) de $Rp0,2$ ($R^2=0,97$ et $Q^2=0,81$)	116
Tableau 28 : Analyse de la variance (dernière itération) de $Rp0,2$	117
Tableau 29: Analyse de la variance (1 ^{ère} itération) de Rm ($R^2=0,96$ et $Q^2=0,83$)	118
Tableau 30 : Analyse de la variance (dernière itération) de Rm	118
Tableau 31 : Analyse de la variance (1 ^{ère} itération du Screening) de A% ($R^2=0,9$ et $Q^2=0,57$)	119
Tableau 32 : Analyse de la variance (dernière itération) d'A%	119
Tableau 33 : Synthèse des contributions des paramètres influents dans la variation des réponses	128
Tableau 34 : Synthèse des contributions des paramètres influents dans la variation des réponses, expliquées (en vert), non expliquées (en rouge)	132
Tableau 35 : Paramètres procédé utilisés dans la simulation sous ProCast	142

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS.....	i
LISTE DES FIGURES	ii
LISTE DES TABLEAUX.....	v
TABLE DES MATIERES	vi
INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	4
I. Introduction.....	4
II. Alliages d'aluminium de fonderie sous pression	5
1. Alliages d'aluminium Al-Si-Cu.....	5
2. Caractéristiques microstructurales des alliages Al-Si-Cu.....	8
3. Imperfections de fonderie	11
4. Influence des éléments d'alliages sur les propriétés des alliages Al-Si-Cu	12
III. Etat de l'art de la fonderie sous pression	17
1. Historique.....	17
2. Description du procédé	18
3. Paramètres du procédé	20
IV. Les plans d'expériences en procédé de fabrication.....	25
1. Formalisation du problème	27
2. Analyse de la variance	31
V. Conclusion	41
CHAPITRE II : PROCEDURES EXPERIMENTALES	42
I. Introduction.....	42
II. Plan d'expériences	42
1. Plan «Matériau ».....	42
2. Plan « Matériau-Procédé ».....	44
III. Protocole de la coulée HPDC.....	46
1. Préparation du métal	46
2. Coulée des pièces.....	46
IV. Techniques de caractérisation	50
1. Préparation métallographique	50
2. Caractérisation de la microstructure	50
3. Essais mécaniques.....	50
4. Mesure de la porosité	55
V. Conclusion	57
CHAPITRE III : CARACTERISATION DE LA VARIABILITE MATERIAU	58

I.	Introduction.....	58
II.	Caractéristiques mécaniques des alliages	60
1.	Module d'Young.....	60
2.	Dureté Brinell.....	60
3.	Propriétés de traction	62
4.	Conclusions.....	69
III.	Analyse de la porosité.....	70
1.	Porosité volumique	71
2.	Porosité surfacique.....	72
3.	Influence de la porosité sur les caractéristiques de traction	74
4.	Conclusions.....	79
IV.	Caractérisation de la microstructure	81
1.	Effet du silicium.....	81
2.	Effet du cuivre.....	84
3.	Effet du magnésium	84
4.	Conclusions.....	87
V.	Conclusion	88
	CHAPITRE IV : CARACTERISATION DE LA VARIABILITE MATERIAU/ PROCÉDÉ ET ANALYSE STATISTIQUE	89
I.	Introduction.....	89
II.	Effet du couplage matériau/procédé sur les alliages Al-Si-Cu en fonderie sous pression.....	89
1.	Caractérisation mécanique des alliages.....	90
2.	Porosité	96
3.	Caractérisation microstructurale	98
III.	Analyse statistique des caractéristiques mécaniques	107
1.	Paramètres Matériau/ Procédé/Produit.....	107
2.	Analyse de la variance	111
3.	Bilan.....	127
IV.	Conclusion	134
	CHAPITRE V : OUTIL STATISTIQUE DE RE-CONCEPTION PRODUIT	135
I.	Introduction.....	135
II.	Cadre méthodologique	136
1.	Besoin de re-conception.....	136
2.	Paramètres d'entrée et leurs plages de variation / Réponses.....	137
3.	Choix du type de plan et de modèle.....	137
4.	Technique de screening.....	138
5.	Méthode de surface de réponse.....	139
6.	Modèle à régression polynomiale	139
III.	Outil statistique de re-conception produit.....	140
1.	Cartographies des caractéristiques mécaniques	141

2. Estimation des caractéristiques mécaniques par des surfaces de réponses	144
3. Outil de re-conception sous VBA	145
4. Conclusion	147
CHAPITRE VI : CONCLUSION ET PERSPECTIVES	148
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	151
ANNEXES	158

INTRODUCTION GENERALE

Contexte industriel de l'étude

Le secteur automobile actuel est soumis à une pression économique importante dans un contexte concurrentiel international très fort. Pour répondre à cet état de fait, les entreprises sont contraintes d'innover et de développer leurs produits dans des délais et des coûts de plus en plus réduits. Chaque entreprise essaie d'améliorer le cycle d'élaboration des produits et/ou du procédé depuis l'idée jusqu'à l'industrialisation et la mise en vente sur le marché. Fabriquer un produit déjà existant, en changeant son matériau et/ou son processus de fabrication a pour objectif l'amélioration des performances de ce dernier ou la minimisation des coûts. La tendance industrielle actuelle cherche les systèmes les plus légers, les plus rigides avec un coût minimal.

Le travail présenté dans ce document s'inscrit dans le cadre de la re-conception de pièces automobiles moulées en fonderie sous pression lors d'un changement des paramètres Matériau et/ou Procédé. Comme pour les autres industries, le développement de produits pour la fonderie sous pression doit répondre au triptyque : augmentation de la productivité/ baisse des coûts/ maîtrise de la qualité. L'atteinte de ce triple objectif passe par la maîtrise technique du procédé de fabrication de la pièce, de la conception jusqu'à la mise en place de prototypes.

La fonderie sous pression est une technologie de fonderie dédiée aux alliages non ferreux (aluminium, zinc, magnésium, etc...) qui consiste à injecter l'alliage à grande vitesse (jusqu'à 80 m/s) dans un moule en acier et à appliquer une très forte pression pendant toute la durée de la solidification. Ce procédé a connu un développement remarquable dans l'industrie automobile, où son emploi a plus que doublé dans les trente dernières années en raison de la recherche d'allègement et d'économie de carburant.

Les applications des alliages d'aluminium Al-Si-Cu coulés en fonderie sous pression dans l'industrie automobile pour le développement de structures légères ont augmenté considérablement pendant les dernières décennies. Ceci est dû à la forte exigence de la réduction de la consommation d'énergie lors de l'utilisation d'un véhicule. Un autre avantage qui est aussi important d'un point de vue environnemental est que les composants fabriqués en alliages secondaires peuvent être recyclés à un coût relativement bas, ce qui rend ces alliages attractifs aussi pour la réduction de la consommation de l'énergie pendant la phase de fabrication. Les propriétés mécaniques de ces alliages de fonderie dépendent fortement des conditions du procédé mais également de la composition chimique et des paramètres microstructuraux du matériau. Par ailleurs, de nombreux défauts peuvent apparaître au cours du procédé de moulage des pièces et ces imperfections diminuent de manière significative les

caractéristiques mécaniques. Les critères de rentabilité imposent donc de pouvoir appréhender et quantifier le niveau d'imperfections internes et externes dans les pièces. Ils exigent aussi de comprendre et prédire leur impact sur le comportement et la tenue des pièces mécaniques. D'où l'importance de déterminer l'influence des paramètres matériau/procédé sur le comportement des pièces automobiles en alliages d'aluminium.

Position du problème

Du fait de l'expansion mondiale, Renault a fait le choix de fabriquer ses véhicules ainsi que ses composants au plus près du client final. Les pièces produites sont approvisionnées en fonction des matériaux et des paramètres procédés locaux. Le principal intérêt pour Renault de cette délocalisation est la réduction des coûts d'achat et de développement des produits par une maximisation du profit lié à l'intégration locale en production tout en minimisant les coûts et les délais de développement des produits. Or, les conceptions de pièces automobiles sont aujourd'hui de type déterministe et sont réalisées sur la base des matériaux et procédés européens. La duplication du schéma européen de ces couples matériau / procédé n'est pas forcément adaptée à des marchés tels que l'Inde, la Chine, la Russie, etc. Imposer les standards européens implique un surcoût. En effet, l'approvisionnement en matières premières européennes entraîne un surcoût matière et suppose de faire évoluer la technologie du procédé local, ce qui est également un choix onéreux.

Il est donc important de pouvoir adapter les conceptions des pièces de fonderie sous pression rapidement et à moindre coût en prenant en compte les contraintes matériau/procédé locales. En effet, les variations des propriétés des matériaux d'une pièce à l'autre sont essentiellement dues aux variations de la composition chimique du matériau et aux variations du procédé de fabrication. Ces dernières peuvent entraîner des disparités de la porosité du matériau en fonction de l'hétérogénéité géométrique de la pièce, et une dispersion de ses propriétés mécaniques (module d'Young, contrainte à la rupture, masse volumique, etc.).

Méthodologie générale

La présente étude se propose donc de traiter le triplet Matériau / Procédé / Produit dans le but d'identifier le rôle joué par la variabilité des paramètres procédé et de la composition chimique des alliages Al-Si sur le comportement mécanique du produit, notamment en lien avec la microstructure et les caractéristiques (distribution, taille, type, etc...) des imperfections (retassures, gazages, etc...). Afin de maîtriser cette variabilité matière en liaison avec une robustesse procédé optimale, des approches probabilistes sont utilisées dans la prédiction des interactions du triptyque Matériau/ Procédé/ Produit.

Les travaux de cette thèse sont scindés en plusieurs parties :

- Le premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique portant sur :
 - L'état de l'art actualisé des alliages aluminium Al-Si-Cu et de la fonderie sous pression.
 - L'analyse du savoir-faire métier de Renault en fonction des sites de production cibles. Cette partie du travail conduira à une synthèse permettant de cartographier le spectre iso-produit des spécifications matériau/procédé en fabrication locale.
 - Les méthodes et les outils d'analyse prédictive de la variabilité Matériau/Procédé en fonderie sous pression ainsi que les paramètres d'influence majeure sur cette analyse.
- Le deuxième chapitre se focalise sur les protocoles expérimentaux utilisés. Une première partie de ce chapitre présente les plans d'expériences construits pour mieux organiser les essais mécaniques et bien analyser ces derniers. Ensuite, la procédure réalisée pour la coulée des pièces est décrite dans une deuxième partie. Enfin, les techniques expérimentales utilisées sont détaillées
- Le troisième chapitre aborde l'influence de la variabilité des éléments d'alliage (Si, Cu, Mg) indépendamment du procédé sur les propriétés mécaniques des pièces automobiles en alliages d'aluminium Al-Si-Cu.
- La première partie du quatrième chapitre caractérise la variabilité du couplage Matériau/Procédé tandis que sa deuxième partie se focalise sur l'étude statistique par analyse de la variance des contributions des paramètres influents dans les variations des propriétés testées.
- Le dernier et cinquième chapitre présente l'outil statistique de re-conception produit.

CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Introduction

Pour répondre aux objectifs de la thèse qui consistent principalement à développer un outil statistique permettant d'estimer les propriétés mécaniques du produit en fonction des variabilités des couples matériau/ procédé de fabrication. Le travail présenté dans ce chapitre constitue une synthèse bibliographique de l'ensemble des éléments qui interagissent dans l'étude du triptyque Matériau/Procédé/produit. Cette synthèse a pour but de mieux appréhender les différents points fondamentaux du travail de la thèse qui passent par :

- Une étude métallurgique de la famille des alliages d'aluminium Al-Si-Cu moulés en fonderie sous pression. Cette étude va permettre de mieux comprendre les mécanismes physiques qui se produisent à l'échelle microscopique du matériau en fonction de la variabilité de sa composition chimique. Elle permet aussi de s'initier à l'influence des éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si-Cu telles que les caractéristiques de traction ;
- Une présentation du procédé de fonderie sous pression et de ses paramètres influents ;
- Une introduction aux méthodes d'analyse statistique utilisées dans la prédiction des interactions du triptyque Matériau-Procédé-Produit afin de maîtriser la variabilité matière en liaison avec une robustesse procédé optimale. Ces méthodes vont permettre d'identifier et de quantifier l'effet de la variabilité Matériau-Procédé-Produit sur les propriétés de pièces automobiles.

II. Alliages d'aluminium de fonderie sous pression

L'aluminium est l'élément métallique le plus abondant et le troisième constituant de l'écorce terrestre après l'oxygène et le silicium. Il n'est jamais retrouvé sous forme de métal, très réactif, il est toujours combiné à d'autres éléments sous forme de sels et d'oxydes.

L'aluminium non allié, extrait généralement de la bauxite, ne présente que peu d'intérêt industriel à cause de ses faibles propriétés mécaniques. C'est un matériau extrêmement ductile (l'allongement à la rupture (A%) peut atteindre 70 % pour l'aluminium pur à 99,99%) et sa résistance mécanique est très médiocre. Cependant, l'intérêt provoqué par sa légèreté, ses bonnes conductivités thermique et électrique et sa bonne résistance à la corrosion a conduit les métallurgistes à développer des alliages à base d'aluminium plus résistants. Ces alliages sont destinés à être transformés par des techniques de fonderie. Ils constituent plusieurs familles dont la composition est un compromis entre les propriétés de mise en forme (coulabilité, retrait volumique...) et les propriétés d'usage de la pièce (résistance mécanique, aspect de surface, résistance à la corrosion...) [1].

Les alliages de fonderie sont obtenus à partir de deux types de matière première :

- Aluminium pur provenant directement des cuves d'électrolyse auquel sont ajoutés les éléments constitutifs de l'alliage. Ce sont les alliages dits de première fusion;
- Déchets et rebuts récupérés, assortis et purifiés. Ce sont les alliages dits de deuxième fusion ou secondaires. Ils assurent actuellement environ 60% de la production totale des pièces de fonderie.

L'ensemble des alliages d'aluminium de fonderie se divise en quatre familles, qui sont fonction des éléments d'addition. La famille prédominante est celle des Al-Si, ceci en raison des excellentes propriétés de fonderie que confère le silicium aux alliages d'aluminium. Leurs teneurs en Si varient de 5 à 20 %. La très grande majorité de ces alliages présente une composition eutectique ou hypo-eutectique. Le système aluminium-silicium forme un eutectique pour une teneur en Si de 12,6% en masse [2].

1. Alliages d'aluminium Al-Si-Cu

L'alliage d'aluminium le plus utilisé par RENAULT en Europe pour des pièces automobiles moulées sous pression est l'AlSi9Cu3(Fe). Le choix de cette famille d'alliage est justifié par le bon rapport résistance mécanique/poids, l'excellente coulabilité, la bonne résistance à la corrosion et la possibilité de recyclage [3]. Il a été décidé de collecter les données sur les alliages appartenant à cette famille à partir des statistiques de production des différents sites de fabrication de Renault et de ses alliances (figure 1).

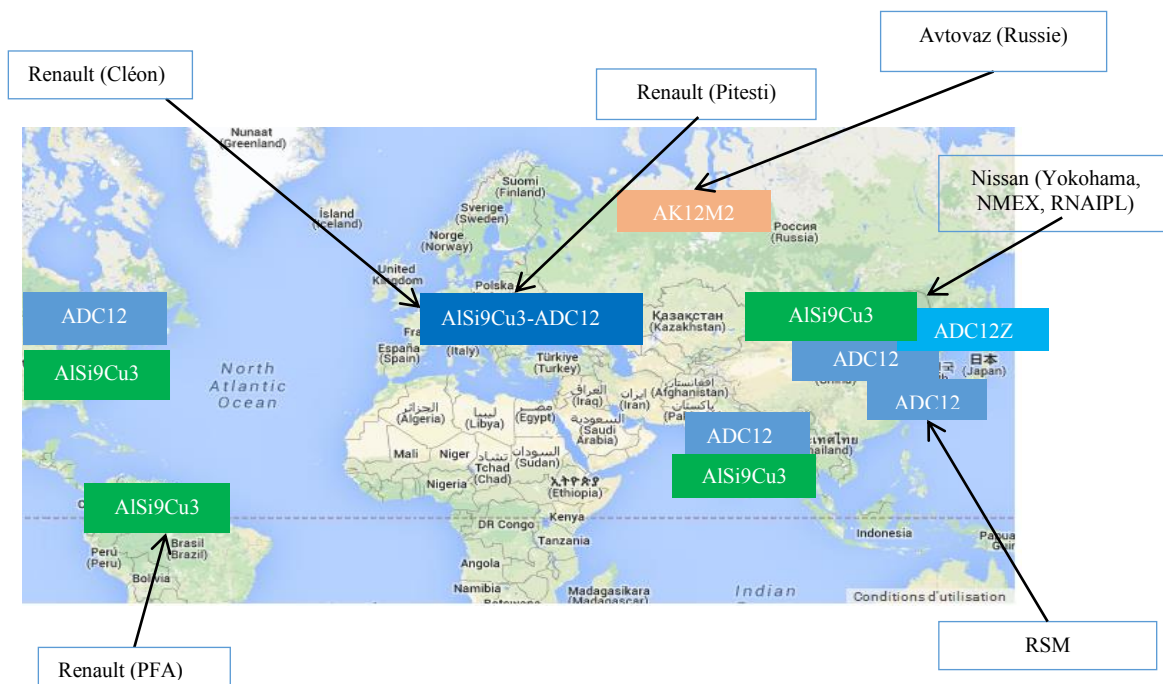


Figure 1 : Cartographie mondiale des nuances Al-Si-Cu utilisées en HPDC (Renault et/ou alliances)

Les nuances équivalentes à l'AlSi9Cu3 utilisées par Renault et/ou ses alliances dans le monde sont les suivantes :

- Alliage commun AlSi9Cu3-ADC12 suivant norme RSA 024020 (Europe : France, Roumanie).
- AlSi9Cu3 (A380) et ADC12 (383) suivant ASTM (Amérique du Nord).
- AlSi9Cu3 RSA 024020/EN 1706 ou (A380) ASTM (Amérique du Sud).
- ADC12 et ADC12Z suivant JIS H 5302/NES M3036 (Asie : Japon, Inde, Chine et Corée).
- AK12M2 suivant GHOST 1583-93 (Asie : Russie).

Usine	Alliage	Norme	Composition chimique (%massique)								
			Si	Cu	Mg	Zn	Fe	Mn	Ni	Pb	Sn
RENAULT	ADC12-	RSA 02 40 20	9,6 -	2,7 -	0,18-	<	0,6 -	<	<	-	<
	AlSi9Cu3		11	3,5	0,34	1	1,1	0,5	0,5	0,3	
NISSAN	ADC12Z	NES M3036	9,6-	1,5-	0,2-	≡	0,6-	≡	≡	-	≡
			12	3,5	0,34	3	1,1	0,5	0,5	-	0,5
AVTOVAZ	AK12M2	Ghost 1593	11 -	1,8 -	<	<	0,6-	<	<	<	<
			13	2,5	0,15	0,8	1	0,5	0,3	0,15	0,1
RSM	ADC12	JIS H 5302	9.6 -	1,5 -	0,1 -	<	<	<	<	-	<
			12	3,5	0,3	1	0,9	0,5	0,5	-	0,3

Tableau 1 : Composition chimique des alliages d'aluminium coulés sous pression par Renault et ses alliances

Les données collectées concernent principalement les alliages Al-Si-Cu (AlSi9Cu3 et ses équivalents) utilisés dans le monde par RENAULT et/ou ses alliances. Le tableau 1 présente les plages de variation normalisées de ces alliages.

Le silicium, le cuivre et le magnésium sont les éléments principaux des alliages étudiés. Leurs limites de variation présentent des différences entre les sites de production. Le pourcentage massique du silicium par exemple varie entre 9,6% à 11% dans l'alliage Renault. Mais Avtovaz utilise un intervalle allant de 11% à 13%. Le magnésium aussi présente une grande variation entre Renault (0,18% à 0,4%) et Avtovaz (<0,15%), voir figure 2.

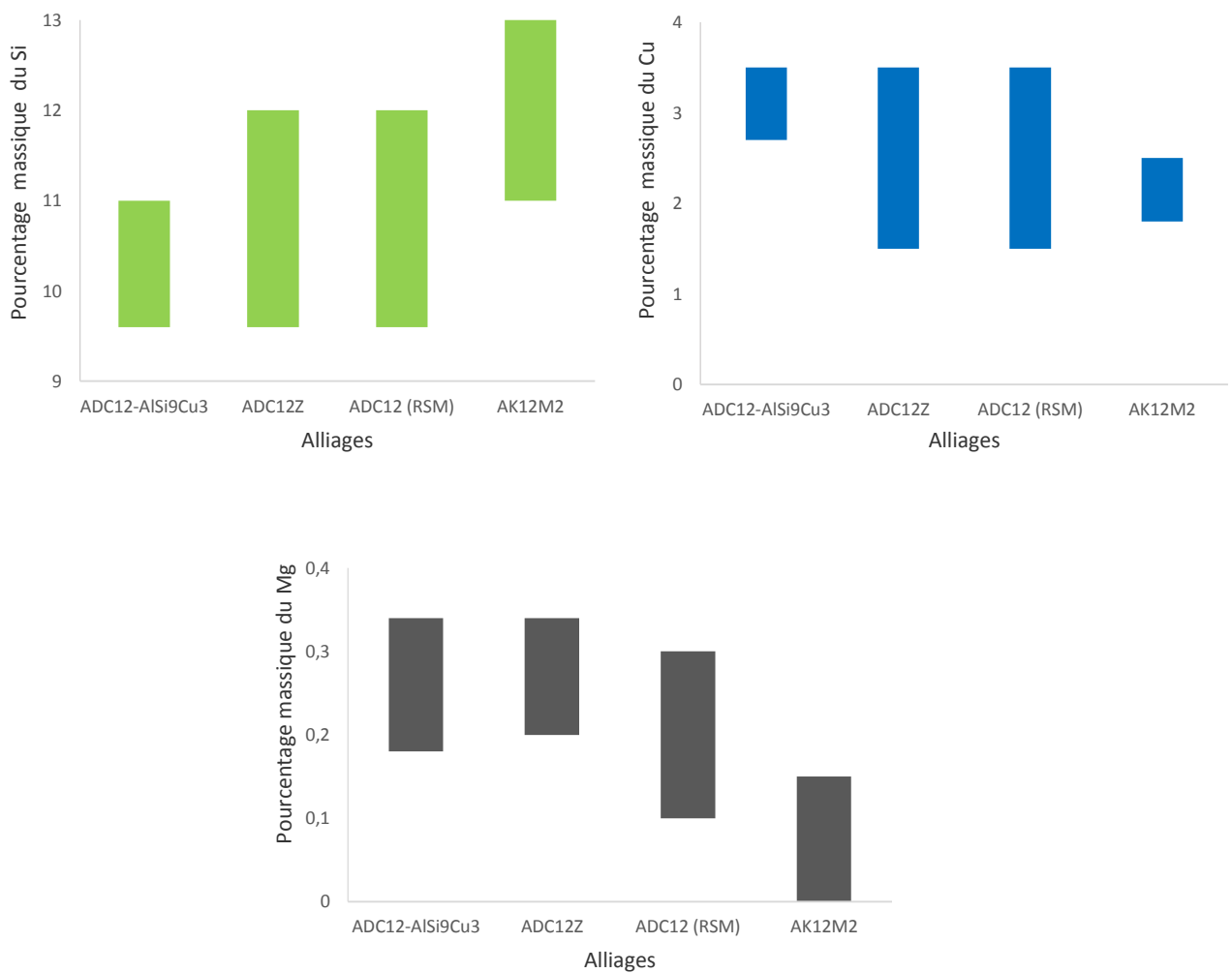


Figure 2 : Variabilités des éléments principaux Si, Cu et Mg des alliages d'aluminium sous pression

2. Caractéristiques microstructurales des alliages Al-Si-Cu

2.1 Microstructure type

La microstructure des alliages Al-Si-Cu équivalents à l'alliage AlSi9Cu3 (Fe) se compose de (figure 3) :

- Phases dendritiques primaires α -Al
- Phases inter-dendritiques eutectiques Al-Si
- Composés intermétalliques riches en fer (α -Al_x(Fe, Mn)_ySi_z, etc) et/ou riches en Cu (θ -Al₂Cu, etc.)

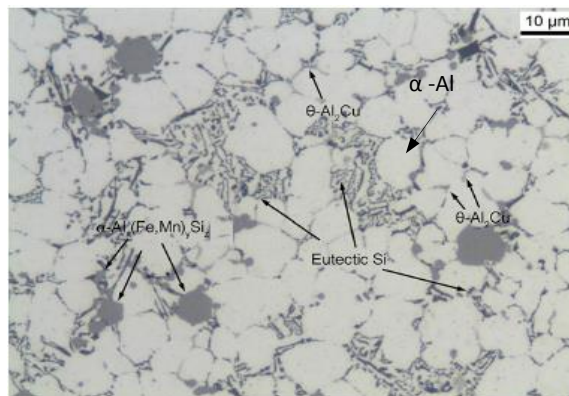


Figure 3 : Microstructure de l'alliage AlSi9Cu3 coulé en sous pression [4]

Bäckerüd [5] a étudié la solidification des alliages Al-Si-Cu-Mg-Fe-Mn. Selon cet auteur, les réactions qui se produisent pendant la solidification de l'alliage Eu380 (AlSi9Cu3) avec une vitesse de refroidissement de 5°C/s sont données dans le tableau 2 :

N° de la réaction	Réactions	Température (°C)
1	Développement d'un réseau de dendrites	576-575
2	Précipitation des phases riches en fer : $\text{Liq} \rightarrow \text{Al} + \alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe, Mn})_3\text{Si}_2 + \beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$	564
3	Réaction eutectique: $\text{Liq} \rightarrow \text{Al} + \text{Si} + \text{Al}_5\text{FeSi}$	558-552
4	Précipitation des phases Mg ₂ Si $\text{Liq} \rightarrow \text{Al} + \text{Mg}_2\text{Si} + \text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$	552-491
5	Précipitation des phases Al ₂ Cu : $\text{Liq} \rightarrow \text{Al} + \text{Al}_2\text{Cu} + \text{Si} + \text{Al}_5\text{FeSi}$	491-483
6	Formation des composés Al ₂ Cu et Al ₈ Mg ₃ FeSi ₆ : $\text{Liq} \rightarrow \text{Al} + \text{Al}_2\text{Cu} + \text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$	479-465

Tableau 2 : Réactions produites pendant la solidification de l'alliage Eu380 [5].

2.2 Composés intermétalliques

Les composés intermétalliques sont riches en fer ou riches en cuivre. Parmi les composés intermétalliques riches en fer, les plus importants sont : α -AlFeMnSi et β -AlFeSi. Pratt et al. [6] ont reporté que les phases α -AlFeMnSi apparaissent le plus souvent sous une forme d'écritures chinoises ou d'hexagone avec la stœchiométrie α -Al₁₅(Fe, Mn)₃Si₂ alors que les phases β -AlFeSi ont une forme d'aiguilles avec la stœchiométrie β -Al₅FeSi. La quantité, la forme et les dimensions de ces composés riches en fer dépendent des conditions de refroidissement et de la composition chimique, plus particulièrement du taux de fer et du silicium dans la coulée.

Les phases β -Al₅FeSi primaires ont un effet fragilisant sur le matériau. Elles se développent sous forme de plaquettes/aiguilles grossières (figure 4) et génèrent dans la microstructure de l'alliage des zones de concentration de contraintes qui fragilisent le matériau. En plus de cet effet, ces aiguilles riches en fer se forment tôt dans le processus de solidification et ont tendance à empêcher l'écoulement du métal liquide à travers les canaux d'alimentation des zones inter-dendritiques et provoquent la formation de porosités [7]. Eklund [8] a rapporté que ces composés intermétalliques apparaissent fréquemment en contact avec des cavités de retrait. En effet, ces composés favorisent la formation des porosités de retrait en bloquant les canaux d'alimentation des alliages hypo-eutectiques aluminium-silicium.

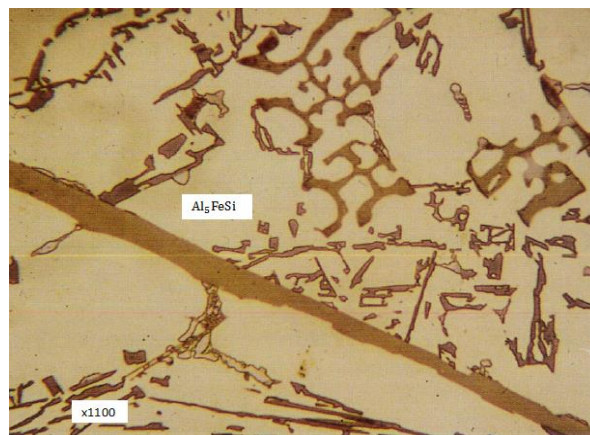


Figure 4 : Microstructure de l'alliage Eu380 montrant les composés intermétalliques Al₅FeSi [5]

Timelli et al. [9] ont observé que la taille et la quantité des composés riches en fer sont fortement influencées par la vitesse de solidification et par les éléments d'addition dans l'alliage AlSi9Cu3 (Fe). Ces éléments peuvent changer la morphologie des phases intermétalliques. Mondolfo [10] et Ferraro et al. [11] ont indiqué que le manganèse et le chrome sont en mesure de changer la morphologie des intermétalliques riches en fer et de les transformer de plaquettes en cubes ou même en globules appelés 'sludge'. En effet, ces éléments chimiques (Mn, Cr) favorisent la précipitation des phases α , qui sont moins nocives que les phases β -AlFeSi. Samuel et al. [12] ont également observé que l'addition de 0,35% de Mg à un alliage A319 favorise la précipitation des phases α -Al₁₅(Fe, Mn)₃Si₂ à la place des phases β -Al₅FeSi. Par ailleurs, Sivarupan [13] a observé que pour une vitesse de

refroidissement supérieure à 1°C/s, l'augmentation de la teneur en Si (4,5% → 11%) diminue la taille des aiguilles β -AlFeSi et augmente leur nombre (figure 5) ; Il a aussi remarqué que le Cu a un effet similaire au Mn et au Cr sur la morphologie des phases intermétalliques riches en fer.

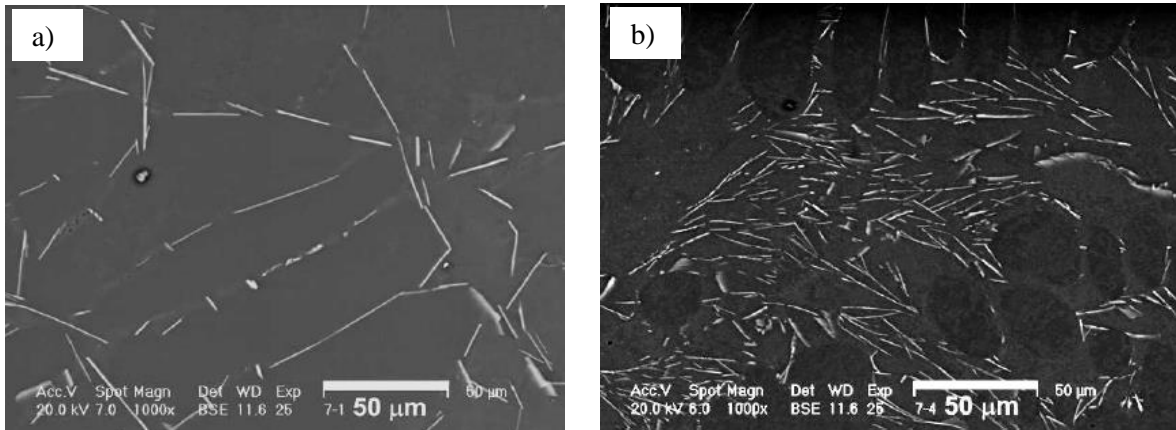


Figure 5 : Image électroniques d'échantillons d'alliages Al-Si : a) à 4,5% de Si ; b) à 11% de Si [13]

Plusieurs travaux [14-17] ont reporté que la précipitation des phases riches en cuivre Al_2Cu et des phases riches en magnésium Mg_2Si augmente la résistance de l'alliage. La quantité de ces phases varie en fonction des teneurs en Cu et en Mg. Mohamed et al. [17] ont observé que les phases Al_2Cu sont juxtaposées aux composés riches en fer β -Fe (figure 6), précisant que les phases intermétalliques β -AlFeSi agissent comme des sites de nucléation des composés riches en Cu en présence du Cu.

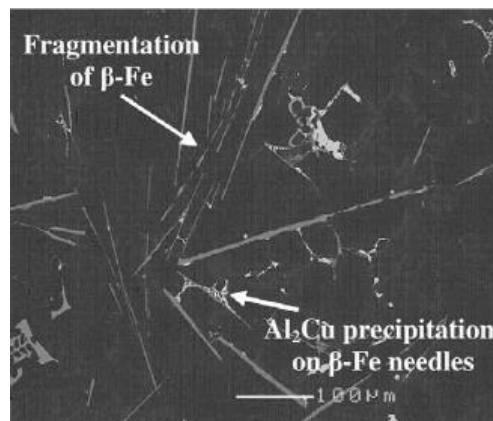


Figure 6 : Précipitation de composés intermétalliques Al_2Cu dans l'alliage AlSi10,8Cu2 sur les aiguilles de β -AlFeSi [17]

3. Imperfections de fonderie

La porosité est l'un des défauts majeurs des alliages de fonderie, essentiellement causée par les turbulences pendant la fusion du métal et par le gaz dissout dans ce dernier. Outre d'affecter la finition de la surface, les porosités altèrent les propriétés mécaniques en créant des zones de concentration de contraintes.

La formation de la porosité pendant la phase de solidification du métal peut être attribuée principalement à trois facteurs : les turbulences du métal pendant la fusion, le retrait, résultat de la contraction volumique qui accompagne la solidification, et l'inclusion de gaz, due à la diminution de la solubilité de ces gaz dans la phase solide. Ces trois facteurs peuvent se manifester séparément ou simultanément.

Plusieurs travaux théoriques ainsi que diverses études expérimentales ont étudié le phénomène de la porosité. Différents types de porosité ont été observés, les principaux sont les retassures qui se caractérisent par une forme irrégulière à travers laquelle les dendrites sont visibles (figure 7. (a)) et les soufflures sous forme de bulles (figure 7. (b)) [18]. Des mécanismes de formation de ces défauts et des modèles de leurs développements ont été suggérés [19-21].

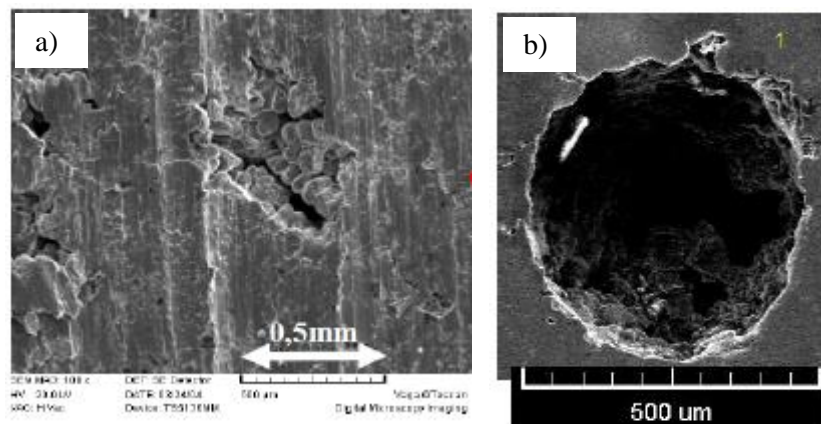


Figure 7: Micrographies MEB, (a) retassure et (b) soufflure [18]

La formation de la porosité dans les alliages Al-Si-Cu ne dépend pas que des paramètres procédé mais aussi de la composition chimique de l'alliage et de la géométrie de la pièce coulée. Selon Shabestari et al. [22], la porosité augmente avec l'augmentation de la teneur en cuivre (figure 8). Deux mécanismes peuvent expliquer cette observation [23] : tout d'abord, le cuivre provoque la réaction eutectique ternaire à environ 525°C, la teneur en cuivre dans l'alliage fondu étant élevée, ceci augmente le retrait volumétrique durant la solidification. Deuxièmement, le coefficient d'activité de l'hydrogène diminue avec l'augmentation de la teneur en cuivre ce qui diminue la solubilité de l'hydrogène, Par conséquent, la porosité se forme rapidement pendant la solidification des alliages contenant du cuivre.

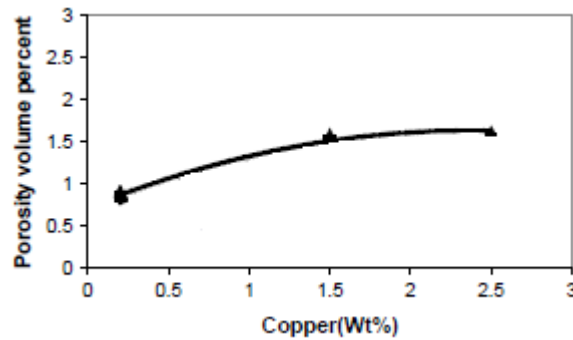


Figure 8: Variation du pourcentage volumique de porosité en fonction de la teneur en Cu [22]

4. Influence des éléments d'alliages sur les propriétés des alliages Al-Si-Cu

Les applications des alliages d'aluminium Al-Si-Cu dans l'industrie automobile pour le développement de structures légères ont augmenté considérablement pendant les dernières décennies. Ceci est dû à la forte exigence de la réduction de la consommation d'énergie lors de l'utilisation d'un véhicule. Un autre avantage qui est aussi important d'un point de vue environnemental est que les composants fabriqués en alliages secondaires peuvent être recyclés à un coût relativement bas, ce qui rend ces alliages attractifs également pour la réduction de la consommation de l'énergie pendant la phase de fabrication.

Un des principaux inconvénients des alliages secondaires Al-Si-Cu, c'est qu'ils peuvent contenir des impuretés indésirables et avoir un pourcentage massique bas des éléments chimiques désirés.

La connaissance de l'effet de la composition chimique sur les caractéristiques mécaniques préoccupe toujours les fondeurs et les chercheurs. Plusieurs études ont été menées pour déterminer l'influence des éléments d'alliage et des impuretés en moulage sous pression. Les deux éléments chimiques les plus étudiés sont le fer et le magnésium. Des quantités excessives du premier affectent négativement les propriétés mécaniques [7] tandis qu'un excès du dernier améliore la résistance de l'alliage mais réduit simultanément sa ductilité [15] :

- Le fer est à la fois un élément bénéfique et pénalisant pour les alliages de fonderie : un certain taux de cet élément est exigé pour éviter le collage du métal sur le moule, mais il favorise la formation de composés intermétalliques ayant un effet négatif sur les caractéristiques mécaniques (comme R_m). Les fondeurs préconisent un pourcentage massique de fer entre 0,8 et 1,1% dans les alliages de fonderie [7].
- Une étude de l'effet du pourcentage massique du magnésium (0,1-0,6%) sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si à 7% de Si, fabriqués par des techniques de fonderie en moule permanent, a été réalisée par Harris et al. [24]. Les résultats ont prouvé qu'un pourcentage massique de magnésium supérieur à 0,3% augmente considérablement la limite d'élasticité et la résistance à la traction. Des résultats similaires ont été trouvés par Ghate et al. [25] et Vorren et al. [26] pour des alliages Al-Si à 12% de Si. Alors que l'étude de l'influence du taux de magnésium (0,07-0,54%) sur la résistance mécanique de l'alliage 319 (avec un

pourcentage massique de Si entre 5,5 et 6,5%) réalisée par DasGupta et al. [27] a montré que l'augmentation du niveau du magnésium jusqu'à 0,6% a un effet négligeable sur la dureté et la résistance à la traction.

Dunn et Dickert [28] ont analysé l'effet de la teneur en magnésium (0,1 ; 0,35 et 0,55%) sur la résistance des alliages A380 et A383 en fonderie sous pression. La présence du magnésium a augmenté la résistance à la traction, la limite élastique et la dureté. Par ailleurs, l'allongement a diminué en ajoutant du magnésium. La teneur minimale acceptable du magnésium selon cette étude est de 0,35%. Selon ces auteurs, l'amélioration des caractéristiques mécaniques dans des alliages d'Al-Si contenant du magnésium est due à la formation des composants Mg_2Si .

Yang et al. [15] ont montré que l'ajout du magnésium à un alliage AlSi9,1Cu3,5 en HPDC augmente la résistance du matériau (figure 9). La limite d'élasticité et la résistance à la traction augmentent de 72% et 10% respectivement avec l'ajout du Mg (jusqu'à 0,88% en masse).

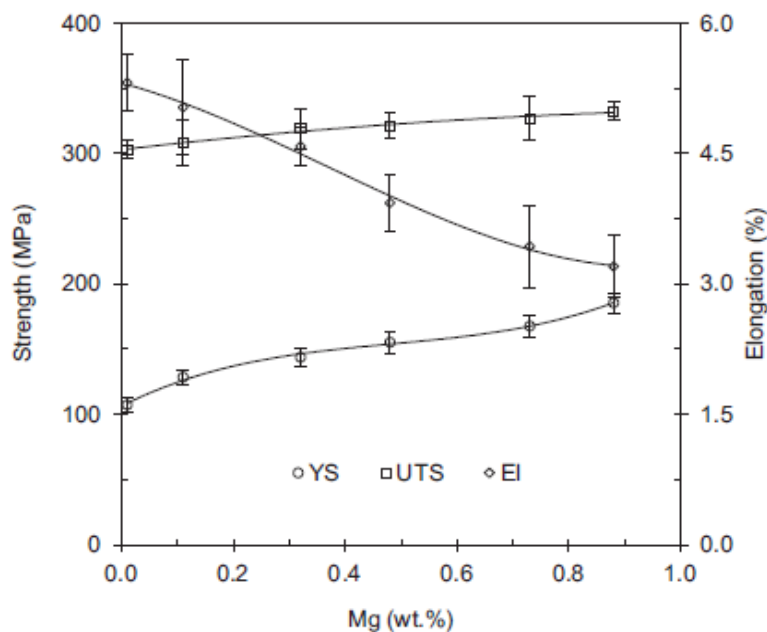


Figure 9 : Effet du Mg sur les caractéristiques de traction [15]

D'autres études se sont intéressées à l'influence du cuivre. Les propriétés mécaniques, telles que la dureté (HB et HV), la limite d'élasticité (YS), la résistance à la traction (UTS) et l'allongement à la rupture (ϵ_r) ont été étudiés pour différents alliages [29]. La composition chimique des alliages de fonderie sous pression analysés est donnée dans le tableau 3. Les résultats de la dureté (figure 10) ont montré que les alliages (C et D) contenant un pourcentage élevé en Cu présentent les duretés les plus élevées. La même tendance a été remarquée pour la résistance à la traction (figure 11) : l'alliage C présente la résistance à la traction la plus élevée (300 MPa). Concernant la limite d'élasticité,

l'augmentation du taux des deux éléments chimiques Cu et Mg augmente la limite élastique de 30% (elle passe de 158 MPa (alliage 0) à 210 MPa (alliage C)).

Alliage	Si	Cu	Mg	Fe	Zn	Mn
0 (EN AC-46000)	9,27	2,45	0,24	0,84	1,08	0,21
A	9,62	2,25				
B	9,91	2,33	0,48			
C	9,70	4,30				
D	9,72	3,49	0,68			

Tableau 3: Composition chimique des alliages analysés [29]

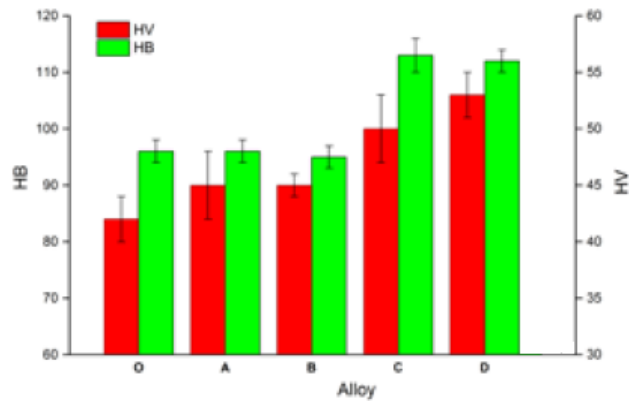


Figure 10: Dureté des alliages analysés [29]

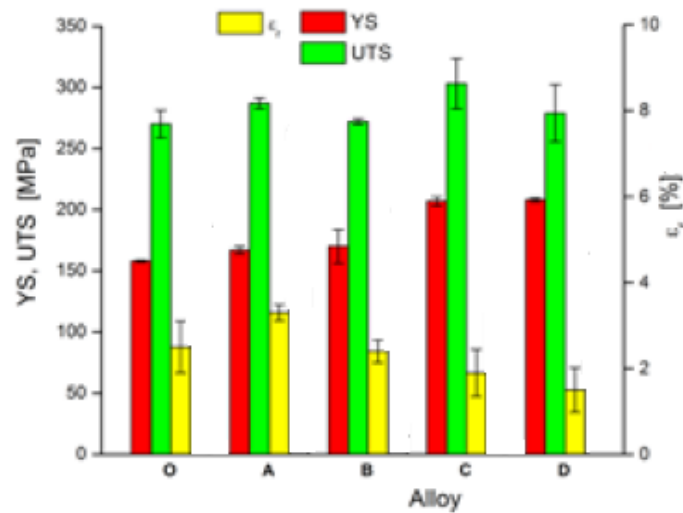


Figure 11: Caractéristiques de traction des alliages analysés [29]

L'augmentation de la résistance du matériau avec le cuivre a été expliquée par la précipitation des phases Al_2Cu (figure 12). Ces résultats ont été confirmés par les travaux de Shabestari et Moemeni [22] et de Zeren [16].

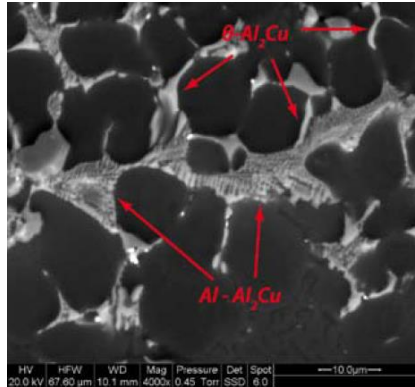


Figure 12 : Précipitation des phases riches en Cu [29]

Mohamed et al. [17] ont montré que les caractéristiques de traction des alliages d'aluminium à 10,8% de Si contenant du Cu (~3%) sont diminuées légèrement par des hauts niveaux de Mg (0,35-0,6%). Ceci a été expliqué par la formation des composés $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ (figure 13) qui diminuent la quantité des éléments d'alliage libre dans la solution pour former la phase Al_2Cu qui augmentent les propriétés de traction.

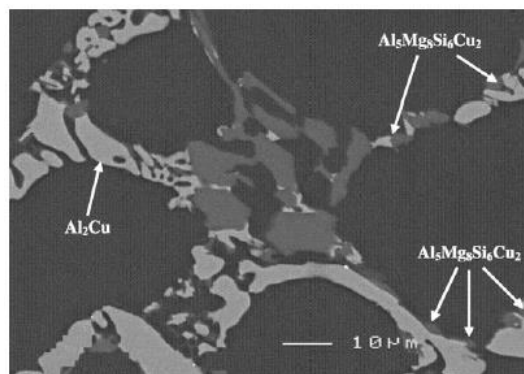


Figure 13: les phases Al_2Cu et $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$ dans un alliage $AlSi10,8Cu3Mg0,4$ [17]

La variation des propriétés mécaniques des alliages coulés Al-Si en fonction du Si a été étudiée par Wang et al. [30]. Trois alliages avec différents teneurs en Si (0,58% ; 6,99% ; 12,3%) ont été élaborés. Selon cette étude, une augmentation du taux de Si améliore considérablement les caractéristiques mécaniques $R_{p0,2}$ et R_m (figure 14). Le même effet a été constaté par Pedersen et al. [31], Dwivedi et al. [32] et Kashyap et al. [33].

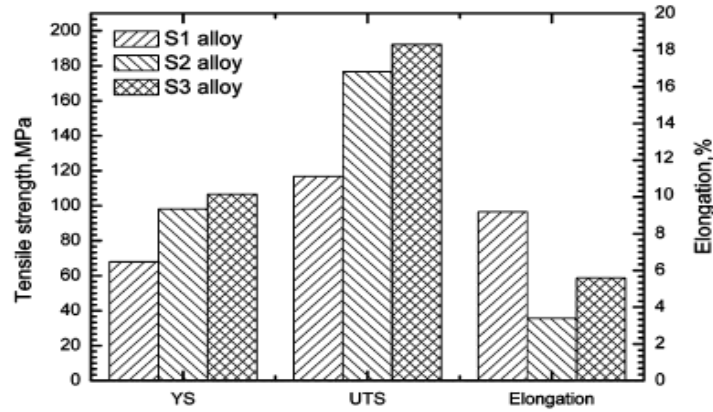


Figure 14: Variation des Caractéristiques de traction en fonction de la teneur en Si [30]

Wang et al. [34] ont aussi étudié l'influence de la teneur du silicium sur les caractéristiques mécaniques (figure 15). Selon ces auteurs, les propriétés mécaniques des alliages Al-Si dépendent plus de la distribution et de la forme des particules Si que de la quantité du silicium. Les alliages dans lesquels les particules de silicium (eutectiques ou primaires) sont petites, rondes et uniformément distribuées sont généralement plus ductiles.

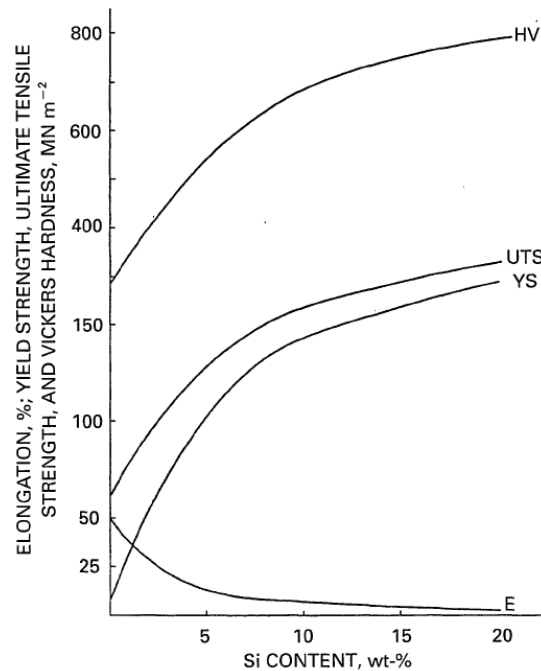


Figure 15: Propriétés mécaniques des alliages Al-Si en fonction du pourcentage massique en Si [34]

Abdel-Jaber et al. [35] ont montré que la résistance à la traction s'améliore fortement avec l'augmentation du taux de Si (entre 3% et 8%) et elle augmente linéairement avec le Si pour une teneur de 8% à 15% (figure 16), ceci a été expliqué par la création du silicium primaire dans les alliages à 12 et 15% de Si (figure 17). Concernant la dureté, elle subit aussi une augmentation avec l'augmentation du taux de Si et atteint sa valeur maximale à 12% de Si (figure 16).

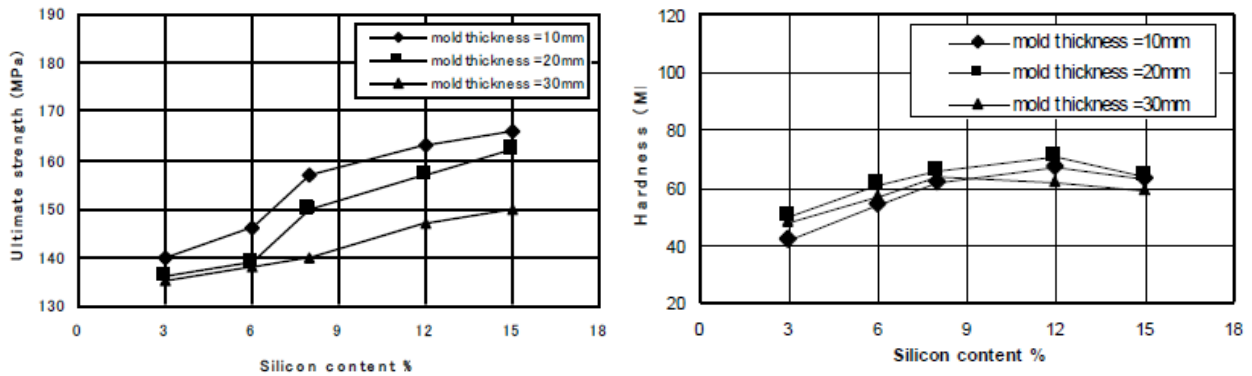


Figure 16 : La résistance à la traction et la dureté des Al-Si en fonction du taux de Si [35]

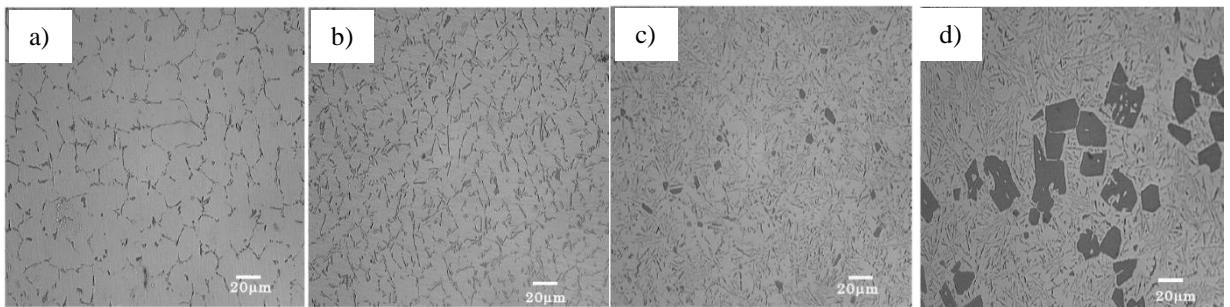


Figure 17 : Micrographies optiques des alliages Al-Si : a) à 6% de Si, b) à 8% de Si, c) à 12% de Si, d) à 15% de Si [35]

III. Etat de l'art de la fonderie sous pression

90% des pièces automobiles en alliages de fonderie aluminium-silicium sont fabriquées par fonderie sous pression. Cette technologie permet d'obtenir rapidement des composants avec des géométries complexes et un très bon état de surface tout en réduisant les coûts de fabrication [36]. Cependant, la fonderie sous pression induit la formation d'imperfections qui sont difficiles à éliminer en raison des limites du processus en lui-même. Plusieurs travaux de recherche [37,38] ont montré que les caractéristiques mécaniques des pièces coulées sous pression sont strictement liées à la présence de porosités dans l'alliage. Les propriétés mécaniques peuvent également être améliorées en contrôlant les paramètres microstructuraux, tels que la taille des grains, la distance entre les bras de dendrites secondaires (SDAS), la forme et la distribution de l'eutectique Al-Si, et la fraction volumique des phases intermétalliques. Ces caractéristiques microstructurales dépendent des paramètres d'injection, de l'état de solidification, mais aussi de la composition chimique initiale de l'alliage [39].

1. Historique

Le procédé de moulage consiste à couler un métal ou un alliage liquide dans un moule pour reproduire, après refroidissement, la forme d'une pièce donnée. Selon Taylor et al. [40], le cuivre était le premier métal moulé pour produire des cloches pour les cathédrales au début du 13^{ème} siècle. Mais depuis le 14^{ème} siècle, la coulée de métal a évolué à partir d'une forme d'art vers un procédé de fabrication de produits industriels. Cependant, le premier moulage d'aluminium a été réalisé en 1876 selon Anon [41].

Les procédés de fonderie sont parmi les plus anciennes méthodes utilisées pour la fabrication de pièces en métal. Le premier procédé de moulage consistait à utiliser un moule destructible. En effet, le moule utilisé pour le moulage est détruit afin de retirer la pièce après sa solidification. Les exigences d'augmentation de la cadence et d'amélioration de la qualité des pièces ont rendu la substitution du moule destructible par un moule permanent nécessaire. Au moyen âge, Craftsmen a perfectionné l'utilisation du fer pour la fabrication des moules [42]. Par ailleurs, Johannes Gutenberg a développé une méthode de fabrication de pièces en série en utilisant un moule métallique. Ensuite, le procédé de moulage avec un moule permanent a continué d'évoluer au cours des siècles. Ces développements ont abouti aux travaux d'Ottmar Mergenthaler en 1885 [43]. Ce dernier a réussi à réaliser une machine automatique de moulage qui fabrique des pièces en sous pression.

2. Description du procédé

La fonderie sous pression (HPDC) est un procédé de moulage de production en grande série qui consiste à faire pénétrer, à vitesse élevée, un métal liquide dans l'empreinte d'un moule métallique afin de reproduire avec précision les formes et les dimensions de cette empreinte. Des débits très élevés peuvent être atteints à l'intérieur de la cavité ce qui nécessite une conception soignée du moule. Dans la fonderie sous pression en chambre froide, le métal en fusion versé dans le piston d'injection est poussé dans l'empreinte du moule en utilisant un dispositif hydraulique à piston cylindrique [44] (voir figure 18).

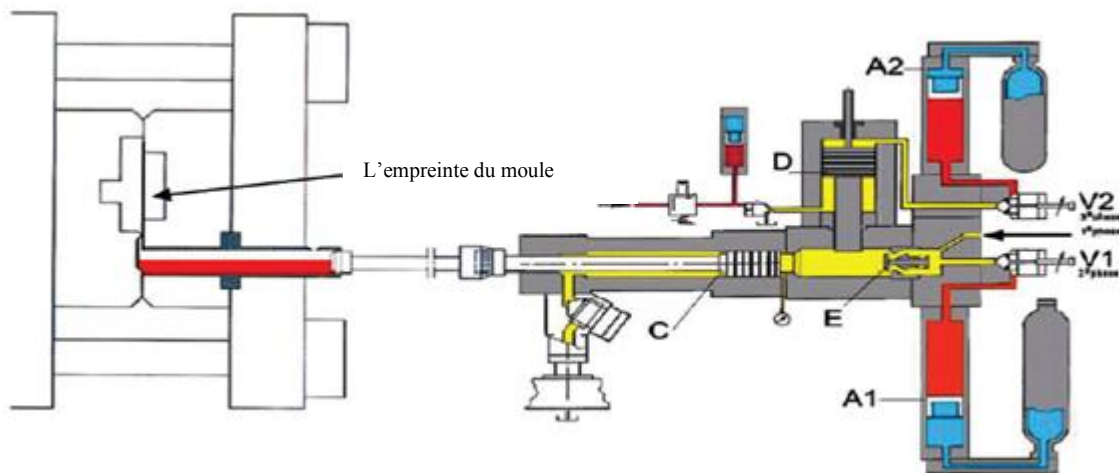


Figure 18: Illustration schématique du système d'injection en fonderie sous pression [44]

A1 : Accumulateur de gaz pour contrôler la phase de remplissage de l'empreinte (appelée phase II)

A2 : Accumulateur de gaz pour contrôler la phase de l'application de la pression de maintien (phase III)

C : Piston

D : Piston pour la pression

E : Soupape de contrôle de la pression

V1 : Soupape pour le contrôle du flux pendant la phase II

V2 : Soupape pour le contrôle du flux pendant la phase III

Les systèmes d'injection, les pressions et les forces de fermeture des machines, dépendent de nombreux facteurs, notamment de l'alliage coulé, de la forme et du volume de la pièce. Les pièces produites en HPDC ont une bonne précision dimensionnelle et les cadences de production sont très élevées. Par contre, les outillages et les machines représentent des investissements très coûteux qui font réserver ce procédé à des fabrications de moyennes ou grandes séries. Le cycle de production de la fonderie sous pression est scindé en trois principales phases (voir figure 19) :

Phase I : Approche du piston d'injection avec une vitesse lente jusqu'aux attaques de coulée ;

Phase II : Remplissage de l'empreinte du moule avec le métal liquide, la vitesse du piston pendant cette phase augmente très rapidement puis se stabilise et diminue au fur et à mesure que l'empreinte se remplit.

Phase III : Application d'une pression de maintien : cette phase encore, appelée "phase de multiplication", a pour but de combler le retrait de l'alliage coulé lors de sa solidification dans le moule. La pression appliquée est très élevée, elle peut atteindre 1000 bars.

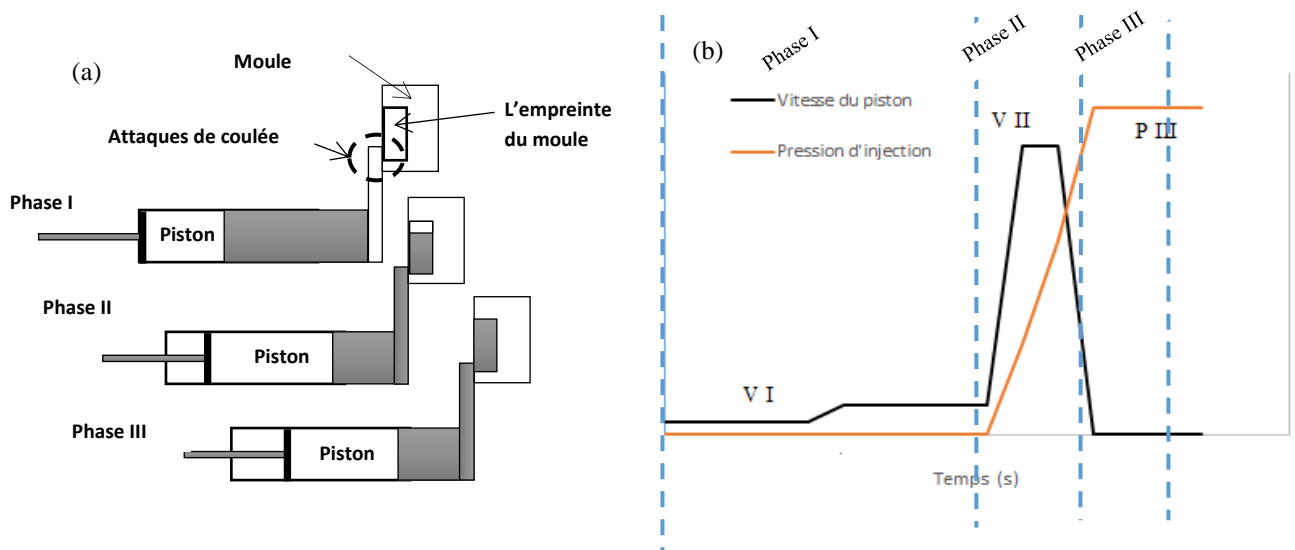


Figure 19: Procédé de fonderie sous pression : (a) Phases du cycle de production ; (b) Courbes de la vitesse et de la pression pendant le remplissage et la solidification

Après solidification et éjection de la pièce, une solution liquide appelée poteyage, composée d'eau (98%) et d'hydrocarbures (2%) est appliquée sur la surface de l'empreinte afin de faciliter le remplissage et le démoulage des pièces suivantes et de protéger le moule contre les chocs thermiques successifs. Ensuite, le moule est fermé et le cycle est repris à la phase I. Le principal inconvénient de ce procédé est l'inclusion de gaz et d'oxydes en raison de l'écoulement turbulent du métal au cours de la phase de remplissage. Ce qui entraîne des porosités et par la suite la détérioration de la qualité de la pièce.

3. Paramètres du procédé

Les paramètres procédé font l'objet de la plupart des travaux disponibles dans la littérature concernant la fonderie sous pression. Ces travaux abordent en particulier l'influence des paramètres d'injection sur la microstructure, le pourcentage de porosités et les caractéristiques mécaniques des pièces coulées en alliages d'aluminium Al-Si. La vitesse aux attaques de coulée et la pression 3^{ème} phase constituent les principaux paramètres d'injection étudiés. Ils conditionnent principalement la qualité du remplissage. D'autres paramètres sont abordés dans la littérature :

- La température du moule qui a un effet non négligeable sur la vitesse de refroidissement et la température du métal coulé qui affecte la fluidité du métal, la microstructure et par conséquent les propriétés mécaniques de la pièce finale. Laws et al. [45] ont indiqué que les paramètres procédé en HPDC ne sont pas indépendants les uns des autres. Des essais préliminaires avec la méthode "Trial-and-error" sont généralement effectués pour définir la meilleure combinaison des paramètres procédé en se basant sur l'expérience de l'opérateur.
- Bien que la conception du moule et des attaques de coulée soit rarement discutée dans la littérature, elles constituent des paramètres importants qui peuvent influencer la qualité de la coulée et elles sont généralement optimisées en utilisant la simulation numérique [44].

Parmi les travaux traitant des paramètres d'injection, on peut citer les travaux de Dargush et al. [36]. Ces derniers ont examiné l'influence de la pression 3^{ème} phase, de la vitesse de remplissage et du temps entre le remplissage et l'application de la pression de compactage pour les alliages AlSi13,4Cu0,3Mg0,2 et AlSi8,6Cu3,7Mg0,2 sur la qualité d'une pièce moulée. Ils ont observé que le temps de retard avant l'application de la pression n'a pas d'effet significatif sur la formation de la porosité. Ceci est, en supposant que le temps de retard ne dépasse pas une limite fixée par le temps de solidification, caractéristique de l'alliage. Ils ont constaté aussi que la porosité diminue avec la pression mais augmente avec l'augmentation de la vitesse du remplissage. D'autres auteurs [18, 37] ont essayé d'établir des modèles fiables pour définir les variables procédé optimales dans l'objectif d'obtenir des pièces de haute performance avec une porosité réduite. Des corrélations directes entre les paramètres d'injection et le niveau de porosité dans les pièces coulées en sous pression ont été identifiées.

Les paramètres majeurs influents sur la santé matière et sur les caractéristiques mécaniques des pièces moulées en aluminium sont principalement la température du métal coulé, la pression 3^{ème} phase, la vitesse de remplissage et la température du moule. Ces paramètres vont être analysés dans les paragraphes qui suivent.

3.1 Température du métal coulé

La température minimale de maintien du métal liquide a été étudiée dans la littérature [7,46]. Les composés intermétalliques riches en fer, manganèse et silicium ont des points de fusion élevés. Si le métal est maintenu dans le four à basse température, les composés intermétalliques cristallisent dans le métal liquide et grossissent. Du fait de leur masse volumique élevée, ces composés tombent dans le

fond du bain. S'ils sont puisés, ils se retrouvent dans les pièces, agissent comme des points durs et réduisent les propriétés mécaniques des pièces de fonderie. Le problème de la formation de ces précipités se produit le plus souvent dans l'industrie du moulage sous pression, où la température du maintien du métal et celle de la coulée sont faibles (610-700°C) de façon à protéger les outillages.

Shabestari [7] a examiné l'effet de la teneur en fer sur la température de formation des précipités riches en fer. Trois alliages ayant des niveaux en fer de 0,4 ; 0,8 et 1,2% ont été analysés pour une teneur en Mn constante. Pour examiner la température de formation de ces composés, il faut assurer la dissolution des composés intermétalliques déjà formés dans l'alliage de départ. Pour ce faire, la masse fondue a été maintenue à 850°C pendant une longue durée (de 1,5 à 2h) afin de provoquer la dissolution complète de ces composés. Après dissolution, les trois alliages ont été maintenus à des températures différentes allant de 850 à 630°C pendant 20 minutes pour chaque tranche de température. L'objectif est de reproduire les conditions de maintien des alliages dans l'industrie de fonderie sous pression. Les observations métallographiques ont montré que le maintien à 850 °C pendant 1,5 à 2h était suffisant pour dissoudre complètement les composés intermétalliques. La variation de la température de formation des composés en fonction de la teneur en fer est présentée sur la figure 20.

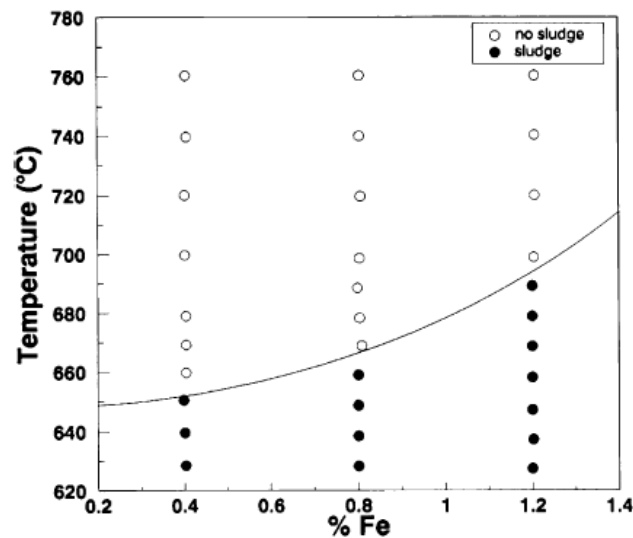


Figure 20: Température de formation des précipités en fonction de la teneur en fer [7]

Après dissolution complète des composés déjà existant dans l'alliage, ces composés ne se reforment qu'à une certaine température pour chaque alliage. Cette température augmente avec l'augmentation de la teneur en fer dans l'alliage comme le montre l'équation suivante [7]:

$$\text{Température (}^{\circ}\text{C)} = 645,7 + 34,2x(\%Fe)^2 \quad (1.1)$$

Santos et al. [47] ont étudié l'influence de la température d'injection sur la microstructure, le niveau de porosité et les propriétés de traction de l'alliage hypo-eutectique AlSi9Cu3(Fe). Ils ont observé que la microstructure est légèrement affectée par la température d'injection. Par contre la porosité et les caractéristiques de traction augmentent avec l'augmentation de la température. Ils ont aussi constaté

que l'influence de la température dépend de la pression 3^{ème} phase. Cette dernière conclusion confirme les résultats des travaux de Laws et al. [45].

3.2 Pression 3^{ème} phase

La pression 3^{ème} phase, appelée aussi pression de multiplication (ou pression spécifique) a pour objectif de compenser le retrait de solidification et a un effet très bénéfique sur la santé interne de la pièce. Elle est comprise entre 800 et 1000 bars en moulage de l'aluminium avec la technique de chambre froide.

L'importance de la pression 3^{ème} phase dans le procédé HPDC a été étudiée dans plusieurs travaux dans la littérature [48-50]. Ces travaux ont conclu que des pressions élevées diminuent considérablement le pourcentage de porosité et augmentent les caractéristiques mécaniques. La figure 21 montre l'importance de chercher la bonne combinaison entre la pression et l'épaisseur des attaques de coulée pour avoir un minimum de porosités [49].

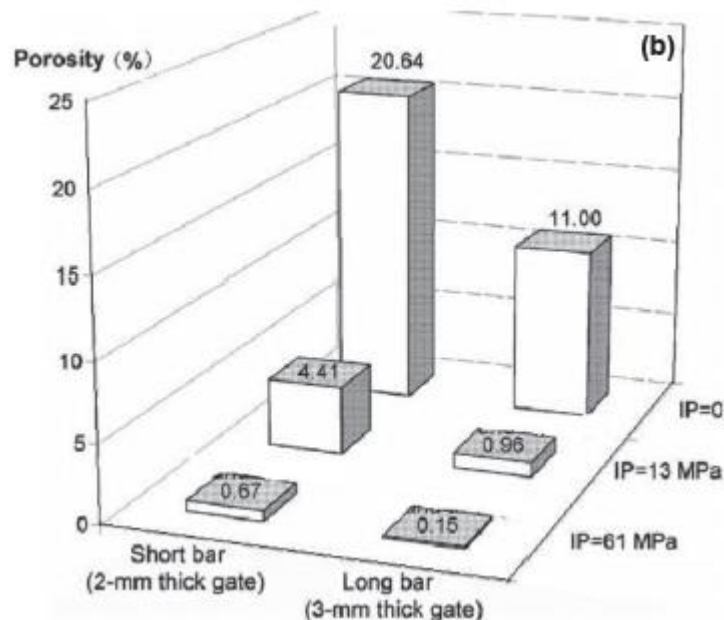


Figure 21: Influence de la pression 3^{ème} phase et de la taille des attaques de coulée sur le pourcentage de porosités [49]

Obiekea et al. [38] ont étudié l'effet de la pression (0, 350, 700, 1050 et 1400 kg/cm²) sur la dureté, la limite élastique et la résistance à la traction de l'alliage A380. Les résultats obtenus ont montré que les meilleures propriétés sont obtenues pour les pressions élevées (figure 22).

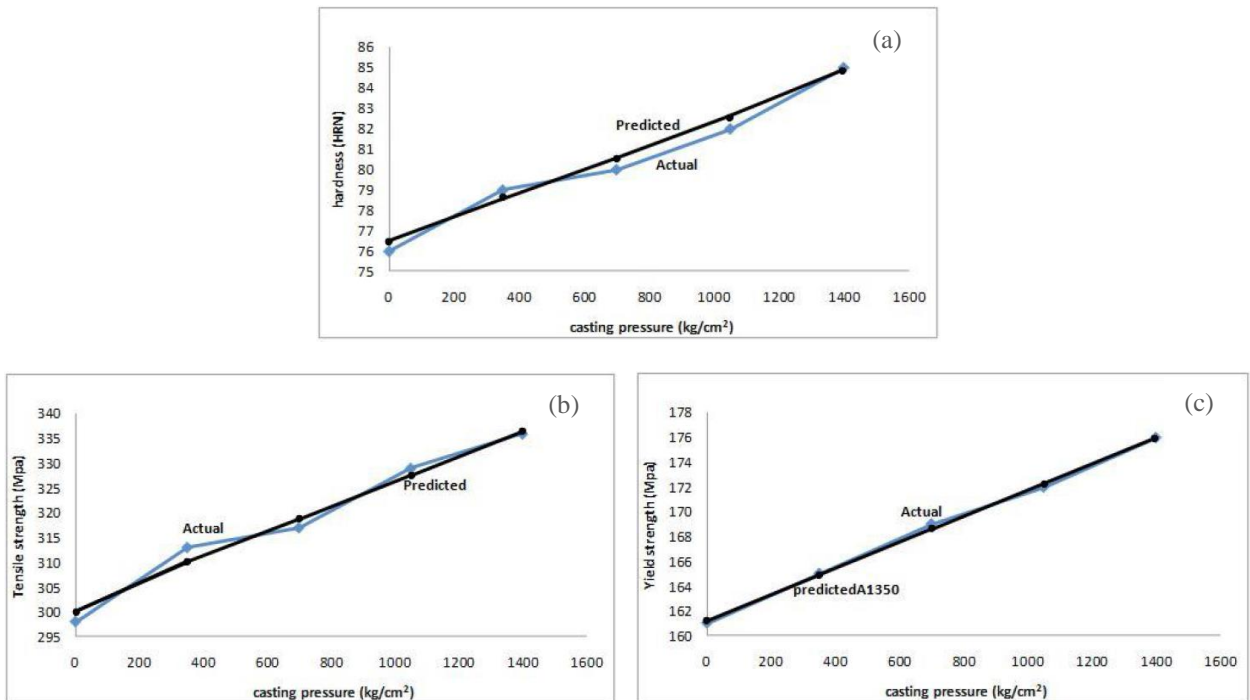


Figure 22: Valeurs de la dureté (a) de la limite élastique (b) et de la résistance à la traction (c) en fonction de la pression [38]

3.3 Vitesse de remplissage

La vitesse de remplissage est la vitesse aux attaques de coulée au moment du remplissage de la pièce. Gunasegaram et al. [51] ont examiné l'effet de ce paramètre sur la résistance à la traction et l'allongement à la rupture d'alliages commerciaux Al-Si-Cu. La vitesse de remplissage a été contrôlée en faisant varier la vitesse du piston et la conception des attaques de coulée. Ils ont observé que R_m et $A\%$ augmentent proportionnellement avec la vitesse de remplissage. Ceci est expliqué par la formation de porosités plus homogènes et plus petites pour les vitesses élevées. L'effet de la vitesse de remplissage sur la formation de la porosité a été aussi examiné par Gunasegaram et al. [52] qui ont observé (figure 23) que le pourcentage des petits pores ($<20 \mu\text{m}$) augmente avec la vitesse (entre 26 et 82 m/s), pendant que les plus grands pores ($>100 \mu\text{m}$) sont presque éliminés à une vitesse de 82 m/s. Néanmoins, le pourcentage global de la porosité diminue avec l'augmentation de la vitesse. De même, Ghomashchi [53] a observé que la taille de la porosité diminue avec l'augmentation de la vitesse jusqu'à une certaine valeur de la vitesse (55 m/s) au-delà de laquelle la taille des pores augmente. Toutefois, le pourcentage total de porosité diminue avec l'augmentation de la vitesse.

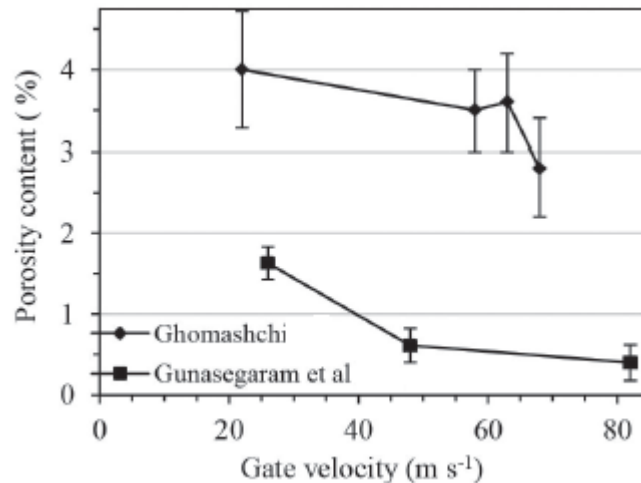


Figure 23 : variation du pourcentage de porosité en fonction de la vitesse aux attaques de coulée [44]

3.4 Température du moule

Le moule métallique utilisé en moulage sous pression doit être chauffé (à une température d'environ 100°C) avant de pouvoir être utilisé. Cela diminue les risques que le moule subisse un choc thermique au contact du métal liquide et prévient le refroidissement hâtif que peut subir le métal pendant le remplissage du moule. Le réchauffement du moule s'effectue par le biais de canaux dans lesquels circule un fluide chauffé à la température désirée. Une unité de régulation en température est utilisée pour contrôler entre autres la température du fluide (huile) et son débit.

Les unités de régulation en température permettent non seulement de réchauffer le moule, mais elles contribuent majoritairement à le refroidir après chaque coulée. Le but étant de conserver une bonne cadence de production. En effet, la circulation d'un liquide dans les canaux permet d'extraire rapidement la chaleur absorbée par le moule suite à l'injection du métal. En circulant, le liquide qui est à la température donnée en consigne aux unités de régulation reçoit la chaleur du moule et l'entraîne vers l'extérieur. De la chaleur est retirée du moule tant que la température du liquide à la sortie des canaux est différente de celle donnée en consigne. Ceci permet au moule de retourner rapidement vers sa température d'équilibre qui est celle donnée en consigne [54].

IV. Les plans d'expériences en procédé de fabrication

Les plans d'expériences sont très utilisés dans l'ordonnancement et l'analyse des essais. Ils permettent de déterminer les liens existant entre les paramètres d'entrée et la sortie d'un système. Plusieurs travaux dans la littérature ont utilisé les plans d'expériences pour étudier l'influence des paramètres procédé [55-60].

- Verran et al. [55] ont analysé la coulée sous pression d'une pièce automobile (bloc moteur à deux cylindres) en AlSi12Cu1,3 cherchant « la meilleure valeur de densité possible » en utilisant les plans d'expériences et la simulation numérique du procédé HPDC. Dans cette étude la vitesse 1^{er} phase (V1), la vitesse 2^{ème} phase (V2) et la pression 3^{ème} phase (P3) ont été variées dans l'objectif d'optimiser la teneur en porosités dans l'alliage. Les résultats des dix-huit essais réalisés avec différentes combinaisons des trois paramètres d'injection (V1 : 0,14 m/s ; 0,27 m/s ; 0,9 m/s, V2 : 1,3m/s ; 2,6 m/s et P3 : 15 MPa ; 22 MPa ; 30 MPa) ont permis d'évaluer l'influence de ces paramètres sur l'apparition des porosités de fonderie. Compte tenu des résultats expérimentaux obtenus ; des simulations numériques en fonderie sous pression ont été réalisées en considérant les paramètres d'injection qui ont donné la plus grande teneur en porosités (densité : 2,639 g/cm³) pour V1=0,27m/s, V2= 2,6 m/s, P3= 15 MPa et la plus petite teneur en porosités (densité : 2,7 g/cm³pour V1=0,14m/s, V2= 1,3 m/s, P3= 30 MPa). La comparaison des résultats expérimentaux et numériques a montré que la prédiction de la porosité par la simulation corrèle bien avec les résultats expérimentaux.
- Kim et al. [56] ont utilisé la méthode des plans d'expériences dans le procédé de fabrication des écrans en verre. Des modèles de régression ont été établis à partir d'un plan factoriel complet à quatre facteurs pour l'identification des effets des paramètres procédé et l'estimation des paramètres de forme de ces écrans ; les interactions entre les paramètres procédé ont été aussi étudiés et la technique de l'analyse de la variance a été utilisée pour la vérification de la robustesse des modèles de régression.

Cette partie a pour finalité d'introduire la méthode de plan d'expériences pour bien ordonnancer les essais qui seront mis en œuvre durant la thèse pour pouvoir les analyser par la suite.

La méthode des plans d'expériences

De manière générale, la méthode de plan d'expériences cherchera à établir les liens existant entre deux types de variables (figure 24) :



Figure 24 : Plan d'expériences

- Les facteurs (variables d'entrée) : grandeurs physiques modifiables ou non par l'expérimentateur, susceptibles d'influencer sur les variations de la réponse. On distingue :
 - Les facteurs contrôlables, qui dépendent directement du choix de l'expérimentateur (pression, température, matériau, etc.)
 - Les facteurs non contrôlables (conditions climatiques, environnement d'utilisation...);

Les facteurs d'entrée, dont on cherche à analyser l'influence font partie des facteurs contrôlables et non contrôlables.

- La réponse (variable de sortie) : grandeur physique étudiée, c'est une sortie du système. Elle est mesurée à chaque essai. Le plan vise à déterminer quels facteurs l'influencent ou quelle est son évolution en fonction de ceux-ci. Cette grandeur est qualitative ou quantitative.

Le plan doit permettre de bâtir un modèle, exprimant la réponse en fonction des facteurs d'entrée, à partir des résultats de séries d'expériences. L'utilisation du plan d'expériences peut se faire en deux étapes :

1)- La technique du screening

Cette technique permet de déterminer parmi les facteurs recensés ceux qui ont une influence statistiquement non négligeable sur les variations de la réponse ; le but est de chercher pourquoi la réponse varie (en fonction de quels facteurs).

2)- La méthodologie des surfaces de réponse

Les variations de la réponse sont calculées en fonction des facteurs précédemment jugés influents (par la technique de screening) ; le but est de déterminer comment la réponse varie.

Pour résumer, la Méthode de Plan d'Expériences (MPE) est donc un ensemble de techniques complémentaires aidant à choisir les expériences à réaliser ainsi qu'à comprendre, analyser et exploiter les résultats obtenus. Ces outils s'appuient essentiellement sur des bases statistiques et algébriques. Cette particularité induit la possibilité de connaître les erreurs concédées sur les données expérimentales et sur celles qui en sont déduites.

Une analyse par plan d'expériences est une démarche qui se fait en trois étapes :

- La formalisation du problème;
- L'étude qualitative du système (screening) ;
- L'étude quantitative du système (méthode de surfaces de réponse) ;

1. Formalisation du problème

L'étape de formalisation du problème commence par un brainstorming qui consiste à regrouper l'ensemble des acteurs. C'est une technique de créativité de groupes permettant de produire le plus d'idées possibles, dans un minimum de temps, sur un sujet donné. Cette étude est utilisée dans la plupart des étapes de résolution de problèmes, notamment pour recenser les questions suscitées lors du lancement d'un nouveau projet ou pour trouver les causes possibles d'une anomalie du fonctionnement d'un système. Il peut être utilisé aussi pour la formalisation et l'organisation d'un plan d'expériences.

La formalisation du problème permet de rassembler l'expérience accumulée, afin de la compléter et de la préciser grâce à l'expérimentation. En s'appuyant sur cette méthode, nous allons :

▪ **DEFINIR LE PROBLEME**

Pour définir le problème, il faut le poser clairement en précisant de quoi il s'agit, et en quoi le problème proposé est un problème. Il est recommandé de faire appel à la méthode du QQCOQP qui consiste à répondre aux questions :

Q : en Quoi consiste le problème ?

Q : Qui est gêné par le problème ? Qui est le demandeur de l'étude ?

C : Combien de cas ? Combien ça coûte ?

O : Où cela se passe-t-il ?

Q : Quand cela arrive-t-il ?

P : Pourquoi est-ce un problème ?

▪ **DETERMINER LES OBJECTIFS**

De manière générale, les deux objectifs principaux d'un plan d'expériences sont :

- Trier parmi un ensemble de variables d'entrée susceptibles d'influencer les variables de sortie et de les hiérarchiser.
- Estimer avec suffisamment de précision l'effet de l'ensemble des variables d'entrée influentes, de façon à pouvoir prévoir de manière assez fiable, la valeur de la variable de sortie que l'on obtiendrait pour l'ensemble des combinaisons des variables d'entrée.

▪ **DEFINIR LES REPONSES (SORTIES)**

La réponse correspond à un paramètre de sortie du système étudié. Une réponse doit être représentative, quantifiable et la moins dispersée possible pour des variables d'entrées maîtrisées et constantes.

Pour appliquer la méthodologie des plans d'expériences, il est préférable d'avoir une réponse sous forme quantitative. En effet, les méthodes d'analyses des résultats d'essais telles que l'analyse de variance ou l'analyse de régression au sens des moindres carrés, s'appuient sur des données quantitatives.

▪ **DEFINIR LES FACTEURS (ENTREES)**

Les paramètres d'entrées du système sont appelés facteur X. Un facteur est une cause possible de variation de la réponse Y ; le choix des facteurs se fait souvent en plusieurs étapes :

- Phase de recensement : cette phase consiste à recenser l'ensemble des entrées du système ;
- Phase de classement : consiste à classer les facteurs recensés par ordre d'influence sur les sorties ;
- Phase de sélection et de définition des modalités pour chaque facteur.

▪ **DEFINIR LE DOMAINE EXPERIMENTAL**

Le domaine expérimental peut être continu ou discret :

- Domaine expérimental continu : Un domaine expérimental continu est délimité par des facteurs quantitatifs. La figure 25 illustre le domaine d'étude de deux facteurs quantitatifs X1 et X2. Le facteur X1 varie dans $[X1_{\text{binf}}, X1_{\text{bsup}}]$ et le facteur X2 varie dans $[X2_{\text{binf}}, X2_{\text{bsup}}]$; le nombre total de combinaisons que l'on peut réaliser est infini dans ce domaine.

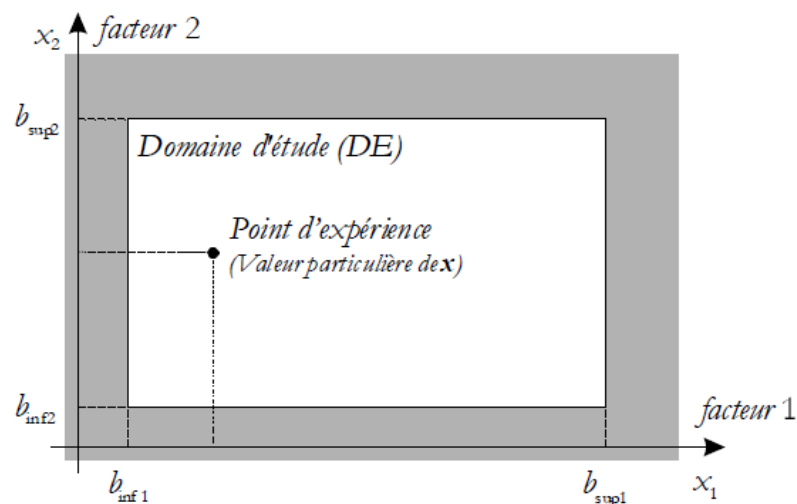


Figure 25: Représentation d'un domaine d'étude continu pour le cas de deux facteurs à deux modalités [61]

- Domaine expérimental discret : Ce type de domaine est délimité par des facteurs discrets ou qualitatifs. La figure 26 illustre le domaine expérimental de deux facteurs qualitatifs A et B ; les facteurs A et B prennent chacun, trois modalités A1, A2, A3 pour A et B1, B2, B3 pour B.

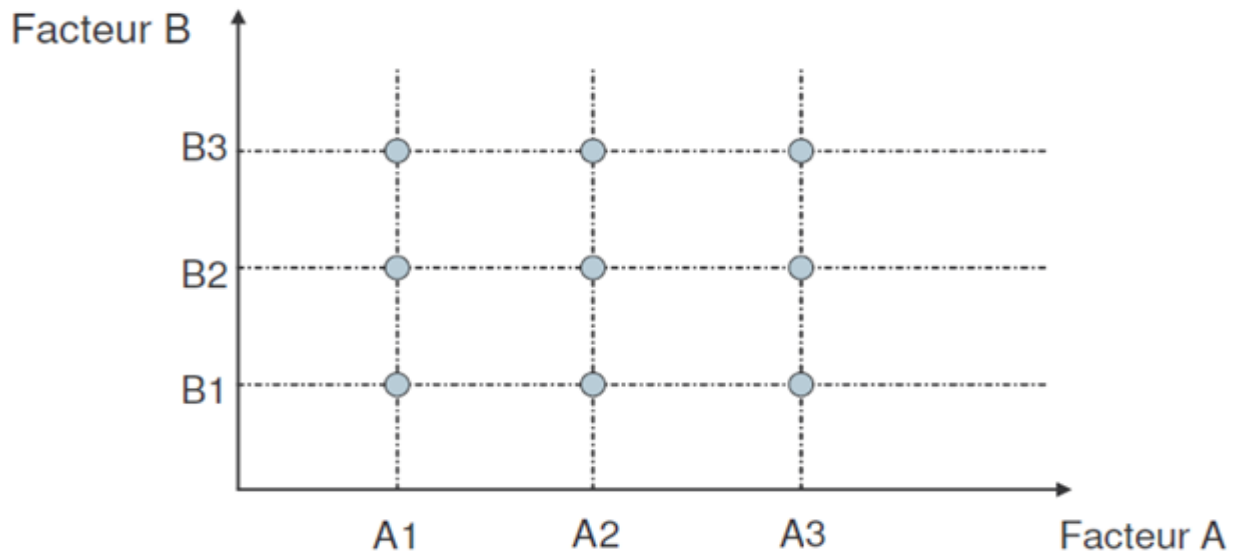


Figure 26: Représentation d'un domaine d'étude discret pour le cas de deux facteurs à trois modalités (domaine discret) [62]

▪ **DEFINIR LES CONTRAINTES**

Cette étape consiste à définir les contraintes en termes de temps, moyen ou d'infaisabilité de certaines configurations d'essais.

▪ **CHOISIR LA STRATEGIE EXPERIMENTALE**

La méthodologie des plans d'expériences consiste à construire un modèle qui apportera des éléments d'informations à l'expérimentateur encore appelé « modèle empirique ». Pour cela, le choix du plan d'expériences à mettre en œuvre dépend du problème posé. Dans cette thèse, les deux types de plans seront abordés, les plans de criblage et les plans de surface de réponse

- Les plans de criblage (ou de screening) : permettent de déterminer le poids des facteurs sur les réponses d'un système à partir d'un modèle.
- Les plans de surface de réponses : permettent à partir d'un modèle mathématique polynomial de déterminer les valeurs des facteurs influents correspondants à une réponse particulière du système.

▪ **CHOISIR LE MODELE**

La valeur de la réponse est recherchée pour l'ensemble des points constituant le domaine expérimental. Mais, pour des contraintes de coût et de temps, le nombre d'expériences nécessaires pour tout point du domaine expérimental n'est pas réalisable. C'est pourquoi nous allons utiliser un modèle empirique, qui nous permettra d'avoir le maximum d'informations en réalisant un minimum d'expériences. Ce modèle est de la forme générale : $f(\text{facteurs}) = \text{réponse}$.

Le tableau 4 suivant présente les modèles empiriques pour chacune des deux techniques du MPE, le modèle additif pour la technique de screening et le modèle polynomial pour la technique des surfaces de réponses :

Forme générale : $f(X)=Y$		
calculé	$Y = \sum_{i=1}^k W_i + \text{cte}$ $W_i : \text{poids du facteur } i$	$Y = \beta_0 + \sum_i \beta_i u_i + \sum_i \beta_{ii} u_i^2 + \sum_{ij} \beta_{ij} u_i u_j$ $\beta_0 : \text{moyenne arithmétique des réponses}$ $\beta_0, \beta_{ii}, \beta_{ij} : \text{coefficients du modèle}$
estimé	Etude des X : plan de criblage $Y = b_0 + \sum_i b_i x_i$ $b_0, b_i : \text{estimateurs des } \beta$	Etude des Y : plan à surface de réponses $Y = b_0 + \sum_i b_i x_i + \sum_i b_{ii} x_i^2 + \sum_{ij} b_{ij} x_i x_j$ $b_0, b_i, b_{ii}, b_{ij} : \text{estimateurs des } \beta$
	Modèle additif	Modèle polynomial

Tableau 4 : Modèles empiriques pour les deux techniques du MPE

▪ CHOISIR LE TYPE DE PLAN

- Plan factoriel complet

Le plan factoriel complet combine de manière exhaustive toutes les combinaisons possibles des variables avec un nombre de facteurs finis. Si on considère un nombre discret de variations par facteur, il permet d'envisager toutes les combinaisons possibles des modalités des facteurs. Le nombre d'essais N se calcule d'après la formule suivante $N=2^k$, avec k le nombre de facteurs. Les plans factoriels complets sont dits des plans sans risque car ils permettent de déterminer tous les effets et toutes les interactions. Le nombre d'essais nécessaire est au moins égal au nombre total de coefficients à déterminer. Les essais sont réalisés de telle sorte que les coefficients sont estimés avec une variance minimale. Leur simplicité d'exploitation assure un bon rendement par rapport aux résultats obtenus. Néanmoins, ils présentent une limite essentielle : le nombre d'essais augmente très rapidement avec le nombre de facteurs ce qui devient très vite difficile à réaliser dans la pratique.

- Plan factoriel fractionnaire

Le plan fractionnaire a été conçu pour remédier à l'inflation rapide du nombre d'essais dans les plans complets. L'objectif des plans fractionnaires consiste alors à réduire le nombre d'expériences à réaliser par rapport au nombre maximum donné par le plan complet. Les plans fractionnaires utilisent les matrices des effets des plans complets.

On parlera de plan 2^{k-p} (p un entier à choisir) pour indiquer un plan fractionnaire issu du plan complet 2^k avec k facteurs à 2 niveaux. Néanmoins les plans fractionnaires nécessitent une phase de conception plus longue car l'interprétation des résultats dépend essentiellement du choix de p . Plus le

nombre p augmente, plus la charge expérimentale va diminuer mais au détriment de la qualité des informations tirées du plan.

- Autres plans

Plan de Taguchi : Le plan de Taguchi a été développé dans une optique d'utilisation industrielle ; c'est un plan factoriel fractionnaire, prenant en compte certaines interactions jugées importantes et en abandonnant d'autres.

Plan de Plackett-Burman: Les matrices de Plackett-Burman ne sont autres que des matrices des plans factoriels fractionnaires de résolution III [62]. Leur construction a été simplifiée et systématisé par Plackett et Burman. Mais aucune interaction entre facteurs principaux n'est considérée pour ce type de plan.

Plan de Rechtschaffner : Les matrices proposées par Rechtschaffner (1967) [63] sont des matrices de résolution III qui permettent la quantification des effets principaux des facteurs b_i et des effets d'interactions entre les facteurs pris deux à deux b_{ij} , avec un faible nombre d'expériences (matrice saturée). Bien que ce nombre d'expériences soit minimal pour une matrice de résolution III, une augmentation du nombre de facteurs entraîne une forte augmentation du nombre d'expériences. Ainsi, pour étudier 5 facteurs, il faut réaliser 16 expériences, pour 9 facteurs, il faut 46 essais, etc.

2. Analyse de la variance

Les plans présentés plus haut donnent la définition des expériences dans le DE. Les valeurs des réponses en ces points doivent être analysées afin de mesurer l'influence des facteurs et des interactions sur les variations constatées de la réponse.

La principale méthode répondant à cet objectif est l'analyse de la variance. Cette méthode est appelée « Analysis of Variance » dans la littérature anglo-saxonne ; son appellation est couramment abrégée en ANOVA.

« D'une façon générale, en matière de régression, le principe de l'analyse de la variance est de subdiviser la variation totale en une composante factorielle relative à l'équation de régression ou au modèle utilisé, et une composante résiduelle, la première devant être testée par rapport à la deuxième.» [62].

Les composantes factorielle et résiduelle seront mathématiquement représentées par des carrés moyens, c'est-à-dire des variances.

En définitive, l'intérêt de l'analyse de variance est de pouvoir tester de manière absolue l'influence des facteurs sur les variations d'une réponse donnée.

L'analyse de la variance est une généralisation de la comparaison de K populations (avec $K \geq 1$), cette dernière consiste à comparer les moyennes et les variances de K sous populations. Les hypothèses nulles et alternatives sont:

$$H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_K$$

H_1 : Au moins deux moyennes sont différentes

L'application de L'ANOVA suppose la vérification de deux critères :

- 1- Les sous populations sont normalement distribuées
- 2- Les variances dans les sous-groupes sont identiques

2.1 Technique de screening

La technique de screening est un procédé de sélection ou de criblage. Elle permet de déterminer, parmi un ensemble de facteurs, les éléments influents. Généralement, toute variation de facteur pris en compte induit une variation au niveau de la réponse mais à des échelles différentes.

On procède alors à la réalisation d'un test statistique permettant d'accepter ou non l'hypothèse selon laquelle un facteur induit des variations de la réponse significativement plus importantes que celles engendrées par des facteurs considérés comme constants. Un facteur est alors jugé influent si son action sur la réponse étudiée est statistiquement supérieure à un certain niveau.

Cette analyse permet donc de classer les facteurs entre eux, relativement à leur influence sur la réponse.

2.1.1 Carrés moyens des facteurs et des interactions

La variance des facteurs s'obtient en calculant la somme des carrés des écarts (SCE) que l'on divise par le nombre de degrés de liberté (ddl) associé au facteur f considéré. Le nombre de degrés de liberté ddl_f associé à un facteur f est le nombre de niveaux (de valeurs distinctes) qu'il prend lors de la réalisation du plan, minoré de 1. Dans tous les cas :

$$ddl_i = N_{n_i} - 1 \quad (1.2)$$

N_{n_i} : Nombre de niveaux du facteur i.

La somme des carrés des écarts associée au facteur f vaut :

$$SCE_f = y_f \cdot \sum_{i=1}^N (\bar{y}_i - \bar{y})^2 \quad (1.3)$$

Avec :

- N : le nombre total d'expériences ;
- $\bar{y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N y_i$ la moyenne des réponses ;

- $y_f = \frac{N}{N_{n_i}}$ le nombre d'expériences pour lesquelles le facteur f prend un de ses N_{n_i} niveaux ;
- \bar{y}_i la moyenne des réponses observées pour les expériences où le facteur f prend son $i^{\text{ème}}$ niveau.

Le calcul des carrés des moyens pour les interactions se fait de la même manière.

On déduit alors la valeur des carrés moyens, associés au facteur ou à l'interaction considéré(e) x, comme étant :

$$CM_x = \frac{SCE_x}{ddl_x} \quad (1.4)$$

2.1.2 Variance résiduelle

Dans le cas des expériences réelles, la variance résiduelle est prise comme étant un estimateur de la variance expérimentale, qui traduit la variabilité inhérente des résultats sur plusieurs réalisations identiques. Cependant, l'utilisation d'expériences virtuelles exclut cette possibilité.

Dans le même cas, l'équation de variance doit toujours être vérifiée : la variance résiduelle (SCE_r) est dans tous les cas une composante de la somme des carrés des écarts totale (SCE_t).

La variance résiduelle est la somme des carrés des résidus, elle est calculée comme étant la somme des carrés des écarts entre réponses mesurées (y) et réponses calculées (y_{mod}) correspondantes [64,65] ; il s'agit donc de :

$$SCE_r = \sum_{i=1}^N (y(x^i) - y_{mod}(x^i))^2 \quad (1.5)$$

x^i est le vecteur des coordonnées du $i^{\text{ème}}$ point d'expériences du plan.

On calcule donc un carré moyen résiduel tel que :

$$CM_r = \frac{SCE_r}{ddl_r} = \frac{1}{N-p} \sum_{i=1}^N (y(x^i) - y_{mod}(x^i))^2 \quad (1.6)$$

Calculer SCE_r de cette manière permet de tester le caractère significatif des facteurs et des interactions et dans le même temps d'évaluer la qualité du modèle utilisé (y_{mod}).

Cette solution n'est pas applicable lors de l'utilisation de plans saturés (plans factoriels par exemple). Dans ces cas précis, certains auteurs Schimmerling et al. [66], Goupy [67] et Saporta [68] proposent la construction de la variance résiduelle à partir des interactions dont les variances (carrés moyens) sont les plus faibles. Leurs valeurs doivent être du même ordre de grandeur.

Le calcul de la variance résiduelle (ou carrés moyens résiduels) peut alors s'écrire comme :

$$CM_r = \frac{SCE_r}{ddl_r} = \frac{\sum_i SCE}{\sum_i ddl} \quad (1.7)$$

Les sommes des carrés des écarts (SCE) et les nombres de degrés de liberté (ddl) se rapportant aux interactions choisies.

Cette solution permet de retrouver la première écriture de l'équation de variance vue précédemment :

$$\begin{aligned} SCE_t &= \sum SCE_x \\ &= \sum SCE_{x^i} \end{aligned} \quad (1.8)$$

De manière générale, si une telle variance résiduelle ne peut être construite, il est inutile de calculer l'ANOVA : ses résultats seraient inexploitable.

2.1.3 Test de Fisher-Snedecor

Le test de Fisher-Snedecor permet d'utiliser la loi statistique dite de Fisher (ou loi F) pour comparer deux variances. Cette loi travaille sur un quotient de variances et prend en compte le nombre de degrés de liberté de chacune d'elles. Les variances concernées doivent être celles de variables aléatoires à distribution normale et à variances constantes.

On calcule alors pour chaque facteur (ou interaction) considéré (e), le ratio F_{obs} , tel que :

$$F_{obs} = \frac{CM_x}{CM_r} \quad (1.9)$$

La variance associée au facteur ou à l'interaction étudié(e) (CM_x) peut être considérée comme égale à la variance résiduelle (CM_r) si le rapport F_{obs} est faible, i.e. inférieur à une valeur seuil statistique. On définit ainsi l'hypothèse statistique H_0 , selon laquelle l'affirmation précédente est vraie. Si c'est le cas, F_{obs} est alors une valeur observée d'une variable F de Fisher-Snedecor, à ddl_f et ddl_r degrés de liberté.

L'hypothèse H_0 doit être rejetée au niveau α , lorsque :

$$P(F \geq F_{obs}) \leq \alpha \quad (1.10)$$

Ou, de manière équivalente, quand :

$$F_{obs} \geq F_{1-\alpha} \quad (1.11)$$

Avec $F_{1-\alpha}$ la fonction de répartition, pour une probabilité cumulée égale à $1-\alpha$. Ainsi, par exemple :

Si l'on obtient $F_{obs} = 62$ pour $ddl_f = 4$ et $ddl_r = 5$, on trouve une probabilité inférieure à 0.0002 pour que la variance du facteur soit du même ordre que la variance résiduelle et le facteur est significatif au niveau de 99.98%.

Il est courant d'utiliser un tableau réunissant les résultats des calculs précédents. Il peut prendre la forme suivante (tableau 5):

Sources de variation	ddl	Somme des carrés des écarts	Carrés moyens	F_{obs}	Probabilité P	Source influente ?
Facteur 1	ddl_1	SCE_1	$CM_1 = SCE_1 / ddl_1$	CM_1 / CM_r	$P(F \geq F_{obs})$	$P < \alpha ?$
...		
Facteur f	ddl_f	SCE_f	$CM_f = SCE_f / ddl_f$	CM_f / CM_r		
...		
Facteur k	ddl_k	SCE_k	$CM_k = SCE_k / ddl_k$	CM_k / CM_r		
Interaction fg	ddl_{fg}	SCE_{fg}	$CM_{fg} = SCE_{fg} / ddl_{fg}$	CM_{fg} / CM_r		

...		
Variation résiduelle	ddl _r	SCE _r	CM _r =SCE _r /ddl _r			
Totaux	ddl _t	SCE _t				

Tableau 5: Tableau d'analyse de variance de screening [63]

2.1.4 Rejet de facteurs

L'analyse de la variance évalue la probabilité que les variances des termes à évaluer soient significativement différentes de la variance résiduelle.

Ces résultats permettent donc de déterminer les facteurs et les interactions dont les probabilités sont inférieures à un niveau fixé arbitrairement. Selon ce niveau de signification, ces termes peuvent être rejetés, c'est-à-dire supprimés de l'étude et ne pas être considérés comme facteurs influents.

Cette opération est importante, car en diminuant le nombre de dimensions du problème, elle autorise et favorise l'utilisation de démarches coûteuses et généralement dépendantes du nombre de facteurs : il s'agit principalement de l'analyse de RSM et des optimisations par plans d'expériences.

Le test de Fisher opéré dans l'analyse de la variance (ANOVA) étant réalisé en prenant la variance résiduelle comme référence, ses résultats en dépendent. Ainsi, le nombre de facteurs rejetés peut être différent suivant le modèle calculé, et par voie de conséquence suivant le plan de screening réalisé.

2.2 Méthode de surface de réponse

La méthode de surface de réponse (MSR) est le second volet de la méthode des plans d'expériences. Elle vient ainsi s'appliquer à la suite de la technique de screening. Elle n'utilise que les facteurs précédemment jugés influents. Elle est utilisée aussi sous le sigle d'origine anglo-saxon RSM (Response Surface Methodology).

La technique MSR vise à déterminer d'une façon quantitative les variations de la fonction réponse vis-à-vis des facteurs d'influence significative [69,70].

2.2.1. Modèle à régression polynomiale

La modélisation par surface de réponses peut se faire en utilisant les modèles à régression polynomiale. Ces derniers sont destinés à analyser les résultats des plans d'expériences physiques, à créer des modèles empiriques à partir des valeurs observées et à interpréter statistiquement les résultats.

Dans le cadre de la régression polynomiale, on cherche à approximer la fonction Y (réponses du plan d'expériences) par une fonction polynomiale \hat{Y} tel que :

$$\hat{Y} = \beta_0 + \sum_i \beta_i x_i + \sum_i \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{ij} \beta_{ij} x_i x_j \quad (1.12)$$

La détermination des coefficients nécessite au moins autant de couples distincts. Dans la pratique, on dispose généralement d'un nombre de mesures supérieur au nombre de coefficients. La détermination des coefficients se fait alors par la méthode des moindres carrés.

Estimation des coefficients des modèles polynomiaux

Considérons un modèle polynomial de la réponse, exprimée en fonction de k facteurs. Ce modèle fournit la valeur de la fonction réponse $y_{mod}(x^i)$ en tout point de coordonnées x^i , pour lequel on a :

$$y_{mod}(x^i) = f_x(x^i) \cdot \beta \quad (1.13)$$

Dans le cas de la réalisation d'une série de N expériences, la variable x prend des valeurs différentes. Notons les x^1, x^2, \dots, x^N .

On peut donc écrire :

$$y_{mod}(x^i) = X \cdot \beta \quad (1.14)$$

Avec :

$Y_{mod} = [y_{mod}(x^1) \ y_{mod}(x^2) \ \dots \ y_{mod}(x^N)]'$ le vecteur des N valeurs de réponses modélisée ;

$X = [f_x(x^1) \ f_x(x^2) \ \dots \ f_x(x^N)]'$ la matrice d'expériences bâtie à partir des N points x^1, x^2, \dots, x^N , et permettant le calcul d'un modèle polynomial à p coefficients. Le nombre de facteurs est k . Une telle matrice d'expériences de RSM n'est en général pas carrée.

Dans la pratique, le problème est différent, dans la mesure où :

- Le vecteur des réponses y est connu puisqu'il contient les réponses expérimentales ;
- Le vecteur des coefficients β est indéterminé et doit être estimé ;
- Il peut exister une erreur de mesure (e), pour chaque valeur de y .

Dans un premier temps, on doit alors considérer la relation :

$$y = X \cdot \beta + e \quad (1.15)$$

Etant données les caractéristiques propres aux expériences virtuelles, il résulte qu'il ne peut exister d'erreur de mesure ; le vecteur e est donc nul. En effet, lancer 2 fois la même simulation débouchera sur l'obtention de 2 valeurs de résultats identiques.

Par conséquent, on arrive à la relation $y = X \cdot \beta$, et donc finalement à $y = y_{mod}$. Cette dernière égalité signifie que le modèle passe exactement par les N points d'expérience. Mis à part tout cas fortuit, cela implique que les coefficients du modèle sont déterminés de façon univoque, et donc que ces p éléments constituent la solution unique des N relations linéaires données par $y = X \cdot \beta$. On en déduit que

$N = p$, la matrice X est donc ici saturée (carrée).

On remarque accessoirement que l'on doit toujours avoir $N \geq p$. Pour $N < p$, le système ci-dessus serait sous-déterminé.

Cependant, l'égalité $N = p$ n'est qu'un cas particulier. Ainsi, pour les situations plus courantes où

$N > p$, les modèles utilisés ne passent plus exactement par les points d'expériences. Les coefficients de tels

Polynômes modélisateurs sont alors calculés (estimés) afin de minimiser un critère donné. Celui des moindres carrés est bien sûr le plus connu et le plus utilisé.

Pour chaque expérience existe alors un écart dit de modélisation, entre les valeurs mesurées et calculées de la réponse. Le vecteur ε représentera ces grandeurs.

On aboutit alors à la relation qui suit :

$$y = X \hat{\beta} + \varepsilon \quad (1.16)$$

Mathématiquement, le vecteur ε des résidus se définit donc comme :

$$\varepsilon = y - y_{mod} \quad (1.17)$$

L'objectif est donc le calcul du vecteur $\hat{\beta}$, valeur estimée du vecteur β .

Il est clair que l'estimation $\hat{\beta}$ doit être réalisée telle que l'erreur de modélisation soit minimale.

Le critère des moindres carrés traduit cette exigence par un objectif équivalent :

$$\|\varepsilon\|^2 = \|y - X \cdot \hat{\beta}\|^2 \text{ minimal}$$

Pour cela on cherche à trouver ε tel que : $\frac{\partial \varepsilon' \cdot \varepsilon}{\partial \hat{\beta}} = 0$

D'où on déduit l'expression connue de $\hat{\beta}$ déduite par la méthode des moindres carrés (pseudo-inverse de Moore-Penrose) :

$$\hat{\beta} = (X' \cdot X)^{-1} \cdot X' \cdot y \quad (1.18)$$

Avec X' : la transposée de X

On peut montrer les résultats suivants :

$\hat{\beta}$ constitue bien un minimum pour $\varepsilon' \cdot \varepsilon$;

$\hat{\beta}$ est un estimateur sans biais de β ;

$\hat{\beta}$ est, de tous les estimateurs sans biais de β de la forme $B \cdot y$ ($B = (X' \cdot X)^{-1} \cdot X'$), celui de la variance minimale.

2.2.2. Analyse de la variance sur modèle

L'analyse de la variance vue dans le cadre du screening peut également servir à tester la validité d'un modèle entier.

La valeur de $\hat{\beta}$ peut être obtenue par un raisonnement différent. On peut ainsi concevoir la grandeur $y_{mod} = \hat{\beta} \cdot X$ comme le résultat d'une projection D-orthogonale de y sur le sous espace W de dimension v , engendré par les variables correspondant à chacune des v colonnes de la matrice d'expériences X .

La définition mathématique d'un projecteur D-orthogonal étant $X \cdot (X' \cdot D \cdot X)^{-1} \cdot X' \cdot D$, on a donc :

$$y_{mod} = X \cdot (X' \cdot D \cdot X)^{-1} \cdot X' \cdot D \cdot y \quad (1.19)$$

Pour le projecteur particulier $D = \frac{1}{N} I_N$, on retrouve bien l'expression de $\hat{\beta}$ déjà trouvée.

Le fait que y_{mod} soit une projection orthogonale de y provoque l'apparition d'un triangle rectangle de côtés $y - 0 = y$, $y_{mod} - 0 = y_{mod}$ et $\varepsilon = y - y_{mod}$. 0 est le point d'origine appartenant au sous-espace W .

Le théorème de Pythagore peut donc s'appliquer :

$$y' \cdot y = y'_{mod} \cdot y_{mod} + \varepsilon' \cdot \varepsilon \quad (1.20)$$

Dans l'expression de la réponse mesurée y , le terme $X \cdot \beta$ appartient lui aussi à W mais est distinct de y_{mod} . On peut donc faire apparaître un second triangle rectangle de côtés $\varepsilon = y - y_{mod}$, $e = y - X \cdot \beta$ et

$X \cdot \hat{\beta} - X \cdot \beta$; on peut donc écrire de la même façon :

$$\varepsilon' \cdot \varepsilon = (y - X \cdot \beta)' \cdot (y - X \cdot \beta) - (X \cdot \hat{\beta} - X \cdot \beta)' \cdot (X \cdot \hat{\beta} - X \cdot \beta) \quad (1.21)$$

Le terme $\varepsilon' \cdot \varepsilon$ se révélera être important dans les investigations qui vont suivre. Il représente la somme des carrés des résidus, i.e. des écarts entre les réponses mesurées et les réponses calculées.

Suivant le contexte d'étude, on pourra ainsi être amené à noter cette quantité par l'écriture équivalente SCE.

L'analyse de la variance sur modèles complets repose entièrement sur la relation vue plus haut :

$$y' \cdot y = y'_{mod} \cdot y_{mod} + \varepsilon' \cdot \varepsilon \quad (1.22)$$

Le membre de gauche est appelé somme des carrés totaux ; il est aussi noté SCT.

Le terme $y'_{mod} \cdot y_{mod}$ correspond à la somme des carrés dus à régression (c'est-à-dire au modèle) ; il est noté également SCR.

On a donc l'égalité $SCT = SCR + SCE$, qui n'est autre qu'une écriture particulière de l'équation d'analyse de variance.

De ces sommes de carrés, on déduit les carrés moyens en divisant par les degrés de liberté correspondants.

Ainsi, les carrés moyens CMR dus à la régression sont :

$$CMR = \frac{SCR}{p} \quad (1.23)$$

Les carrés moyens CME associés aux écarts valent :

$$CME = \frac{SCE}{N-p} \quad (1.24)$$

CME est une estimation non biaisée de la variance expérimentale σ^2 .

Le nombre de degrés de libertés total est $(N - p) + p = N$, qui correspond bien au nombre de simulations du plan d'expériences.

On effectue alors le test de Fisher-Snedecor. Pour le modèle considéré, on calcule le ratio :

$$F_{obs} = \frac{CMR}{CME} \quad (1.25)$$

La variance due à la régression (CMR) peut être considérée du même ordre que la variance résiduelle (CME) si le rapport est F_{obs} inférieur à une valeur seuil statistique. L'hypothèse nulle H_0 sous-jacente revient à dire que $\beta = 0$. Sous cette hypothèse, F_{obs} est alors une valeur observée d'une variable F de

Fisher-Snedecor, à p et $(N-p)$ degrés de liberté. L'hypothèse H_0 doit être rejetée au niveau α quand :

$$P(F \geq F_{obs}) \leq \alpha$$

On utilise couramment le tableau 6 d'analyse de variance pour réunir ces informations.

Source de variation	ddl	Somme des carrés	Carrés moyens	Fobs	Probabilité P	Source influente ?
Régression (modèle)	p	SCR	CMR	CMR/CME	$P(F \geq F_{obs})$	$P < \alpha$
Résidus	N-p	SCE	CME			
Total	N	SCT				

Tableau 6: Tableau d'analyse de la variance sur modèle - Cas général

La qualité du modèle est mesurée par le calcul du coefficient de corrélation R^2 :

$$R^2 = \text{SCR} / \text{SCT} \quad (1.26)$$

2.2.3. Calcul des contributions de facteurs et interactions

Pour quantifier l'influence d'un(e) facteur (interaction) sur la réponse, le pourcentage de contribution d'un (e) facteur (interaction) x est calculé avec les coefficients de Fisher en utilisant la formule suivante :

$$C_x(\alpha) = \frac{F_x(\alpha)}{\sum F_x(\alpha)} \times R^2 \quad (1.27)$$

Avec :

α : Intervalle de confiance

F_x : Coefficient de Fisher du facteur ou de l'interaction x

R^2 : Coefficient de corrélation

2.3 Test de Kruskal-Wallis

Le test de Kruskal-Wallis est un test non paramétrique utilisé afin de déterminer si k échantillons indépendants proviennent d'une même population ou si au moins un échantillon provient d'une population différente des autres. Il est utilisé dans le cas où les critères de l'ANOVA ne sont pas vérifiés. Ce test consiste à :

- Poser l'hypothèse nulle H_0 (les échantillons proviennent de la même population) et l'alternative H_1 (les échantillons proviennent de populations différentes). Si on désigne par M_i la médiane du paramètre i , les hypothèses nulles H_0 et alternatives H_1 sont les suivantes :
 - $H_0 : M_1 = M_2 = \dots = M_k$
 - $H_1 : \text{il existe au moins un couple } (i,j) \text{ tel que } M_i \neq M_j$
- Calculer la statistique de Kruskal-Wallis K et p -value ;
- Si p -value est supérieure à α (niveau de signification), on accepte H_0 . Sinon, on rejette H_0 .

Le calcul de la statistique K fait intervenir le rang des observations, une fois les k échantillons mélangés, K est défini par :

$$K = \frac{12}{N(N+1)} \times \sum_{i=1 \dots k} (R_i^2 - 3(N+1)) \quad (1.28)$$

Avec :

- $N = \sum n_i$; n_i est la taille de l'échantillon i
- R_i : la somme des rangs pour l'échantillon i
- p-value : est la probabilité que les k échantillons considérés n'appartiennent pas à la même population

V. Conclusion

Ce chapitre présente une revue bibliographique sur les paramètres matériau/procédé et leurs influences sur les propriétés des produits de fonderie sous pression, ainsi que les méthodes statistiques de plans d'expériences et les outils d'analyse de la variabilité. Nous constatons d'après cette synthèse que la plupart des travaux disponibles dans la littérature examinent l'influence des éléments d'alliage ou des paramètres procédé séparément. Aussi, ces travaux n'étudient pas la variabilité Matériau/Procédé en considérant un champ de variation bien établi. Ce qui explique notre choix de traiter la problématique productique en fonderie sous pression de la transformation des alliages d'aluminium liée à la variabilité matériau et la robustesse procédé en fabrication universelle. Les résultats attendus de cette étude permettront donc de prédire la convergence du couple matériau/procédé en relation avec le cahier des charges du produit, et par la suite d'améliorer les propriétés mécaniques des pièces coulées dès la phase de la conception.

Nous abordons maintenant les essais mécaniques et les procédures expérimentales réalisés tout au long de la thèse, en commençant par la présentation des plans d'expériences utilisés, puis la description des moyens et protocoles expérimentaux pour la caractérisation de la variabilité des caractéristiques mécaniques.

CHAPITRE II : PROCEDURES EXPERIMENTALES

I. Introduction

Pour comprendre l'influence de la composition chimique du matériau, des paramètres procédé et de la géométrie sur la tenue mécanique des pièces automobiles fabriquées en fonderie sous pression, il a été choisi de réaliser des essais mécaniques sur des éprouvettes prélevées sur une pièce réelle et non pas sur des éprouvettes coulées. Pour cela, une pièce (figure 27) représentative des pièces RENAULT produites en fonderie sous pression en alliages d'aluminium Al-Si-Cu a été sélectionnée puis moulée avec différents nuances d'alliages Al-Si-Cu et différents paramètres procédé comme expliqué par la suite. Cette pièce est un support du groupe motopropulseur (GMP) dans le véhicule.

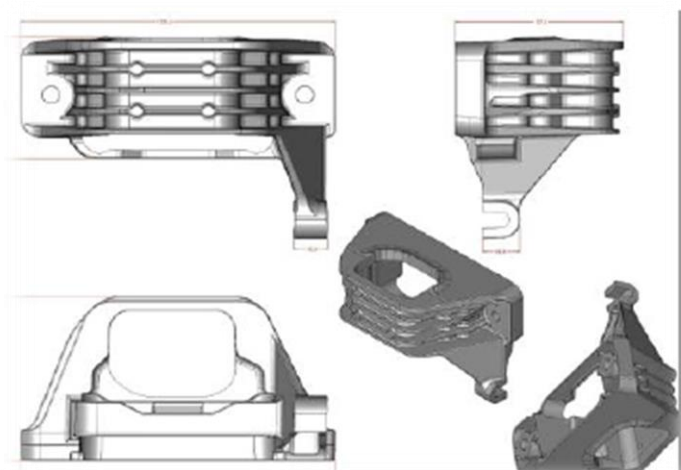


Figure 27: Pièce coulée

II. Plan d'expériences

Pour étudier les propriétés mécaniques en fonction de la variabilité Matériau et Procédé, nous avons mis en œuvre la méthode des plans d'expériences. Afin de maîtriser la variabilité matière en liaison avec une robustesse procédé optimale, deux plans d'expériences ont été mis en place :

1. Plan «Matériau »

Ce premier plan d'expérience cherche à identifier et à quantifier l'influence des éléments principaux des alliages Al-Si-Cu étudiés sur les caractéristiques des pièces coulées indépendamment du procédé. Les paramètres procédés sont alors figés.

Les facteurs d'entrée matériau sont : le pourcentage massique du silicium, le pourcentage massique du cuivre et le pourcentage massique du magnésium.

Dans cette analyse, les plans de Rechtschaffner ont été choisis. Ce sont des plans factoriels fractionnaires simplifiés qui permettent de déterminer les effets des facteurs et des interactions d'ordre deux. Toutes les autres interactions sont supposées nulles avant même l'expérimentation. Le modèle mathématique adopté au départ de l'étude est donc polynomial quadratique avec interactions [64].

Le plan de Rechtschaffner peut être utilisé à la fois pour la technique de screening et pour la méthode de surface de réponse. Les plans à trois niveaux sont les mieux adaptés pour l'optimisation car ils permettent non seulement d'identifier les facteurs influents mais aussi de quantifier la variabilité des réponses en fonction de la variabilité des facteurs d'entrée.

Il suffit de choisir un plan fractionnaire de résolution III (plan fractionnaire dans lequel sont pris en compte les facteurs principaux prenant deux niveaux et les interactions d'ordre 2) pour obtenir un plan de Rechtschaffner. Mais l'idée de ne déterminer que les effets principaux et les interactions d'ordre deux a été étendue par Rechtschaffner aux plans du second degré et aux facteurs prenant trois niveaux. Ces plans spéciaux sont indiqués dans le tableau 7 pour le cas de trois facteurs X1, X2 et X3 à trois niveaux -1, 0 et 1. Le nombre de combinaisons des niveaux des facteurs de ce plan est de onze avec répétition de la 11^{ème} combinaison trois fois, ce qui donne au total treize essais. Ce plan est celui adopté pour la réalisation des expériences du premier plan appelé plan « matériau ».

<i>N° Essai</i>	X1	X2	X3
1	-1	-1	-1
2	-1	1	1
3	1	-1	1
4	1	1	-1
5	-1	-1	1
6	-1	1	-1
7	1	-1	-1
8	1	0	0
9	0	1	0
10	0	0	1
11	0	0	0
12	0	0	0
13	0	0	0

Tableau 7: Plan de Rechtschaffner pour trois facteurs à trois niveaux

Pour les alliages Al-Si-Cu, les pourcentages massiques des éléments chimiques (Si, Cu et Mg) varient non seulement d'un pays à l'autre, mais ils peuvent varier aussi d'un site de fabrication à un autre dans le même pays.

- La teneur en Si ne dépasse pas 11% en Europe (9,6-11% pour AlSi9Cu3), mais peut aller jusqu'à 12% en Chine et au Japon (9,6-12% pour l'ADC12) et elle varie de 11 à 13% en Russie (AK12M2).

- Le pourcentage massique en cuivre varie de 2,7% à 3,5% en Europe, mais peut être plus bas au Japon (1,5-3,5%), et en Russie (1,8-2,5%).
- Pour les alliages équivalents à l'AlSi9Cu3, la teneur en Mg est limitée à 0,1% aux USA (A380). Elle peut aller de 0,2-0,34 % en Europe, et est inférieure à 0,3 en Chine et au Japon.

Compte tenu de cette variabilité matériau, les intervalles de variation des éléments d'alliage Si, Cu et Mg ont été choisis en considérant l'intervalle qui englobe tous les alliages utilisés par Renault et/ou alliances dans le monde. Ainsi, les intervalles de variation du %Si, %Cu et %Mg sont respectivement [9,7-12,7], [1,5-3,3] et [0-0,4].

Le tableau 8 ci-dessous regroupe l'ensemble des 11 alliages du plan d'expériences « matériau » avec leur composition chimique (variation de trois éléments chimiques principaux : taux de silicium, taux de cuivre et taux de magnésium, avec trois niveaux pour chaque élément). Les autres éléments non influents sont fixés et leurs valeurs correspondent aux moyennes des alliages (avant la coulée) utilisées par Renault et/ou alliances dans le monde. Ces alliages contiennent donc la même teneur en Zn, Fe et Mn, des traces en Ti, Cr, Pb, Sn et Ni.

Alliages	%Si	%Cu	%Mg	%Zn	%Fe	%Mn	%Ti	%Ni	%Pb	%Sn	%Cr
A	9,7 \pm 0,15	1,5 \pm 0,1	0	1 \pm 0,02	0,82 \pm 0,02	0,2 \pm 0,02	0,04	0,06	0,04	0,03	0,04
B	9,7 \pm 0,15	3,3 \pm 0,1	0,4 \pm 0,02								
C	12,7 \pm 0,15	1,5 \pm 0,1	0,4 \pm 0,02								
D	12,7 \pm 0,15	3,3 \pm 0,1	0								
E	9,7 \pm 0,15	1,5 \pm 0,1	0,4 \pm 0,02								
F	9,7 \pm 0,15	3,3 \pm 0,1	0								
G	12,7 \pm 0,15	1,5 \pm 0,1	0								
H	12,7 \pm 0,15	2,4 \pm 0,1	0,2 \pm 0,02								
I	11,2 \pm 0,15	3,3 \pm 0,1	0,2 \pm 0,02								
J	11,2 \pm 0,15	2,4 \pm 0,1	0,4 \pm 0,02								
K	11,2 \pm 0,15	2,4 \pm 0,1	0,2 \pm 0,02								

Tableau 8: Liste des alliages du plan d'expériences

2. Plan « Matériau-Procédé »

Le deuxième plan appelé plan « Matériau-Procédé » est un plan d'essais simple à deux niveaux avec interactions (tableau 9). Le but de ce dernier est d'identifier l'influence de l'interaction matériau/procédé. Il consiste à choisir trois alliages déjà étudiés dans le premier plan et à faire varier les deux paramètres procédé suivants :

- La pression sur le métal contrôlée par la pression 3^{ème} phase
- La température du métal coulé.

<i>Alliages</i>	<i>Température du métal coulé</i>	<i>Pression sur le métal</i>
B	1	1
	1	-1
	-1	1
	-1	-1
C	1	1
	1	-1
	-1	1
	-1	-1
E	1	1
	1	-1
	-1	1
	-1	-1

Tableau 9 : Plan d'essais simple avec interactions

Le choix des trois alliages B, C et E du deuxième plan s'est basé sur les résultats du premier plan et sur la littérature. En effet, le silicium peut diminuer la porosité dans l'alliage grâce à sa bonne coulabilité mais il peut aussi fragiliser le matériau à cause de sa contribution dans la formation des intermétalliques riches en fer [13]. Contrairement au cuivre qui lui augmente le pourcentage de porosités en particulier les micro-retassures [23], mais augmente la résistance du matériau grâce à la formation des phases inter-dendritiques Al_2Cu [22]. Pour déterminer l'interaction du silicium et du cuivre avec la température du métal coulé et la pression sur le métal, ces deux principaux éléments d'alliage ont été variés en deux niveaux (tableau 10).

<i>Alliages</i>		<i>%Si</i>	<i>%Cu</i>	<i>%Mg</i>	<i>Pm (bar)</i>	<i>T_m(°C)</i>
B	B_{HP-HT}	9,7 ^{0,15}	3,3 ^{0,1}	0,4 ^{0,02}	HP	HT
	B_{BP-HT}				BP	HT
	B_{HP-BT}				HP	BT
	B_{BP-BT}				BP	BT
C	C_{HP-HT}	12,7 ^{0,15}	1,5 ^{0,1}	0,4 ^{0,02}	HP	HT
	C_{BP-HT}				BP	HT
	C_{HP-BT}				HP	BT
	C_{BP-BT}				BP	BT
E	E_{HP-HT}	9,7 ^{0,15}	1,5 ^{0,1}	0,4 ^{0,02}	HP	HT
	E_{BP-HT}				BP	HT
	E_{HP-BT}				HP	BT
	E_{BP-BT}				BP	BT

Tableau 10 : Plan d'essais Matériau-Procédé

La haute pression (HP : $1275^{\pm 75}$ bar) et la haute température (HT : $680^{\pm 20}$ °C) du plan « matériau-procédé » sont celles utilisées dans le premier plan. Ce sont les paramètres qui permettent d'avoir une bonne coulée et une bonne santé matière pour la pièce. La basse température (BT : $630^{\pm 20}$ °C) a été choisie afin d'évaluer la possibilité de couler à basse température tout en prenant en compte la condition de coulabilité de l'alliage, tandis que la basse pression (BP : $875^{\pm 75}$ bar) a été choisie en considérant la valeur minimale de la pression utilisée dans l'industrie en HPDC (la pression sur le métal varie généralement entre 800 bar et 1200 bar).

III. Protocole de la coulée HPDC

1. Préparation du métal

Pour chacun des 11 alliages, une quantité de 300 kg environ a été fondue dans un four (voir figure 28). Elle a été maintenue dans le même four à une température de $680^{\pm 20}$ pendant une durée minimale d'une heure pour assurer la fusion de l'alliage.



Figure 28 : Four de maintien utilisé lors des coulées

Pour les trois alliages du deuxième plan, une fois que la coulée des pièces à haute température et pour les deux pressions est réalisée, la température du maintien est réglée à $630^{\pm 20}$ pour la coulée des pièces à basse température.

Avant la coulée, la composition de chacun des alliages est contrôlée à l'aide d'un spectromètre de masse. Le but est de vérifier la composition des principaux éléments Si, Cu et Mg.

2. Coulée des pièces

A l'aide d'une louche, le fondeur puise l'alliage dans le four en essayant d'écarter la peau d'oxyde de surface avant de remplir la louche. Ainsi, l'alliage contenu dans la louche ne contient pas d'oxyde en surface et à cœur. Mais, une nouvelle peau d'oxyde aspire à se reformer spontanément à la surface pendant le déplacement de la louche vers le piston. Pour éviter cette couche d'oxyde, la louche est équipée d'un siphon qui empêche à la peau d'être versée lors de la coulée.

La température de l'alliage décroît assez rapidement. Il faut donc remplir le moule suffisamment rapidement afin de garantir une température suffisante de l'alliage. Mais un remplissage trop rapide peut provoquer un écoulement excessivement turbulent dans le moule. Ce brassage peut emprisonner de l'air par exemple. D'où la nécessité de trouver un compromis entre rapidité de remplissage et moindres turbulences de l'écoulement.



Figure 29: La presse et le moule utilisés pour les coulées

La figure 29 présente le moule et la presse utilisés pour les coulées. La presse est une presse de 350 Tonnes.

Pour chacune des conditions de coulée des deux plans d'expériences, 20 à 30 pièces ont été coulées en respectant les paramètres procédé donnés dans les tableaux 11 et 12 et définis comme :

- VI_1, VI_2 : Vitesses de la 1ère phase, ce sont les vitesses d'avance du piston jusqu'aux attaques de coulée (figure 30).
- VII : Vitesse de la 2ème phase, qui conditionne la vitesse aux attaques et le temps de remplissage
- PIII : ou Pression de multiplication (PM), c'est la pression appliquée au piston pendant la 3ème phase qui conditionne la pression spécifique
- PS : Pression spécifique, c'est la pression réelle appliquée sur le métal. Elle a pour objectif de compenser le retrait de solidification et d'éviter la formation des défauts de fonderie
- VA : Vitesse de remplissage aux attaques de coulée
- Tm : Température du métal coulé.

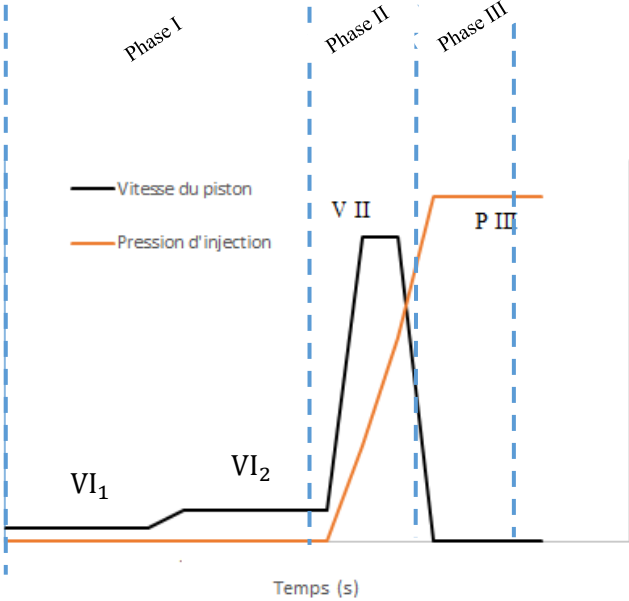


Figure 30 : Phases de procédé HPDC

<i>Alliages</i>	VI_1 (m/s)	VI_2 (m/s)	VII (m/s)	PIII (bar)	PS (bar)	VA (m/s)	T_m (°C)
A	0,09	0,2	2	275	1280	31	681
B	0,09	0,2	2	274	1281	30	692
C	0,09	0,2	2	274	1281	30	665
D	0,09	0,2	2	277	1275	30	682
E	0,09	0,2	2	272	1281	32	674
F	0,09	0,2	2	275	1282	31	680
G	0,09	0,2	2	273	1280	30	691
H	0,09	0,2	2	275	1281	31	703
I	0,09	0,2	2	275	1282	31	661
J	0,09	0,2	2	274	1281	32	680
K	0,09	0,2	2	275	1285	31	679

Tableau 11 : Paramètres procédé mesurés du plan « Matériau »

<i>Alliages</i>	VI_1 (m/s)	VI_2 (m/s)	VII (m/s)	PIII (bar)	PS (bar)	VA (m/s)	T_m (°C)
B_{HP-HT}	0,09	0,2	2	274	1281	30	692
B_{BP-HT}	0,09	0,2	2	178	820	31	682
B_{HP-BT}	0,09	0,2	2	271	1238	31	618
B_{BP-BT}	0,09	0,2	2	184	846	31	622
C_{HP-HT}	0,09	0,2	2	274	1281	30	665
C_{BP-HT}	0,09	0,2	2	183	841	31	680
C_{HP-BT}	0,09	0,2	2	270	1237	30	631
C_{BP-BT}	0,09	0,2	2	183	844	31	623
E_{HP-HT}	0,09	0,2	2	272	1281	32	674
E_{BP-HT}	0,09	0,2	2	182	838	30	670
E_{HP-BT}	0,09	0,2	2	267	1222	30	611
E_{BP-BT}	0,09	0,2	2	187	868	30	619

Tableau 12 : Paramètres procédé mesurés du deuxième plan « matériau/procédé »

IV. Techniques de caractérisation

L'ensemble des essais mécaniques et des analyses microstructurales ont été réalisés sur des échantillons et/ou des éprouvettes prélevées dans les zones Z1, Z2, Z3 et Z4 des pièces coulées (voir figure 31) :



Figure 31: Zones de prélèvement des éprouvettes de caractérisation

1. Préparation métallographique

La préparation des échantillons pour les observations microstructurales au microscope optique (MO) et/ou au microscope électronique à balayage (MEB) a été réalisée en plusieurs étapes :

- Prélèvement d'échantillons dont la taille ne dépasse pas 1cm^3 dans les zones Z1, Z2, Z3 et Z4 détaillées ci-dessus.
- Enrobage des échantillons : il consiste à enrober les échantillons dans une résine liquide qui durcit par polymérisation. Cette opération facilite le maintien des échantillons pendant le polissage
- Polissage mécanique: par polissages successifs à l'aide d'abrasifs de plus en plus fins (Jusqu'à $1\ \mu\text{m}$) ;
- Attaque chimique : dans une solution aqueuse avec 95 ml H_2O ; 2,5 ml HNO_3 ; 1,5 ml HCL et 1 ml HF (Keller) ;
- Nettoyage à l'éthanol et séchage de l'échantillon.

2. Caractérisation de la microstructure

Les observations de la microstructure ont été réalisées en utilisant le microscope optique et le microscope électronique à balayage. En effet, les observations au microscope optique ont permis de caractériser macroscopiquement les alliages (avec un grossissement allant jusqu'à $\times 100$). Alors que les observations par microscope électronique à balayage ont été réalisées pour visualiser les composés de taille petite. Le MEB a été utilisé conjointement avec l'analyse dispersive en énergie (EDS) en travaillant avec une source d'électrons fonctionnant à 15 kV pour l'analyse de la composition chimique des composés de la microstructure.

3. Essais mécaniques

3.1 Traction

Les éprouvettes de traction ont été prélevées et usinées chez un sous-traitant (NUMECA). Pour chacune des conditions de coulée des deux plans, trois pièces ont été nécessaires pour ces essais.

Deux éprouvettes plates et une ronde ont été prélevées dans trois zones différentes (Z1 et Z2 pour les éprouvettes plates, Z4 pour les éprouvettes rondes, voir figure 31) de chacune des pièces.

Avant de réaliser les essais de traction, les éprouvettes de traction ont subi un contrôle radiographique dans l'objectif d'analyser la porosité sur ces éprouvettes.

Protocole expérimental

Les essais de traction ont été réalisés selon la norme NF EN ISO 6892-1 avec une vitesse de traverse de 2mm/min.

Les essais de traction ont été réalisés au laboratoire MSMP. Après étalonnage de la machine 4482 Instron, des essais croisés ont été nécessaires pour la validation de cette machine. Ces essais ont été effectués avec un laboratoire extérieur approuvé par RENAULT sur des éprouvettes provenant d'un même alliage et prélevées dans la même zone.

La figure 32 présente les courbes de traction des six éprouvettes qui ont fait l'objet de ces essais :

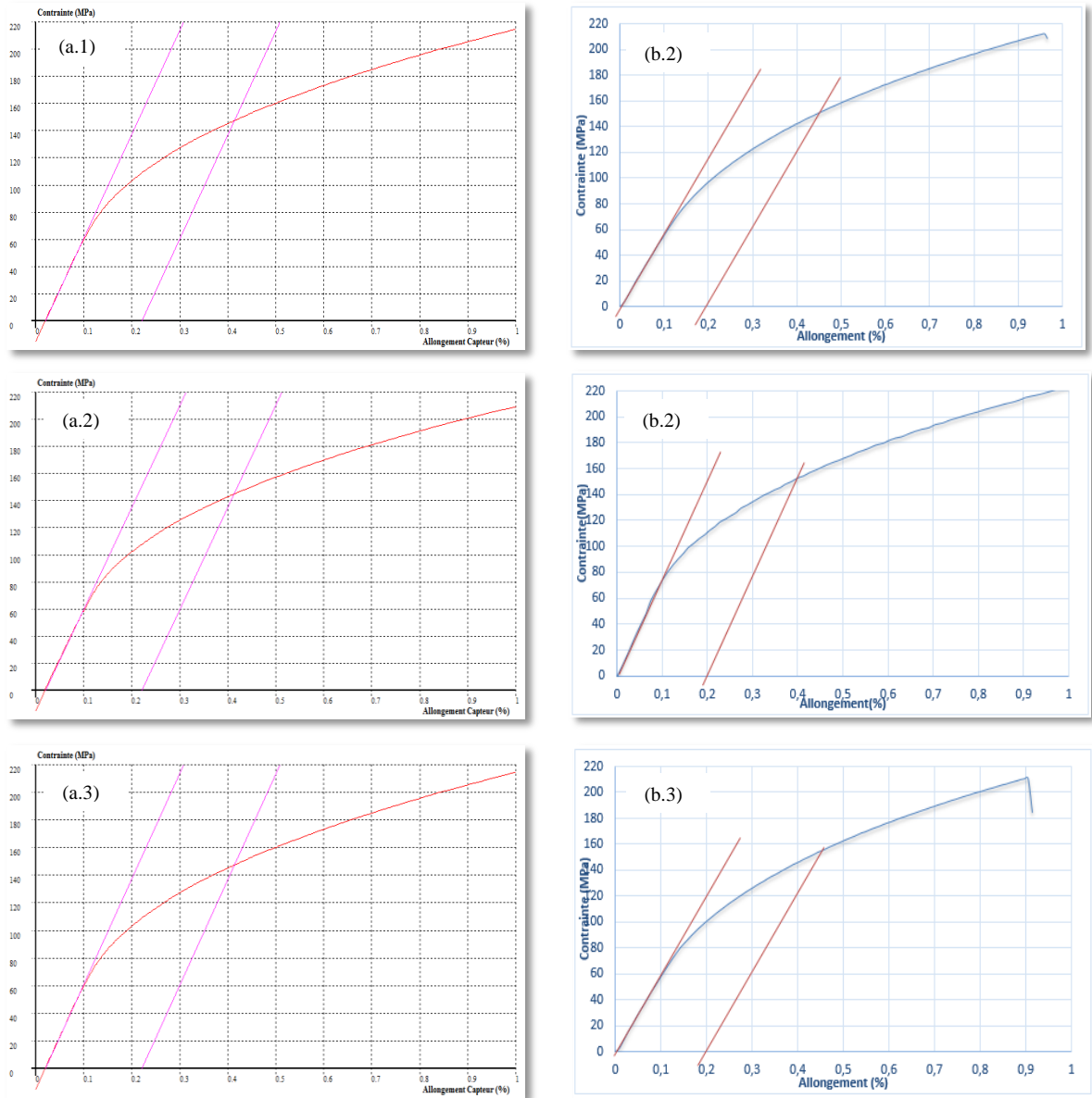


Figure 32: Courbes de traction des éprouvettes testées par SOLSI-TEC (a, 1), (a,2), (a,3) et celles testées au laboratoire MSMP (b,1), (b,2), (b,3)

L’objectif des essais de traction est de déterminer $R_{p0,2}$ la limite d’élasticité à 0,2%, R_m la résistance à la traction et $A\%$ l’allongement à la rupture.

On remarque qu’en général, les courbes se ressemblent. Les valeurs obtenues de R_m , $R_{p0,2}$ et $A\%$ sont données dans le tableau 13 :

<i>Laboratoire extérieur (SOLSI-TEC)</i>				<i>Laboratoire MSMP</i>			
<i>Epr</i>	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A(%)	<i>Epr</i>	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A(%)
1	148	221	1,6	1	150	238	1,2
2	145	214	1,1	2	148	211	1
3	147	230	1,7	3	148	211	1,1

Tableau 13 : Résultats des essais croisés

La figure 33 présente les moyennes des propriétés de traction (R_m , $R_{p0,2}$ et $A\%$) obtenues pour chaque laboratoire. On remarque que ces moyennes sont comparables pour R_m et $R_{p0,2}$ ($< 2\text{MPa}$), avec un petit écart pour $A\%$ ($\approx 0,2\%$).

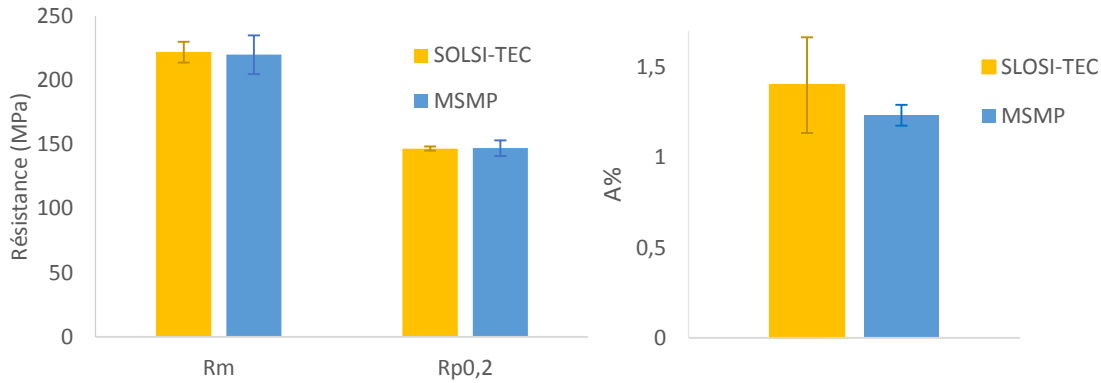


Figure 33: Comparaison des résultats des essais croisés

3.2 Mesure du module d'Young

Pour les mesures du module d'Young, les éprouvettes ont été prélevées dans trois pièces pour les 11 alliages dans la zone Z3 (figure 31).

Le module d'Young a été mesuré en utilisant la technique d'analyse de fréquence de résonance acoustique à température ambiante. Le principe de cette technique est décrit dans la norme ASTM E1876 [72].

Un petit marteau vient frapper la surface supérieure d'un solide créant ainsi une onde vibratoire stationnaire. Le solide ainsi excité peut vibrer simultanément sous plusieurs modes (flexion, torsion...). Chaque mode possède une fréquence de vibration fondamentale et des harmoniques. Toutefois, en considérant des géométries simples, telles que des poutres ou des plaques, il est possible d'obtenir un mode vibratoire prédominant. L'échantillon doit être frappé et la fréquence doit être mesurée à l'aide d'un capteur. Un schéma de principe du montage de mesure utilisé est présenté sur la figure 34. La configuration en flexion a été utilisée pour nos essais.

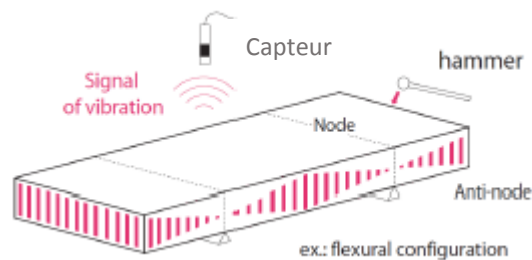


Figure 34 : Montage en flexion pour la mesure du module d'Young par résonance en fréquence [73]

Protocole expérimental

Pour chacun des 11 alliages, une éprouvette a été prélevée dans une même zone (Z3 de la figure 31) soit 33 éprouvettes parallélépipédiques ($50 \times 15 \times 5 \text{ mm}^3$).

La fréquence fondamentale f est déterminée par traitement du signal après acquisition des données à l'aide d'un appareil (Grindosonic). L'opération consiste à exciter l'éprouvette par une légère impulsion mécanique et à analyser le phénomène de vibration transitoire qui s'en suit. L'énergie acquise lors du choc se dissipe sous forme d'oscillations libres qui rapidement tendent vers le mode de vibration propre de l'éprouvette. Le module d'Young est calculé grâce à l'équation :

$$E = C \times \rho \times f^2, \quad (2.1)$$

Avec :

- ρ : la masse volumique
- C : une constante qui dépend du mode de vibration, de la forme et des dimensions de l'échantillon, et du coefficient du poisson du matériau (fixé à 0,3).

Les essais ont été réalisés chez RENAULT, la figure 35 présente le montage utilisé pour des mesures à température ambiante.



Figure 35: Dispositif de mesure du module d'Young

3.3 Dureté Brinell

Pour chacune des conditions de coulée des deux plans d'expériences, deux pièces ont été utilisées. Sur chacune des pièces, trois échantillons de dureté ont été prélevés dans les zones Z1, Z2 et Z3 (figure 31). Ces échantillons ($30 \times 30 \times 4 \text{ mm}^3$) ont été polis mécaniquement (papier abrasif : jusqu'à 800) permettant une mesure précise du diamètre de l'empreinte. Puis trois mesures ont été réalisées sur chacun des échantillons. Le nombre total de mesures pour chacune des conditions de coulée est de dix-huit mesures.

L'essai de dureté Brinell consiste à imprimer un pénétrateur (bille en métal dur de diamètre D) à la surface de la pièce ou de l'échantillon prélevé dans la pièce en lui appliquant une force F . Après enlèvement de la force, le diamètre d de l'empreinte laissée sur la surface est mesuré.

La dureté Brinell est proportionnelle au quotient obtenu en divisant la force d'essai par l'aire de la surface incurvée de l'empreinte (calotte sphérique).

Protocole expérimental

Les mesures de dureté ont été réalisées selon la norme 01-10-301 chez RENAULT.

Chaque valeur de dureté représente la moyenne de trois mesures par échantillon. Une force de 0,62 kN est appliquée avec une bille en carbure de tungstène de diamètre 2,5 mm.

4. Mesure de la porosité

La caractérisation de la porosité peut se faire par plusieurs méthodes, chacune d'entre elles est plus ou moins adaptée à la dimension de l'échantillon ou à la taille des pores. De plus, chaque méthode ne fournit qu'une caractérisation partielle de la porosité en termes de géométrie des pores (diamètre, surface, volume, etc.)

Dans notre étude, le taux de porosité a été mesuré en utilisant trois méthodes différentes : la microscopie, le contrôle radiographique et la densimétrie.

4.1 Mesure par microscopie

Elle consiste à observer au moyen d'un microscope optique ou électronique une coupe du matériau dont l'image peut être traitée pour augmenter le contraste entre les pores et le reste de l'échantillon. Cette méthode présente l'avantage d'obtenir certaines caractéristiques géométriques de la porosité comme la surface, la forme, le diamètre, mais ne permet pas de mesurer ou calculer son volume.

Protocole expérimental

Les échantillons préparés et polis pour les observations microstructurales ont été analysés avant attaque métallographique pour le calcul de la porosité surfacique. La surface de la porosité est calculée par analyse d'images. Cinq images avec un même grossissement sont prises pour chacun des échantillons. Un traitement d'images (seuillage) est réalisé pour séparer les porosités (en noir) du reste de l'échantillon (en blanc), voir figure 36. Ensuite le taux surfacique de porosité est calculé en divisant la surface des porosités par la surface de l'image analysée.

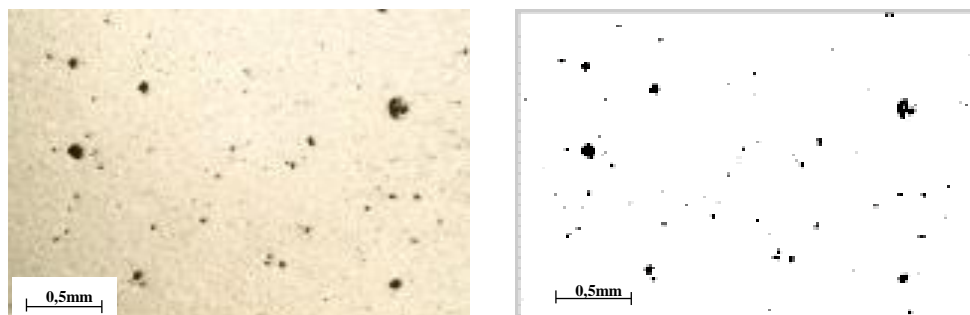


Figure 36 : Exemple de seuillage d'une image

4.2 Mesure par radiographie

La radiographie est une méthode de contrôle non destructif qui permet de contrôler les défauts volumiques internes des pièces moulées tels que les retassures, les soufflures et les inclusions. En

effet, elle s'affranchie de l'état de surface brute des pièces et permet d'obtenir des images des défauts volumiques, ce qui facilite leur détection et leur caractérisation. Ainsi, les industriels ont à leur disposition un moyen fiable (car imagé) de contrôle de la qualité de leurs pièces qui leur permet de pratiquer les ajustements nécessaires du procédé de fabrication. De fait, en fonderie, la radiographie est la méthode de contrôle interne la plus utilisée. Jusque dans un passé récent, seuls les films argentiques étaient utilisés pour le contrôle radiologique de la plupart des pièces moulées.

Protocole expérimental

Le contrôle radiographique a été réalisé selon la norme NF EN 12681 à 27°C avec un temps d'exposition de 8' et une distance source/film de 1100 mm comme montré sur la figure 37.

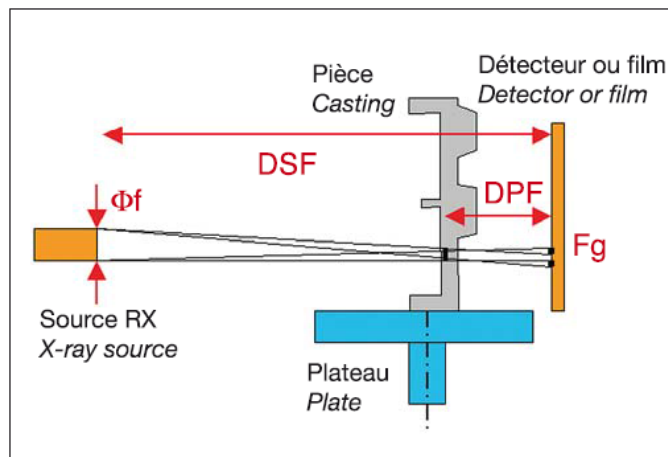


Figure 37 : Principe du contrôle radiographique des pièces de fonderie

Des images de références (ASTM E505) pour les alliages d'aluminium moulés en HPDC (voir figure 38) existent et permettent de répertorier le type des défauts présents dans les pièces et de classer les pièces en fonction de la densité de porosités estimée visuellement (classe 1 à 6).

Classe 1	Classe 2	Classe 3	Classe 4	Classe 5	Classe 6
Poro = 0,9 % $D_{max} = 0,95 \text{ mm}$	Poro = 1,7 % $D_{max} = 1,41 \text{ mm}$	Poro = 3,4 % $D_{max} = 1,42 \text{ mm}$	Poro = 4,8 % $D_{max} = 1,17 \text{ mm}$	Poro = 5,3 % $D_{max} = 1,6 \text{ mm}$	Poro = 11 % $D_{max} = 4 \text{ mm}$

Figure 38: Image de référence ASTM pour classer les soufflures des alliages d'aluminium [71]

4.3 Mesure par densimétrie

La densimétrie permet de calculer le pourcentage de l'ensemble des porosités (macro-retassures, micro-retassures, porosités gazeuses (soufflures)). Elle présente l'avantage d'être non destructive, mais peu représentative de la localisation des défauts.

L'estimation du taux de porosité par densimétrie a été réalisée sur les éprouvettes de traction, après rupture de celles-ci. La mesure de la densité de 100 demi-éprouvettes a été réalisée par densimétrie.

Protocole expérimental

Par une double pesée de l'échantillon, une fois dans l'air et une autre fois dans l'eau (m_{air} et m_{eau}), la densité de l'échantillon ρ_{ech} est obtenue par :

$$\rho_{ech} = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{eau}} \times \rho_{eau} \quad (2.2)$$

Le pourcentage volumique de la porosité est calculé à partir de la densité théorique des alliages et la densité des échantillons quantifiée par double pesée :

$$\%P_V = \frac{\rho_{th} - \rho_{ech}}{\rho_{th}} \quad (2.3)$$

V. Conclusion

Dans ce chapitre, sont décrits les différentes méthodes et moyens expérimentaux utilisés. Il commence par la présentation des deux plans d'expériences construits pour l'étude de l'influence de la variabilité matériau/procédé sur la variabilité des propriétés mécaniques de pièces coulées en alliages d'aluminium moulés. Le choix des niveaux des paramètres matériau/procédé de ces deux plans s'est basé sur les nuances d'alliage et sur les paramètres de la technologie procédé utilisés par RENAULT et ses alliances dans le monde. L'étude bibliographique détaillée dans le précédent chapitre a aussi constitué un support non négligeable dans le choix de ces paramètres.

La suite consiste en l'analyse des résultats des essais mécaniques détaillés dans ce chapitre. Les résultats des deux plans: plan « matériau » et plan « matériau/procédé » sont étudiés séparément dans les prochains chapitres.

CHAPITRE III : CARACTERISATION DE LA VARIABILITE MATERIAU

I. Introduction

Après avoir présentées les procédures expérimentales utilisées, ce chapitre est consacré à l'étude de la variabilité des 3 éléments d'alliage testés (Si, Cu et Mg) sur les propriétés mécaniques d'alliages d'aluminium Al-Si-Cu et ce en gardant les mêmes paramètres du procédé de fonderie. Dans un premier temps, les résultats expérimentaux des essais mécaniques sont analysés dans l'objectif d'appréhender l'influence de la variabilité de Si, Cu et Mg sur les propriétés mécaniques. Dans un second temps, une analyse des porosités et une caractérisation de la microstructure permettront de comprendre les mécanismes physiques mis en jeu en lien avec les teneurs en éléments d'alliage Si, Cu et Mg.

Dans l'intention de simplifier l'analyse à venir, les 11 alliages ont été renommés de 1 à 11 (tableau 14) après avoir été groupés et classés selon un code couleur en fonction de leur pourcentage massique en silicium (orange), vert pour le cuivre et bleu pour l'élément Mg. Ainsi, les alliages à $9,7\pm 0,15\%$ de Si, à $11,2\pm 0,15\%$ de Si et à $12,7\pm 0,15\%$ de Si sont en orange d'autant plus soutenu que leur pourcentage massique en Si est élevé. De même pour les alliages à $1,5\pm 0,1\%$ de Cu, alliages à $2,4\pm 0,1\%$ de Cu et alliages à $3,3\pm 0,1\%$ de Cu en vert et les alliages sans Mg, alliages à $0,2\pm 0,02\%$ de Mg et alliages à $0,4\pm 0,02\%$ de Mg en bleu.

Alliages		%Si	%Cu	%Mg
1	A	9,74	1,47	0
2	E	9,73	1,44	0,4
3	B	9,68	3,2	0,38
4	F	9,78	3,28	0
5	G	12,67	1,49	0
6	C	12,64	1,51	0,4
7	H	12,69	2,41	0,2
8	D	12,75	3,28	0
9	K	11,09	2,35	0,19
10	J	11,12	2,31	0,39
11	I	11,09	3,2	0,19

Tableau 14: Composition chimique mesurée en éléments Si, Cu et Mg pour les 11 alliages étudiés (% massique)

Pour prétendre quantifier l'influence de la variabilité des éléments d'alliage sur les caractéristiques mécaniques (dureté, limite élastique, résistance à la traction et allongement à la rupture), il est pertinent de s'intéresser également à :

- La stabilité du procédé de fonderie lui-même capable ou non de générer, pour un alliage donné, des pièces « identiques » mécaniquement parlant quelle que soit la coulée;
- L'influence de la zone de prélèvement des échantillons au sein d'une même pièce coulée.

Tout d'abord, dans l'objectif de tester la répétabilité du procédé de fonderie entre plusieurs séries de coulées, la coulée de l'alliage 9 a été répétée trois fois. Ainsi, trois quantités quasi-identiques des lingots bruts de cet alliage ont été fondus et coulées séparément. Dans le cas d'une répétabilité optimale, nous pourrions prétendre analyser uniquement l'impact de la variabilité des éléments d'alliage sur les caractéristiques mécaniques testées.

Concernant l'effet de la zone de prélèvement des échantillons, dans une même pièce coulée, sur les caractéristiques mécaniques obtenues, une comparaison des populations des zones étudiées pour chacun des alliages a été réalisée en se basant sur le test statistique de Kruskal-Wallis détaillé dans le chapitre bibliographique. Ce test a été réalisé en utilisant le logiciel statistique XLSTAT qui s'appuie sur Microsoft Excel pour la récupération des données et l'affichage des résultats. Les calculs sont quant à eux entièrement réalisés dans des programmes autonomes développés en C++.

	Alliages à comparer	%Si	%Cu	%Mg
Si	1 et 5	9,74 → 12,67	1,47	0
	2 et 6	9,73 → 12,64	1,4	0,4
	4 et 8	9,78 → 12,67	3,2	0
Cu	1 et 4	9,74	1,47 → 3,2	0
	2 et 3	9,7	1,4 → 3,2	0,4
	5 et 8	12,7	1,4 → 3,3	0
	9 et 11	11,2	2,3 → 3,2	0,2
Mg	1 et 2	9,7	1,47	0 → 0,4
	4 et 3	9,7	3,2	0 → 0,38
	5 et 6	12,7	1,4	0 → 0,4

Tableau 15: Alliages à comparer pour l'étude de l'influence des trois éléments d'alliage (Si, Cu et Mg)

Enfin, afin de faciliter l'étude de l'influence de la variabilité des trois éléments d'alliage Si, Cu et Mg, le tableau 15 indique, parmi les 11, les alliages à comparer entre eux selon que la variabilité de l'élément Si (en orange), Cu (en vert) ou Mg (en bleu) est faite. Les deux autres éléments étant constants.

II. Caractéristiques mécaniques des alliages

A l'aide du premier plan d'expériences, les caractéristiques mécaniques des 11 alliages Al-Si-Cu testés vont être analysées en fonction de la variabilité de leur composition chimique.

1. Module d'Young

La figure 39 présente les valeurs du module d'Young obtenues sur les 11 alliages. Pour chaque alliage, la moyenne et l'écart type ($\pm 1\sigma$) sur trois échantillons sont calculés.

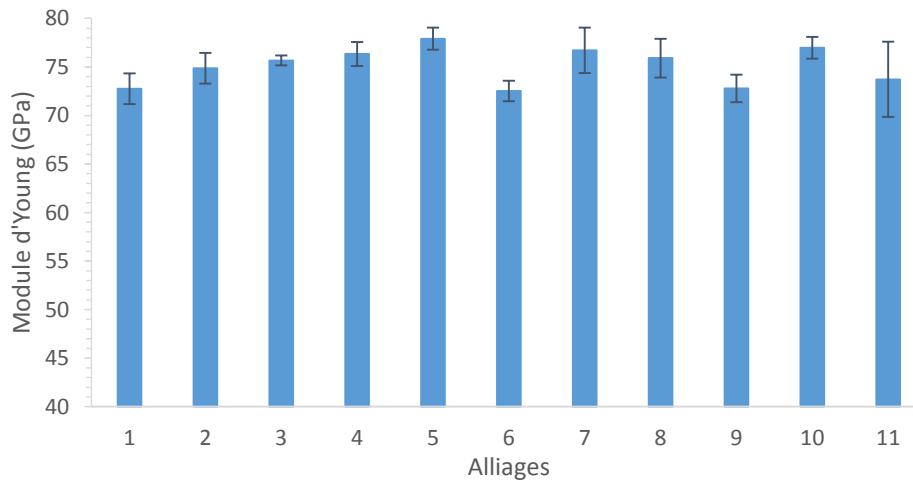


Figure 39 : Résultats de la mesure du module d'Young

Sachant que l'incertitude de mesure de cet essai est de 3% (incertitude fournie par le service essais mécaniques de Renault), on constate que la composition chimique affecte peu le module d'Young dans le domaine étudié. On remarque de petites variations ($\sim 7\%$) entre les alliages testés avec un module d'Young compris entre 73 et 78 GPa.

2. Dureté Brinell

Pour chacun des 11 alliages, des mesures de dureté ont été réalisées dans les zones Z1, Z2 et Z3. La figure 40 présente les moyennes et les écarts types ($\pm 1\sigma$) de ces mesures pour chacun des alliages et pour chacune des zones. Remarquons que la dureté présente de petites variations (inférieures à l'incertitude de mesure admissible par la norme Renault qui est de 3%) entre les trois zones étudiées pour quasiment tous les alliages.

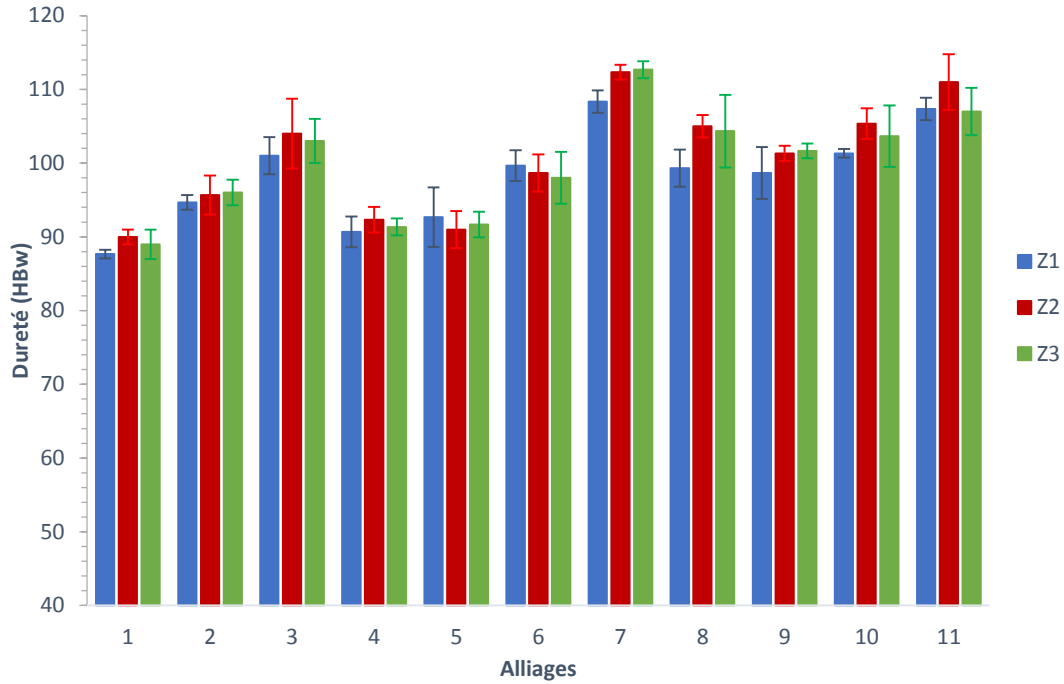


Figure 40 : Dureté des 11 alliages pour les trois zones Z1, Z2 et Z3

Les résultats de la comparaison statistique des populations des zones en utilisant le test de Kruskal-Wallis (tableau 1, annexe A) montrent que p-value est supérieure au niveau de signification α et permettent de conclure que les trois zones Z1, Z2 et Z3 proviennent de la même population pour les 11 alliages. Ceci nous permet d'examiner l'effet de la composition chimique sur la dureté en considérant la moyenne de la dureté pour chacun des alliages, toutes zones confondues. La figure 41 présente les duretés moyennes et les écarts types ($\pm 1\sigma$) pour chacune des répétitions de l'alliage 9 (figure (a)) et pour chacun des 11 alliages (figure (b)). On remarque que :

- La dureté est quasiment la même pour les trois coulées de l'alliage 9 (figure 41 (a)). La variation de dureté entre les trois répétitions de coulée ne dépasse pas 1%. Cette variation est bien inférieure à l'incertitude de mesure admissible (3%) par la norme dureté RENAULT.
- L'augmentation du pourcentage massique du silicium peut augmenter la dureté de plus de 10%. En comparant les alliages 4 et 8 (à 3,3% de Cu et 0% de Mg), en passant de 9,78% à 12,75% de Si, la dureté augmente de 11%. Par contre, cette remarque n'est pas constatée pour les alliages à forte teneur en Mg (alliages 2 et 6) et les alliages à faible teneur en Cu (alliages 1 et 5).
- Le cuivre augmente aussi la dureté. En comparant les alliages 2 et 3 à 9,7% de Si et 0,4% de Mg, et les alliages 5 et 8 à 12,7% de Si et sans magnésium, on remarque que le passage de 1,44% de Cu à 3,2% augmente, dans les deux cas, la dureté de 8% et de 12% respectivement. Mais cet élément influence très peu la dureté en absence de Mg et à 9,7% de Si (par comparaison des alliages 1 et 4). Ce qui semble montrer l'existence d'interactions entre ces éléments d'alliage (Cu, Si et Mg).

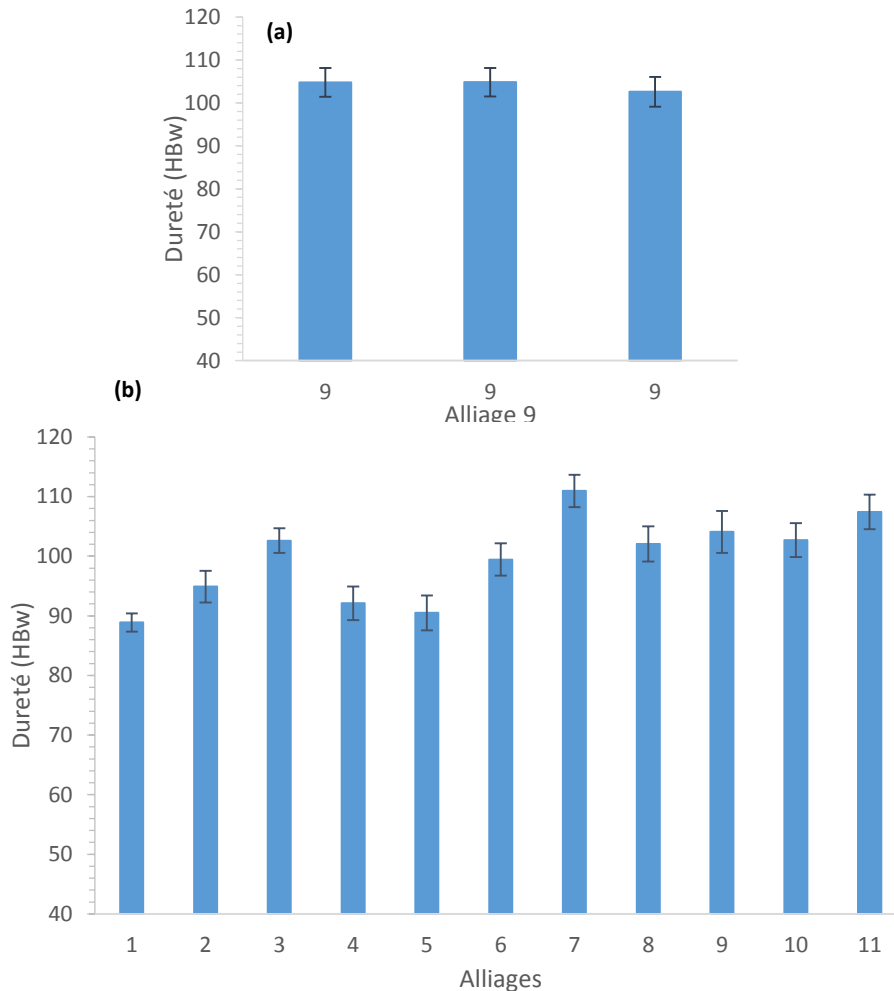


Figure 41: Dureté (a) de l'alliage 9 répété, (b) des 11 alliages

- L'ajout du magnésium augmente considérablement la dureté. En comparant les alliages 1 et 2, les alliages 5 et 6, et les alliages 4 et 3, l'ajout du Mg augmente la dureté jusqu'à 17%. Les alliages à 0,2% de Mg (7, 9 et 11) présentent les duretés les plus élevées.

3. Propriétés de traction

Les résultats des essais de traction réalisés sur des éprouvettes prélevées dans les trois zones (Z1, Z2, Z4) sont abordés dans ce paragraphe.

Il est connu que les éprouvettes cylindriques de traction permettent d'obtenir des valeurs des caractéristiques de traction plus représentatives des valeurs réelles par rapport aux éprouvettes plates pour lesquelles l'effet de l'entaille peut induire des erreurs de mesure de ces caractéristiques. Mais pour des raisons de manque de matière, nécessaire au prélèvement d'éprouvettes cylindriques, les éprouvettes prélevées dans les zones Z1 et Z2 sont des éprouvettes plates alors que celles prélevées dans la zone Z4 sont cylindriques.

3.1 Limite d'élasticité conventionnelle à 0,2%

La figure 42 présente les moyennes et les écarts types ($\pm 1\sigma$) de la limite élastique à 0,2% de trois éprouvettes testées pour les 11 alliages et pour chacune des trois zones étudiées

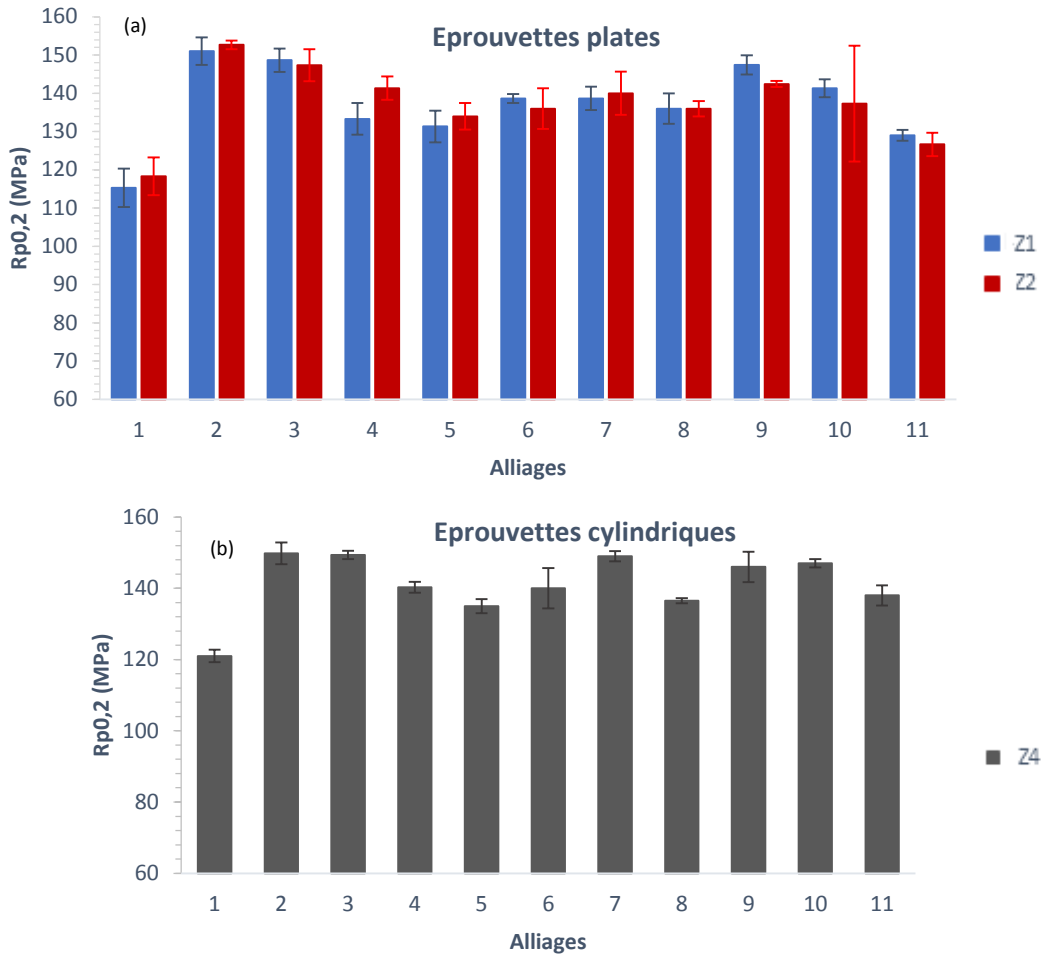


Figure 42 : Limite élastique des 11 alliages pour les trois zones, (a) Z1 et Z2, (b) Z4

Cette figure montre que $R_{p0,2}$ ne varie pas en fonction de la zone de prélèvement ce qui revient à dire que la forme des éprouvettes ne semble pas influencer $R_{p0,2}$ pour chacun des 11 alliages étudiés.

Comme pour la dureté, le test de Kruskal-Wallis de comparaison statistique des populations des zones (tableau 2, annexe A) montre que les trois zones Z1, Z2 et Z4 proviennent de la même population pour les 11 alliages. Ainsi, la figure 43 présente les moyennes et les écarts types ($\pm 1\sigma$) de la limite élastique pour chacun des alliages et chacune des répétitions de l'alliage 9. On note d'après cette figure que :

- La variation maximale de la limite d'élasticité pour l'alliage 9 coulé trois fois est de 4% (voir figure 43 (a)). Cette variation est inférieure à l'incertitude de mesure (incertitude fournie par le service essais mécaniques de Renault) de cet essai qui est de 5%.
- Le magnésium augmente la limite d'élasticité. En effet, en comparant l'alliage 1 ($\text{Si}9,7\text{Cu}1,5\text{Mg}0$) à l'alliage 2 ($\text{Si}9,7\text{Cu}1,5\text{Mg}0,4$), la limite élastique augmente de 27%. Elle

augmente aussi avec l'augmentation de la teneur en Mg pour les alliages à teneur élevée en Cu (3,3 %) (en comparant les alliages 4 et 3) et pour les alliages à 12,7% de Si (en comparant les alliages 5 et 6) mais avec de faibles majorations (<7%). L'effet constaté du Mg sur la limite élastique confirme les résultats des travaux récents disponibles dans la littérature. En effet, l'étude de l'effet du Mg sur les caractéristiques mécaniques des alliages Al-Si-Cu coulés en HPDC réalisée par Yang et al. [15] a montré une augmentation considérable de la limite élastique (21%) quand le pourcentage de Mg passe de 0,1% à 0,5% en masse.

- Par contre, l'influence du magnésium sur la limite élastique n'est pas la même à 9,7% de Si et à 12,7% de Si. En effet, on remarque qu'avec 0,4% de Mg et 9,7% de Si (alliages 1 et 2), la limite élastique augmente de 27%, alors qu'elle varie peu pour la même variation en Mg (pour les alliages à 12,7% de Si (alliages 5 et 6)). Ceci montre qu'il y a probablement une interaction entre les éléments Mg et Si.
- Concernant l'influence de Cu, pour un alliage hypo-eutectique et en absence du Mg, en passant de 1,5% (alliage 1) à 3,3% de Cu (alliage 4), Rp0,2 augmente de 17% mais ne varie quasiment pas en fonction du Cu à 0,4% de Mg (par comparaison des alliages 2 et 3). Contrairement aux alliages eutectiques (12,7% de Si) pour lesquels (alliages 7 et 8) l'augmentation du pourcentage massique en Cu n'a quasiment pas d'effet sur Rp0,2.

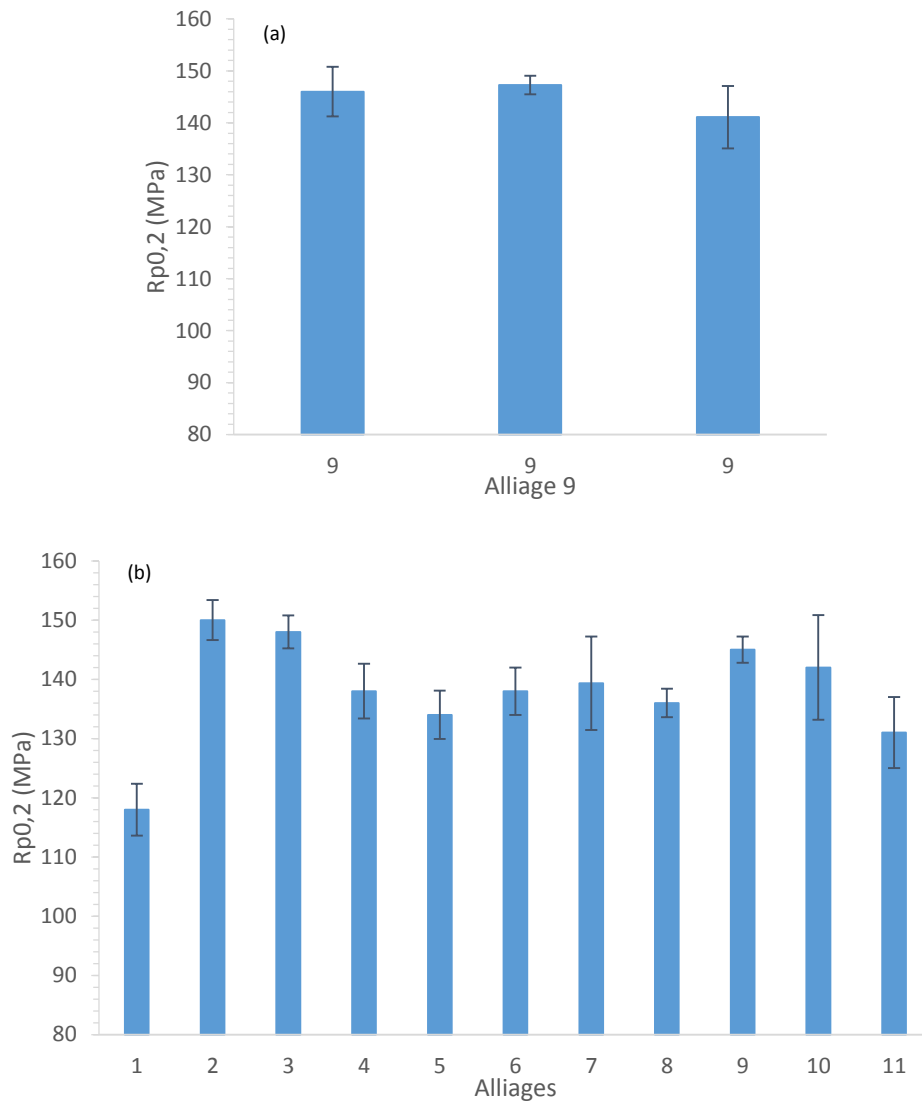


Figure 43 : Limite élastique (a) des trois coulées de l'alliage 9 répété 3 fois, (b) des 11 alliages

3.2 Résistance à la traction R_m

La figure 44 présente les moyennes et les écarts types ($\pm 1\sigma$) de la résistance à la traction (R_m) de trois éprouvettes pour les 11 alliages pour chacune des trois zones étudiées. Rappelons que dans les zones Z1 et Z2 des éprouvettes plates ont été prélevées alors qu'elles sont cylindriques dans la zone Z4.

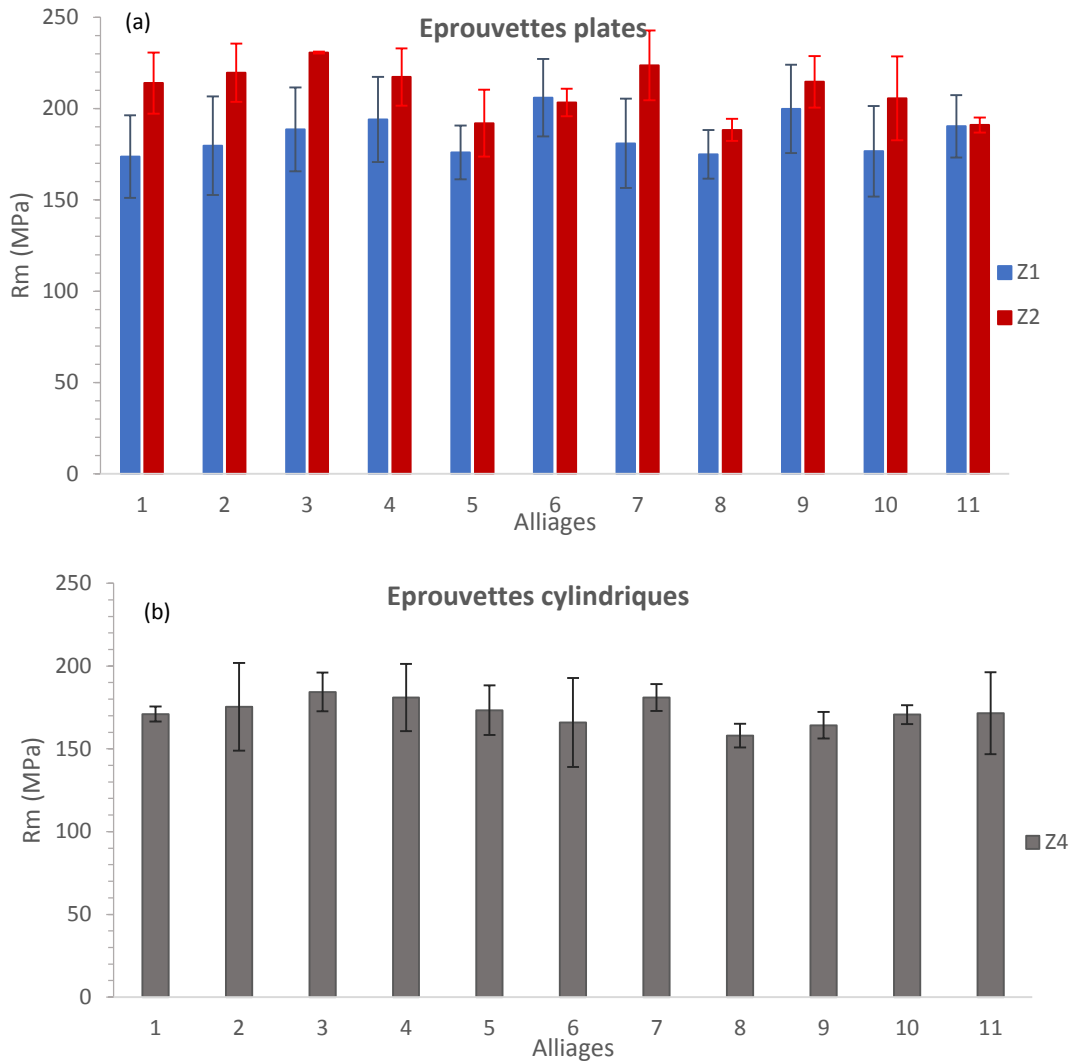


Figure 44 : Résistance à la traction des 11 alliages pour les trois zones (a) Z1 et Z2 et (b) Z4

On remarque que :

- La résistance à la traction présente des valeurs très différentes entre les trois zones étudiées. La zone Z2 (R_m comprise entre 188 MPa et 231 MPa) présente notamment une résistance à la traction plus élevée que les deux autres zones Z1 (de 176 MPa à 206 MPa) et Z4 (de 151 MPa à 184 MPa). Le test de comparaison de population (tableau 16) confirme que les zones Z1, Z2 et Z4 ne sont pas identiques vis à vis de R_m pour les alliages 1, 2, 8, 9 et 11.
- Les valeurs de R_m mesurées sur des éprouvettes cylindriques prélevées dans la zone 4 sont plus faibles que celles obtenues sur les éprouvettes plates prélevées dans les zones Z1 et Z2. Ceci peut être dû à l'effet de la zone de prélèvement (géométrie de la pièce).

- Rm est fortement influencée par la zone de prélèvement de l'échantillon, ce qui ne nous laisse pas la possibilité d'analyser l'influence des éléments d'alliage seuls sur cette caractéristique.

population	K (valeur observée)	K (valeur critique)	Niveau de signification α	p-value	Les 3 zones proviennent-elles de la même population ?
1	7,261	5,991	0,05	0,027	Non
2	7,2	5,991	0,05	0,027	Non
3	5,65	5,991	0,05	0,059	Oui
4	3,2	5,991	0,05	0,2	Oui
5	4,18	5,991	0,05	0,05	Oui
6	5,53	5,991	0,05	0,06	Oui
7	5,6	5,991	0,05	0,061	Oui
8	7,2	5,991	0,05	0,027	Non
9	18,49	5,991	0,05	<0,0001	Non
10	5,58	5,991	0,05	0,06	Oui
11	7,26	5,991	0,05	0,027	Non

Tableau 16 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z4 par rapport à Rm

3.3 L'allongement à la rupture (A%)

Les moyennes et les écarts types ($\pm 1\sigma$) de l'allongement à la rupture obtenus pour les 11 alliages et pour chacune des zones testées sont donnés figure 45. Comme pour Rm au paragraphe précédent, les résultats de A% sont distingués selon les zones de prélèvement, elles-mêmes conditionnées par la géométrie des éprouvettes : plates (dans les zones Z1 et Z2) ou cylindriques (dans la zone Z4). L'allongement à la rupture varie en fonction de la zone de prélèvement. Les résultats du test de comparaison de populations de ces zones présentés dans le tableau 17 confirment que les zones ne proviennent pas de la même population pour les alliages 1, 3, 6, 7 et 9. Ce dernier point, implique que la zone de prélèvement influence l'allongement à la rupture.

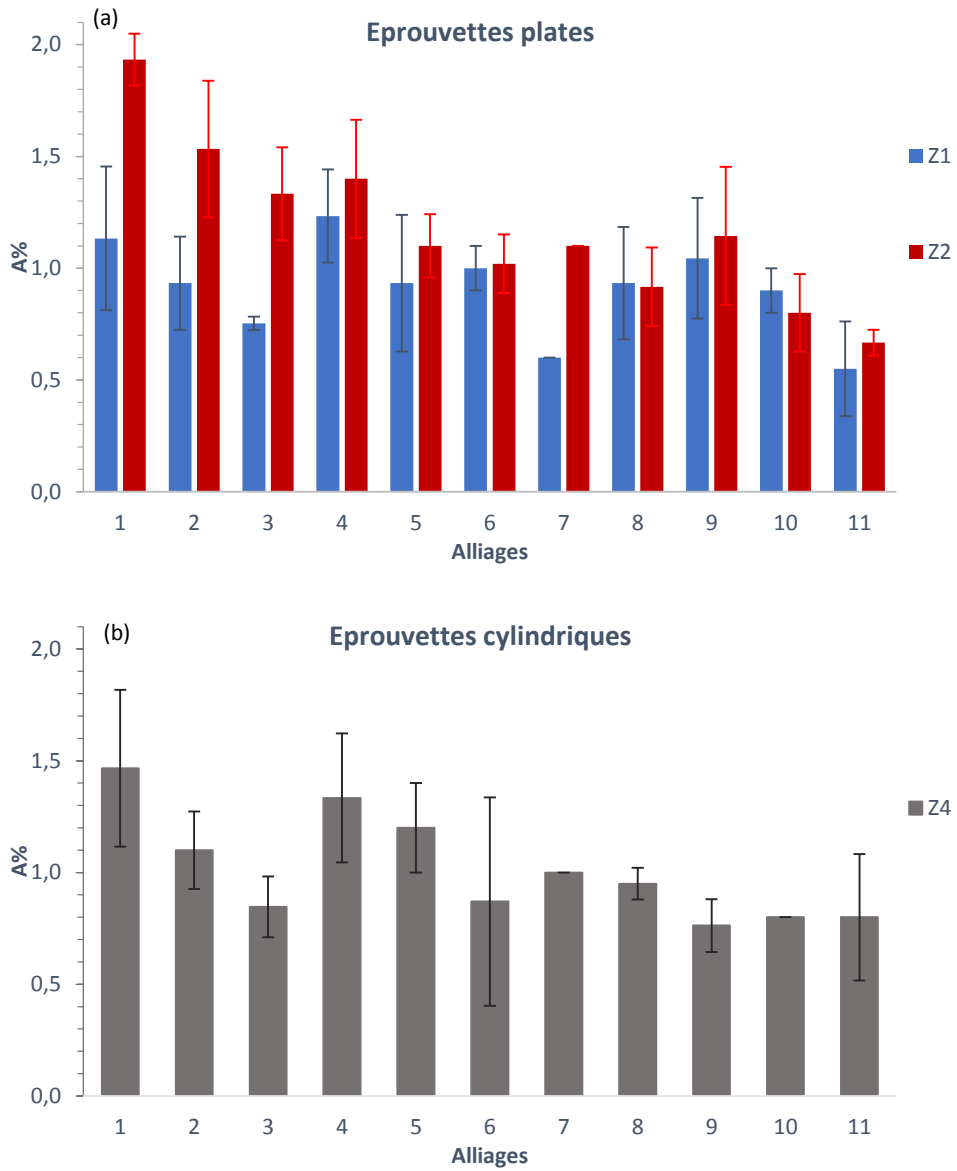


Figure 45 : Allongement à la rupture des 11 alliages pour les zones (a) Z1, Z2 et (b) Z4

Alliage	K (valeur observée)	K (valeur critique)	Niveau de signification α	p-value	Les 3 zones proviennent-elles de la même population ?
1	6,997	5,991	0,05	0,03	Non
2	4,78	5,991	0,05	0,09	Oui
3	6	5,991	0,05	0,04	Non
4	1,69	5,991	0,05	0,429	Oui
5	2,258	5,991	0,05	0,323	Oui
6	7,26	5,991	0,05	0,027	Non
7	7,08	5,991	0,05	0,029	Non
8	0,07	5,991	0,05	0,96	Oui
9	12,519	5,991	0,05	0,002	Non
10	4,997	5,991	0,05	0,08	Oui
11	3,11	5,991	0,05	0,21	Oui

Tableau 17 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z4 par rapport à A%

Tout comme pour Rm, l'influence des éléments d'alliage sur A% dépend de la zone de prélèvement, ce qui rend impossible l'analyse des résultats de la variation de ces deux caractéristiques de traction en fonction des éléments d'alliage. L'étude de la microstructure et de la santé matière de nos alliages réalisées dans les paragraphes suivants permettra de mieux comprendre le lien entre la zone de prélèvement, sa composition chimique et ses caractéristiques mécaniques.

4. Conclusions

Concernant l'étude de la variabilité des éléments d'alliage Si, Cu et Mg sur les caractéristiques mécaniques testées, nous retenons que :

- Le module d'Young ne varie quasiment pas avec les variations des teneurs en éléments d'alliage dans le domaine étudié.
- La dureté et la limite élastique augmentent considérablement avec l'augmentation du magnésium. Ces résultats sont en accord avec les résultats des travaux disponibles dans la littérature. En effet, une étude de l'effet du magnésium (entre 0,1 et 0,6%) sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si à 7% de Si menée par Harris et al. [24] a montré qu'un pourcentage massique en magnésium supérieur à 0,3% augmente considérablement Rp0,2 et Rm. Des résultats similaires ont été relatés par Ghate et al. [25] et Vorren et al. [26] pour des alliages à 12% de Si. Une autre étude réalisée par Dunn et Dickert [28] pour comparer l'effet de la teneur en magnésium (0,1 ; 0,35 et 0,55%) sur la résistance de l'alliage A380 (alliage équivalent à l'alliage AlSi9Cu3) en fonderie sous pression a aussi montré que l'ajout du magnésium augmente Rm, Rp0,2 et la dureté.

- La dureté et $R_{p0,2}$ augmentent aussi avec l'augmentation du cuivre. Ceci est expliqué par la précipitation des phases Al_2Cu à la fin de la solidification [29].

Les résultats expérimentaux précédents ont montré également des interactions entre les éléments d'alliage Si, Cu et Mg, à savoir :

- L'augmentation simultanée du Si et du Mg diminue $R_{p0,2}$. En effet, en passant de 0% à 0,4% de Mg et à un pourcentage massique de 9,7% de Si, $R_{p0,2}$ augmente de 27% alors qu'elle varie peu à un pourcentage massique de Si plus élevé (12,7%). Ceci peut être dû à une interaction entre ces deux éléments d'alliage.
- L'influence du Cu sur $R_{p0,2}$ dépend de la teneur en Mg et en Si. Ce résultat rejoint les résultats des travaux de Mohamed et al. [17]. En effet, ces auteurs ont montré que les caractéristiques de traction des alliages d'aluminium à 10,8% de Si contenant 3% de Cu sont influencées par des hautes teneurs en Mg (0,35-0,6%). Ceci a été expliqué par la formation de composés $AlCuMgSi$ qui diminuent la quantité de Cu libre disponible dans la solution pour former la phase Al_2Cu . Ceci révèle des interactions entre cet élément et les deux éléments d'alliage Si et Mg. La présence de ces composés dans la microstructure de nos alliages contenant du Mg sera vérifiée ultérieurement par une analyse de la microstructure.

L'exploitation des résultats de la variation des caractéristiques mécaniques (dureté, $R_{p0,2}$, R_m et $A\%$) en fonction de la composition chimique est un peu délicate sans prendre en compte la porosité et les mécanismes microstructuraux. En effet, comme abordé dans la revue bibliographique, ces caractéristiques ne dépendent pas que de la composition chimique de l'alliage mais sont à corrélées également à la porosité et à la microstructure générées pendant la solidification. D'où l'intérêt de pousser notre analyse vers ces domaines d'investigation.

Enfin, les conclusions de cette partie restent des conclusions préliminaires. Elles méritent d'être vérifiées par une analyse statistique des données obtenues expérimentalement. Ceci fait l'objet des paragraphes suivants.

III. Analyse de la porosité

Afin de mesurer le taux de porosité sur les pièces de fonderie sous pression, plusieurs méthodes, directes (radiographie, micrographie, etc...) ou indirectes (mesure de densité, pesées, etc ...) sont utilisées. Chacune d'entre elles est plus ou moins adaptée à la dimension de l'échantillon ou à la taille des pores. De plus, chaque méthode ne fournit qu'une caractérisation partielle de la porosité en termes de géométrie des pores (diamètre, surface, volume, etc.).

L'analyse de la porosité par la mesure de densité est une technique non destructive, elle permet de mesurer avec précision le volume de la porosité globale sur l'ensemble de l'échantillon testé mais présente l'inconvénient de ne pas préciser le type et la localisation des porosités. Contrairement à la

micrographie qui permet d'obtenir les caractéristiques géométriques des porosités comme leur taille, leur forme et leur diamètre mais ne permet pas de mesurer leur volume. Quant à la radiographie, elle fournit des images des défauts volumiques, ce qui facilite leur détection et leur caractérisation mais n'offre pas la possibilité de calculer le volume des porosités avec précision.

Nous avons mesuré la porosité par micrographie, par densimétrie et par radiographie. La première technique nous donne les caractéristiques géométriques des porosités (taille, forme, diamètre) et leur pourcentage surfacique alors qu'en utilisant la technique de densimétrie, nous avons calculé le pourcentage volumique des porosités de nos alliages. Concernant le contrôle radiographique qui est la méthode utilisée par RENAULT pour le contrôle de la porosité, cette technique nous a permis de comparer nos résultats avec ceux obtenus précédemment par les experts de RENAULT.

Dans ce paragraphe, les résultats des mesures des pourcentages de porosités volumiques et surfaciques effectuées respectivement par densimétrie et par micrographie sont présentés. La suite consistera à étudier l'influence des porosités sur les caractéristiques de traction.

1. Porosité volumique

Le pourcentage volumique de la porosité déterminé à partir de la masse volumique pour chacun des alliages est donné à la figure 46 en fonction des deux zones (Z1 et Z2) de prélèvement dans la pièce. On remarque que ces deux zones présentent des taux de porosités très différents pour certains alliages, notamment l'alliage 3. Il conviendra d'ailleurs à cet égard de porter une attention particulière aux vitesses de remplissage en ces deux zones pouvant expliquer, entre autres, de telles variations au niveau de la quantité de porosités générées.

Quelle que soit la zone de prélèvement, on remarque que les alliages à 3,3% de Cu (alliage 3, alliage 8 et alliage 11) présentent un taux de porosités plus grand (>2%) que les autres alliages. De fortes dispersions de densités sont observées pour certains alliages (alliage 3 et 6 par exemple).

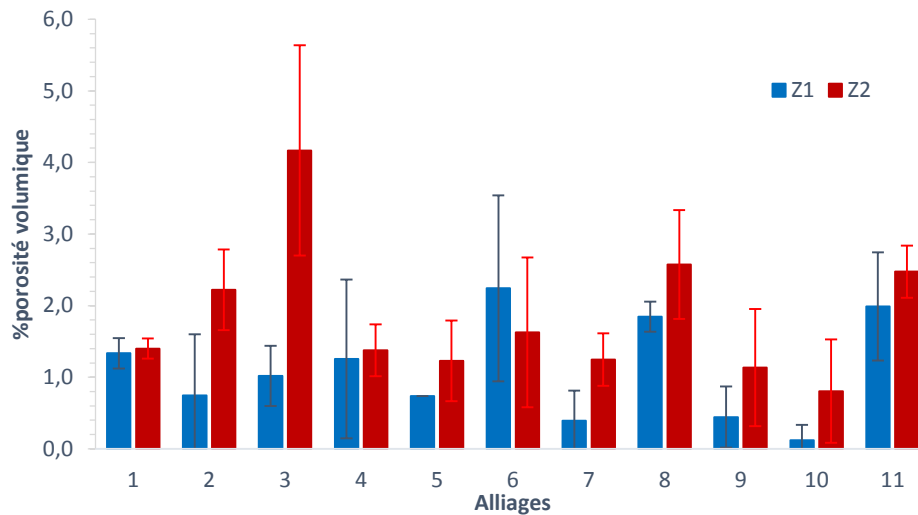


Figure 46 : Pourcentage volumique de la porosité les 11 alliages dans chacune des zones Z1 et Z2

2. Porosité surfacique

Les résultats de la mesure de la porosité surfacique obtenus par micrographie dans les zones Z1 et Z2 sont donnés figure 47 :

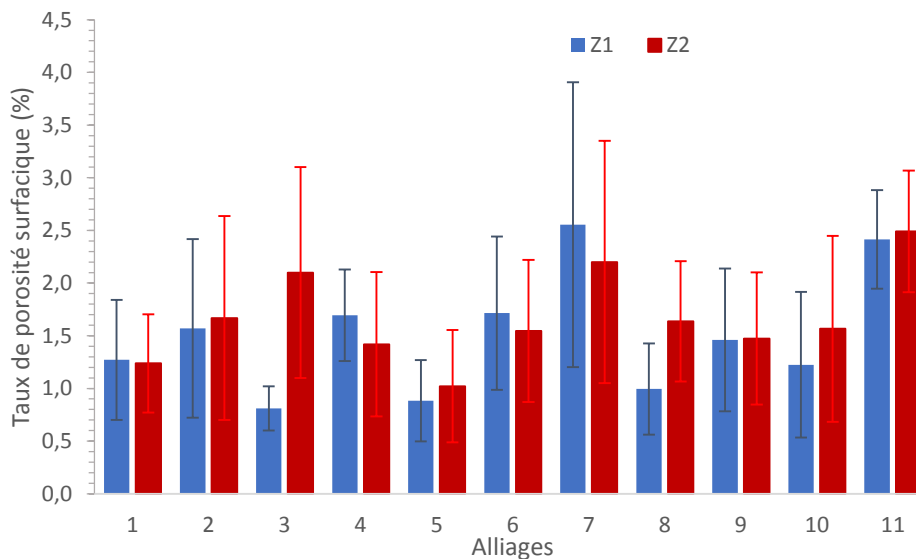


Figure 47 : Taux de porosité surfacique pour les 11 alliages dans chacune des zones Z1 et Z2

On remarque :

- De grandes dispersions de la porosité autour de la moyenne pour les 11 alliages
- Pour la plupart des alliages contenant une teneur élevée en Cu (alliages 3, 4, 8 et 10), les zones Z1 et Z2 présentent des taux de porosités différents.
- Les alliages 7 et 11 contiennent les taux de porosités les plus élevés. Ces alliages se caractérisent tous par un pourcentage de Cu supérieur à 2,4%.

La figure 48 montre des images prises au microscope optique des 11 alliages après polissage mécanique sans attaque métallographique. On constate que :

- Tous les alliages contiennent des porosités avec une forme circulaire mais avec des tailles différentes. Ces porosités de type soufflures (ou porosités gazeuses) ont une taille plus importante pour les alliages hypo-eutectiques à basse teneur en Cu (alliages 1, 2, 9 et 5).

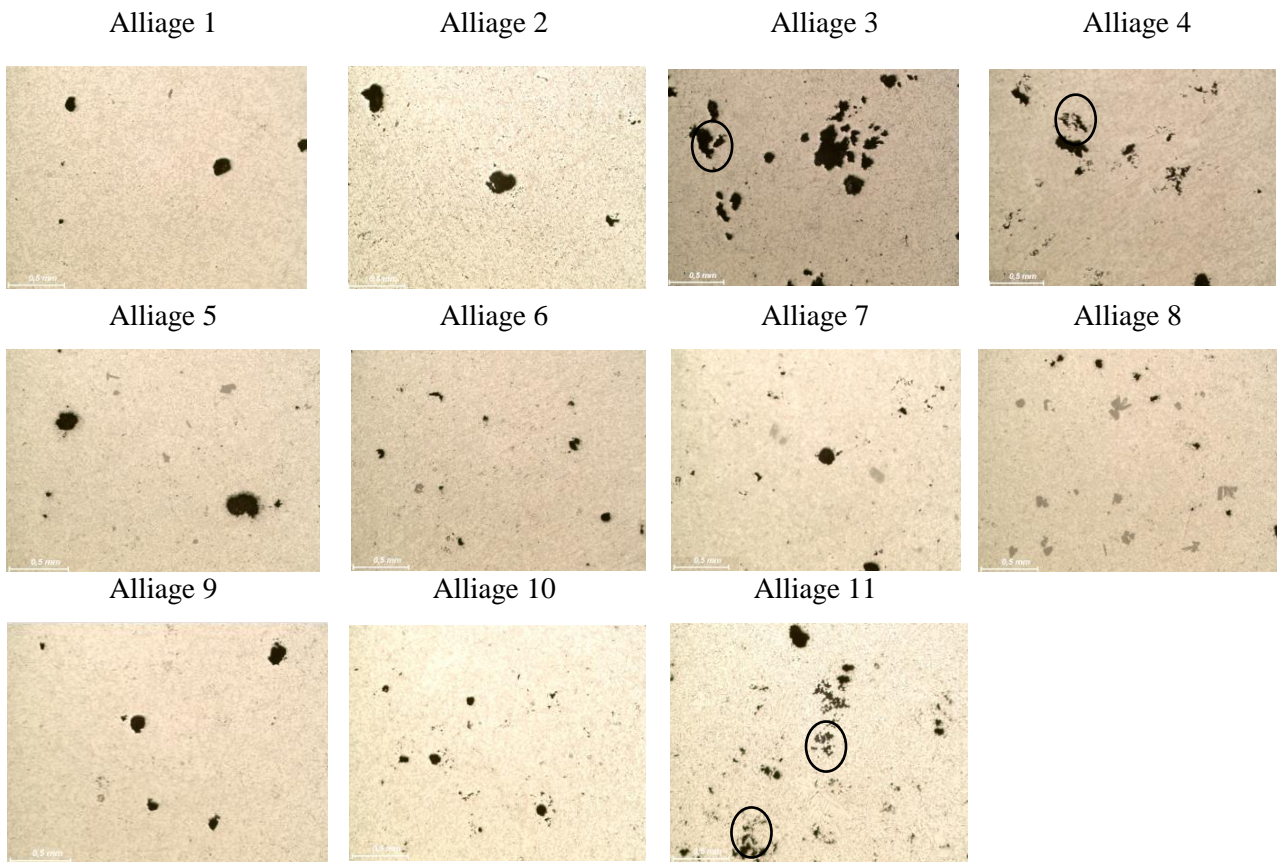


Figure 48 : Images microscopiques des 11 alliages

- A haut pourcentage massique en Cu ($\geq 2,4\%$), la taille des soufflures diminue avec l'augmentation de la teneur en Si contrairement à leur nombre qui augmente. Ceci est noté surtout pour les alliages 4 et 8 et les alliages 3 et 7.
- Les alliages hypo-eutectiques à haut pourcentage en Cu (3,3%) présentent en plus des soufflures, un autre type de porosités avec des formes irrégulières de types retassures. Ces porosités sont observées dans les alliages 3, 4 et 11 et sont entourées sur la figure 48. Ces retassures ne sont pas détectées dans les alliages hyper-eutectiques quel que soit leur pourcentage massique en Cu.

Une étude menée par Edwards et al. [23] a montré que la teneur en porosités augmente d'un facteur 4 environ lorsque le cuivre est ajouté à un alliage Al-Si-Mg sans cuivre. Ils ont conclu que l'augmentation observée de la porosité peut être attribuée à deux facteurs principaux :

- Le Cu provoque la réaction ternaire $\text{liq} \rightarrow \alpha\text{-Al} + \text{Si} + \text{CuAl}_2$ à environ 525°C , ce qui entraîne une phase ternaire qui se solidifie quand la majeure partie de la pièce coulée est déjà solide. Ceci rend les espaces inter-dendritiques difficiles à remplir.

- Le coefficient d'activité de l'hydrogène diminue avec l'augmentation de la teneur en cuivre ce qui diminue la solubilité de l'hydrogène et provoque l'inclusion de cet élément dans l'alliage formant ainsi des bulles de gaz. Par conséquent, des porosités de type soufflures se forment rapidement pendant la solidification de l'alliage à cause de l'inclusion de bulles d'hydrogène dans l'alliage.

Les résultats de l'étude d'Edwards ont aussi montré que l'ajout de seulement 1% de Cu cause le développement d'un taux considérable de porosités par comparaison avec un alliage sans Cu. Par contre, l'augmentation du taux de Cu au-delà de 1% et jusqu'à 4% entraîne une augmentation relativement faible de la porosité. Ainsi, il semble que le développement des porosités ne dépend plus de la concentration en Cu à partir d'un certain taux. Caceres et al. [74] ont noté qu'un pourcentage massique de Cu supérieur à 0,2% augmente considérablement le pourcentage de microporosités (multiplié par 7). Cette augmentation semble en corrélation avec la formation de grandes quantités de phases inter dendritiques riches en Cu. Ceci confirme l'idée que l'augmentation de la porosité lorsque le Cu est ajouté est liée à la formation du liquide ternaire inter-dendritique qui se solidifie à une température inférieure à l'eutectique Al-Si, rendant difficile le remplissage des zones inter-dendritiques.

3. Influence de la porosité sur les caractéristiques de traction

Comme vu précédemment, la porosité est influencée par la variabilité des éléments d'alliage testés. Ceci est montré au paragraphe précédent par un pourcentage de porosités élevé dans les alliages à forte teneur en Cu. D'où l'intérêt d'étudier les caractéristiques de traction en fonction de la porosité et de la variabilité de la composition chimique des alliages Al-Si-Cu.

Comme la technique de densimétrie est la méthode la plus précise pour la mesure du volume de porosités et la quantification du taux de porosités présentes dans l'échantillon, la première partie de ce paragraphe aborde l'effet de la porosité obtenue par densimétrie et les interactions de ce paramètre avec les éléments d'alliages sur $R_{p0,2}$ et R_m .

Par contre, le contrôle radiographique étant la technique utilisée par RENAULT, une comparaison du taux de porosités obtenu par densimétrie et de celui obtenu par radiographie est réalisée dans le but de vérifier la possibilité de travailler avec le contrôle radiographique pour estimer l'effet des porosités sur les caractéristiques mécaniques.

3.1 Taux de porosité obtenu par densimétrie

La figure 49 présente la limite élastique et la résistance à la traction en fonction du pourcentage de porosités obtenu par densimétrie. Pour cela, les éprouvettes analysées sont triées par classes de pourcentage de porosités: [0% à 0,5%], [0,5% à 1,5%], [1,5% à 2,5%], [2,5% à 3,5%], [5,5% à 6,5%]. On remarque sur ce graphe que lorsque la porosité augmente de 0% à 6%, la résistance à la traction diminue mais la limite élastique ne varie quasiment pas.

De plus, la plus grande partie des éprouvettes étudiées présente un taux de porosités compris entre 0% et 3,5% comme mis en évidence à la figure 50. Cette figure montre que seulement 5% des éprouvettes appartiennent à la classe de porosités [5,5-6,5%] alors que la plupart des éprouvettes (66%) possède entre 0,5 et 2,5% de porosités. De même, 17% des éprouvettes sont quasiment « saines » et apparaissent dans la classe [0-0,5%] de porosités

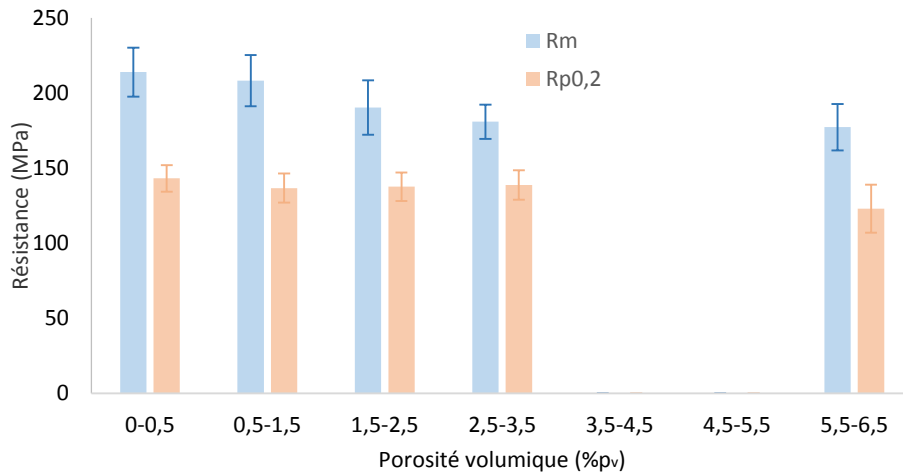


Figure 49 : Influence de la porosité volumique sur la résistance mécanique

Populations par pourcentage de porosité

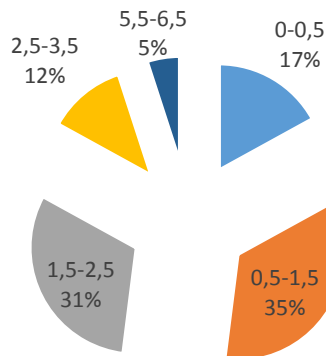


Figure 50: Classification des éprouvettes étudiées selon leur taux de porosités (%p_v)

La figure 50 met en évidence que la majorité des éprouvettes (95%) possède moins de 3,5% de porosités. Ainsi, la figure 51 présente les résistances Rp0,2 et Rm en ne tenant compte que de cette majorité d'éprouvettes. On constate alors qu'une augmentation de la porosité entraîne une diminution marquée de la résistance à la traction : le passage de la classe [0,5-1,5%] à la classe [1,5-2,5%] diminue Rm de 209 MPa à 188 MPa soit de 10,5 %, mais a une influence tout à fait négligeable sur la limite élastique (<2%).

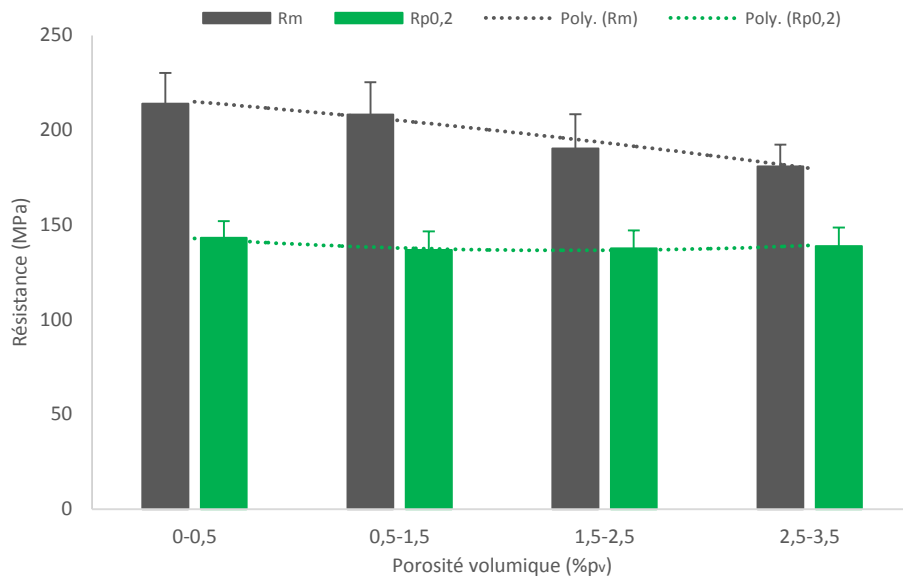


Figure 51: Influence de la porosité volumique sur la résistance mécanique

L'estimation polynomiale de la variation des deux caractéristiques de traction R_m et $R_{p0,2}$ en fonction de la porosité volumique ($\%p_v$) est donnée par les équations suivantes :

$$R_m = -0,90 \times (\%p_v)^2 - 7,16 \times (\%p_v) + 223,02 \quad *R^2 = 0,89 \quad (3.1)$$

$$R_{p0,2} = 1,88 \times (\%p_v)^2 - 10,65 \times (\%p_v) + 151,57 \quad *R^2 = 0,97 \quad (3.2)$$

* R^2 : Coefficient de détermination, mesure la qualité du modèle

Dans la mesure où la porosité ne semble pas influencer la limite d'élasticité et afin de pousser plus loin l'analyse précédente sur la résistance à la traction, nous avons examiné l'influence de l'interaction de la composition chimique et du taux de porosités sur cette dernière caractéristique. Pour cela, les moyennes de R_m pour chacun des niveaux de Si, Cu et Mg ont été déterminées et représentées en fonction du taux de porosités. Ainsi, sur la figure 52, sont tracées 3 courbes donnant la variation de R_m en fonction du pourcentage de porosités pour les trois niveaux de Si testés (9,7%, 11,2% et 12,7%). De même, les figures 53 et 54 présentent les variations de R_m en fonction du pourcentage de porosités pour, respectivement, les 3 niveaux de Mg et de Cu testés (respectivement 0%, 0,2% et 0,4% de Mg et 1,5%, 2,4% et 3,3% de Cu).

D'après la figure ci-dessous, on remarque qu'en l'absence de porosité (0%), la résistance à la traction diminue de 8% (de 228 MPa à 211 MPa) si Si passe de 9,7% à 11,2% et elle diminue de 12% (de 228 MPa à 198 MPa) lorsque Si passe de 9,7% à 12,7%.

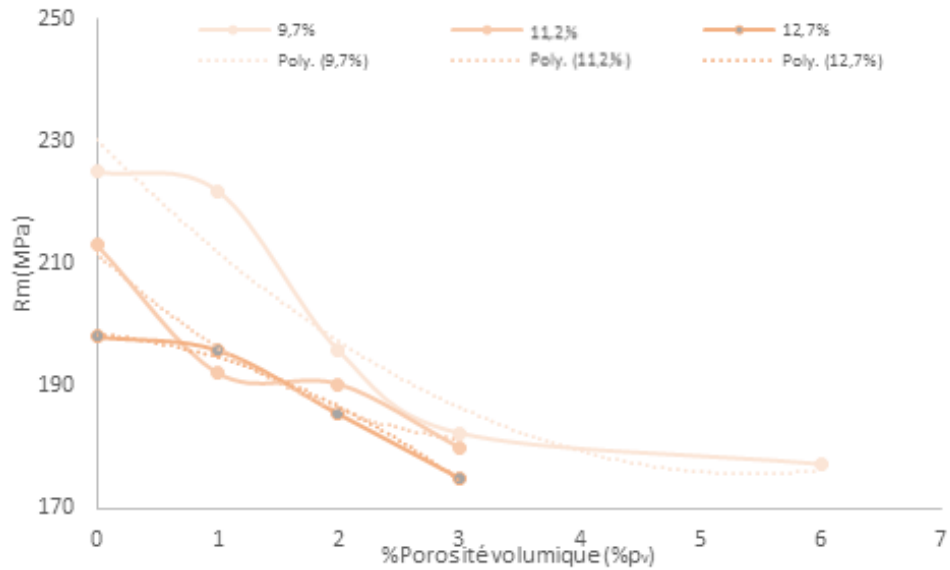


Figure 52: Influence du pourcentage massique du silicium et de la fraction volumique de la porosité sur la résistance à la traction

Par ailleurs, cette figure montre que l'augmentation du pourcentage de Si a un effet moins influant sur la résistance à la traction si le taux de porosités dépasse 2%, d'où l'intérêt d'étudier l'influence de l'interaction du %Si et de la porosité sur cette caractéristique.

D'après la figure 53, l'ajout du magnésium a une influence quasi négligeable sur la résistance à la traction. En effet, à un taux de porosité de 2%, la résistance à la traction augmente de 8% en passant de 0 à 0,2% de Mg. Par contre, le passage de 0,2% à 0,4% de Mg a une influence négligeable sur la résistance à la traction.

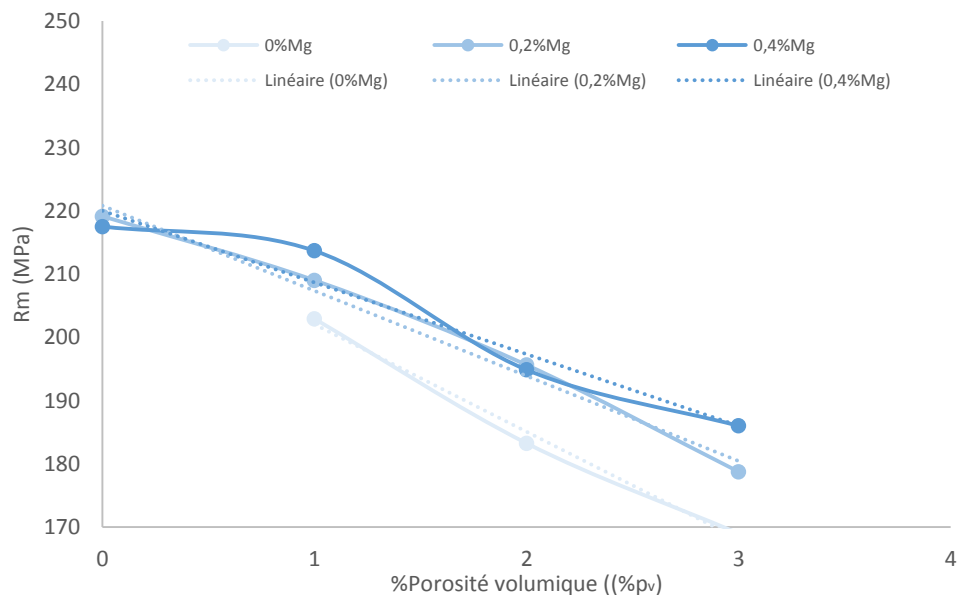


Figure 53: Influence du pourcentage massique du magnésium et de la fraction volumique de la porosité sur la résistance à la traction

En absence de porosités (0%), on remarque que R_m est quasi-identique quel que soit le pourcentage massique en Mg (≈ 220 MPa). Par contre, R_m diminue avec l'augmentation du taux de porosités pour les trois niveaux de Mg.

Le cuivre, lui, favorise la formation de porosités dans les alliages Al-Si-Cu (figure 54). On remarque que le pourcentage de porosités des alliages avec une teneur de Cu inférieure à 2,4% varie entre 0% et 3%, alors qu'il varie de 1% à 3% pour les alliages à 3,3%.

A un taux élevé en cuivre ($\geq 2,4\%$), R_m diminue considérablement avec l'augmentation du taux de porosités. En passant de 0 à 2% de porosités pour 3,3% de Cu, la résistance à la traction chute de 27% (de 260 MPa à 190 MPa), par contre, elle ne chute que de 10% (de 215 MPa à 193 MPa) à 1,5% de Cu.

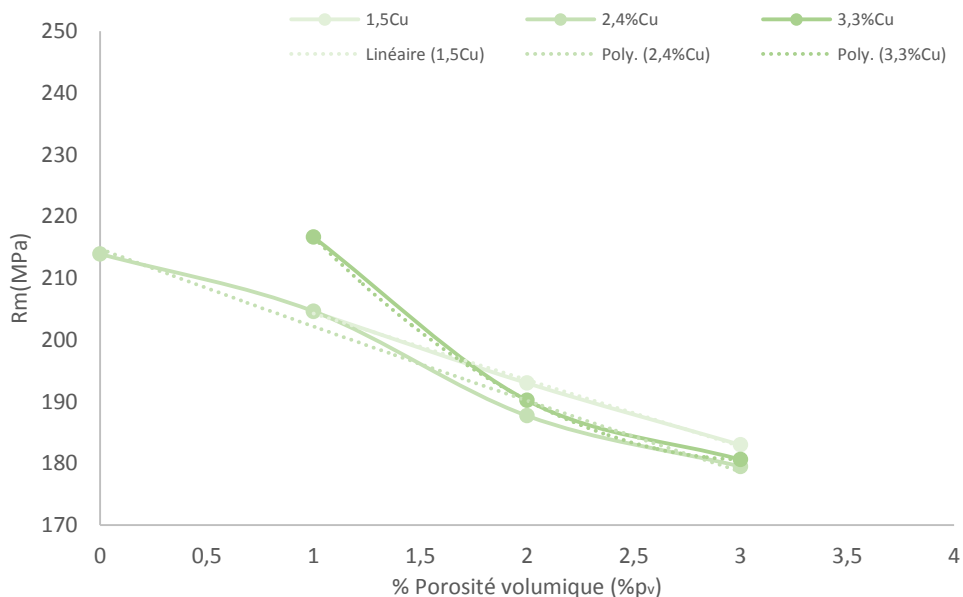


Figure 54: Influence du pourcentage massique du cuivre et de la fraction volumique de la porosité sur la résistance à la traction

3.2 Taux de porosité obtenu par radiographie

La figure 55 présente la variation de R_m et de $R_{p0,2}$ en fonction des classes ASTM de la porosité décelée par radiographie sur les éprouvettes de traction sans tenir compte de leur composition chimique.

Notons que le contrôle radiographique n'a révélé que des porosités gazeuses (soufflures). Ainsi, les analyses des résultats de ce contrôle ne concernent que ce type de porosités.

A la lecture de la figure 55, on note que, la porosité diminue considérablement la résistance à la traction mais n'a quasiment pas d'influence sur la limite élastique. En effet, en passant de la classe 1 à la classe 2, la résistance à la traction chute de 10,9% (201 MPa à 179 MPa).

Les équations linéaires ou polynomiales suivantes mettent en équation R_m et $R_{p0,2}$ en fonction du taux de porosités (%p) :

$$R_m = 5,25 \times (\%p)^2 - 36,95 \times (\%p) + 230,92 \quad R^2=1 \quad (3.3)$$

$$R_{p0,2} = -1,14 \times (\%p) + 140,7 \quad R^2 < 0,5 \quad (3.4)$$

$$R_{p0,2} = 2,21 \times (\%p)^2 - 10,935 \times (\%p) + 149,03 \quad R^2 = 1 \quad (3.5)$$

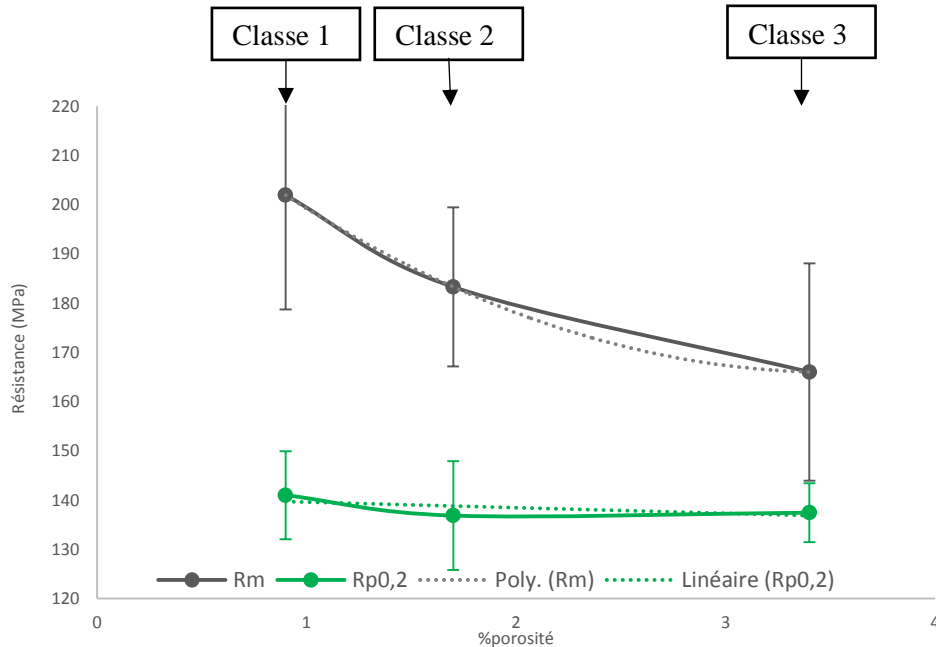


Figure 55: La résistance à la traction et la limite élastique en fonction du taux de porosités (soufflures)

Ainsi, en se basant sur l'équation (3.4), l'augmentation du taux de porosités de 0 à 2% diminue la limite élastique de 2%.

En comparant l'effet du taux de porosité obtenu par densimétrie et celui obtenu par radiographie sur Rm et Rp0,2 (figures 51 et 55), nous remarquons que suite à l'analyse par densimétrie, le passage du taux de porosités de la classe [0,5-1,5%] à la classe [1,5-2,5%] diminue Rm de 209MPa à 188MPa soit de 10,5 %. L'analyse par radiographie montre, elle, que si la porosité passe de la classe 1 (0,9% de porosités) à la classe 2 (1,7% de porosités), Rm est réduite de 10,9% (201 MPa à 179 MPa).

Concernant Rp0,2, les résultats montrent que le taux de porosités surfacique et le taux de porosités volumique ont une influence négligeable sur cette caractéristique.

Par conséquent, le contrôle radiographique permet tout comme le contrôle par densimétrie de quantifier l'influence de la porosité sur les caractéristiques de traction (Rm et Rp0,2).

4. Conclusions

La porosité est à la fois un paramètre révélateur de la santé matière qui dépend de la composition chimique de l'alliage Al-Si-Cu et des conditions de coulé et un facteur qui influence les propriétés mécaniques de la pièce produite en fonderie sous pression. Les principales conclusions de l'analyse de ce paramètre sont les suivantes :

- Les courbes de variation des pourcentages surfaciques et volumiques de la porosité en fonction des alliages font apparaître que le cuivre peut favoriser la formation de porosités

dans les alliages Al-Si-Cu. Ceci peut être dû à la formation des composés riches en cuivre à la fin de solidification, ce qui rend le remplissage des zones inter-dendritiques difficile et favorise par conséquent la formation des retassures

- La présence de porosités n'influence quasiment pas la limite élastique.
- La résistance à la traction diminue considérablement avec l'augmentation de la porosité
- En absence de porosité, R_m diminue avec l'augmentation de la teneur en Si. En effet, elle chute de 6% si on passe de 9,7% de Si à 11,2% de Si et de 12% si on passe de 9,7% de Si à 12,7% de Si. Ceci peut être lié à la formation de composés intermétalliques riches en fer. Par ailleurs, l'augmentation du %Si augmente la coulabilité de la matière et par conséquent diminue la porosité, ce qui a un effet bénéfique sur la résistance mécanique [75]. En effet, à 9,7% de Si le pourcentage volumique de porosités atteint 6% alors qu'il ne dépasse pas 3% à 11,2 et à 12,7% de Si.
- Le teneur en magnésium augmente R_m . Ceci est en accord avec les résultats des travaux de Yang et al. [15]. En effet, Yang a noté une légère augmentation de la résistance à la traction lorsque le pourcentage massique de Mg passe de 0,1% à 0,5%. Mais le magnésium n'influence quasiment pas le pourcentage de porosité volumique. Pour tous les niveaux de Mg, les courbes de tendances de la variation de R_m sont fonctions linéaires de la porosité et les coefficients de ces courbes sont assez proches (ces fonctions ne sont pas montrés pour des raisons de confidentialité). Ceci montre que la variation de R_m en fonction de la porosité est quasi-identique pour tous les niveaux du Mg
- Le contrôle radiographique permet tout comme le contrôle par densimétrie de quantifier l'influence de la porosité sur les caractéristiques de traction (R_m et $R_{p0,2}$).

IV. Caractérisation de la microstructure

Les observations de la microstructure des alliages étudiés montrent une microstructure type de ces alliages Al-Si-Cu-Mg qui se compose de (figure 56) :

- Phases primaires dendritiques α -Al
- Phases eutectiques Al-Si
- Composés intermétalliques

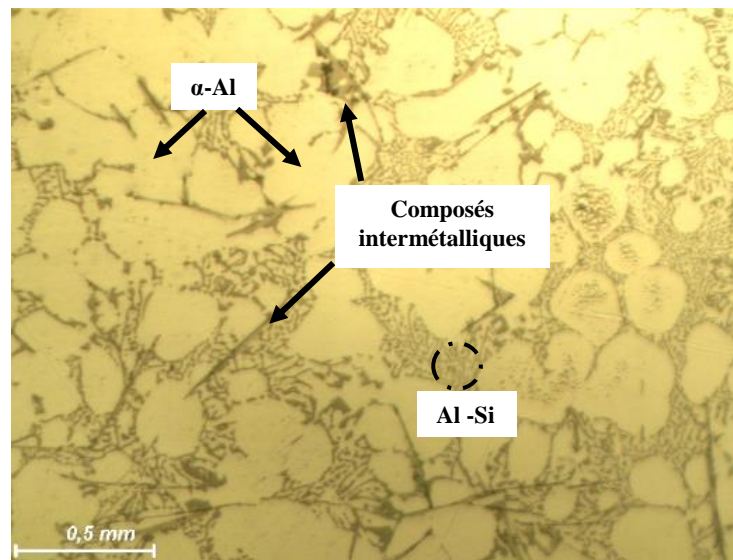


Figure 56 : Microstructure type des alliages Al-Si-Cu-Mg (alliage 3 équivalent à l'AlSi9Cu3)

Nous allons nous intéresser aux évolutions de cette microstructure en fonction des trois éléments d'alliage (Si, Cu et Mg) que nous avons fait varier.

1. Effet du silicium

Pour déterminer l'influence de la teneur en silicium sur la microstructure, les microstructures des alliages à bas et à haut pourcentage massique en silicium sont comparées par microscopie optique :

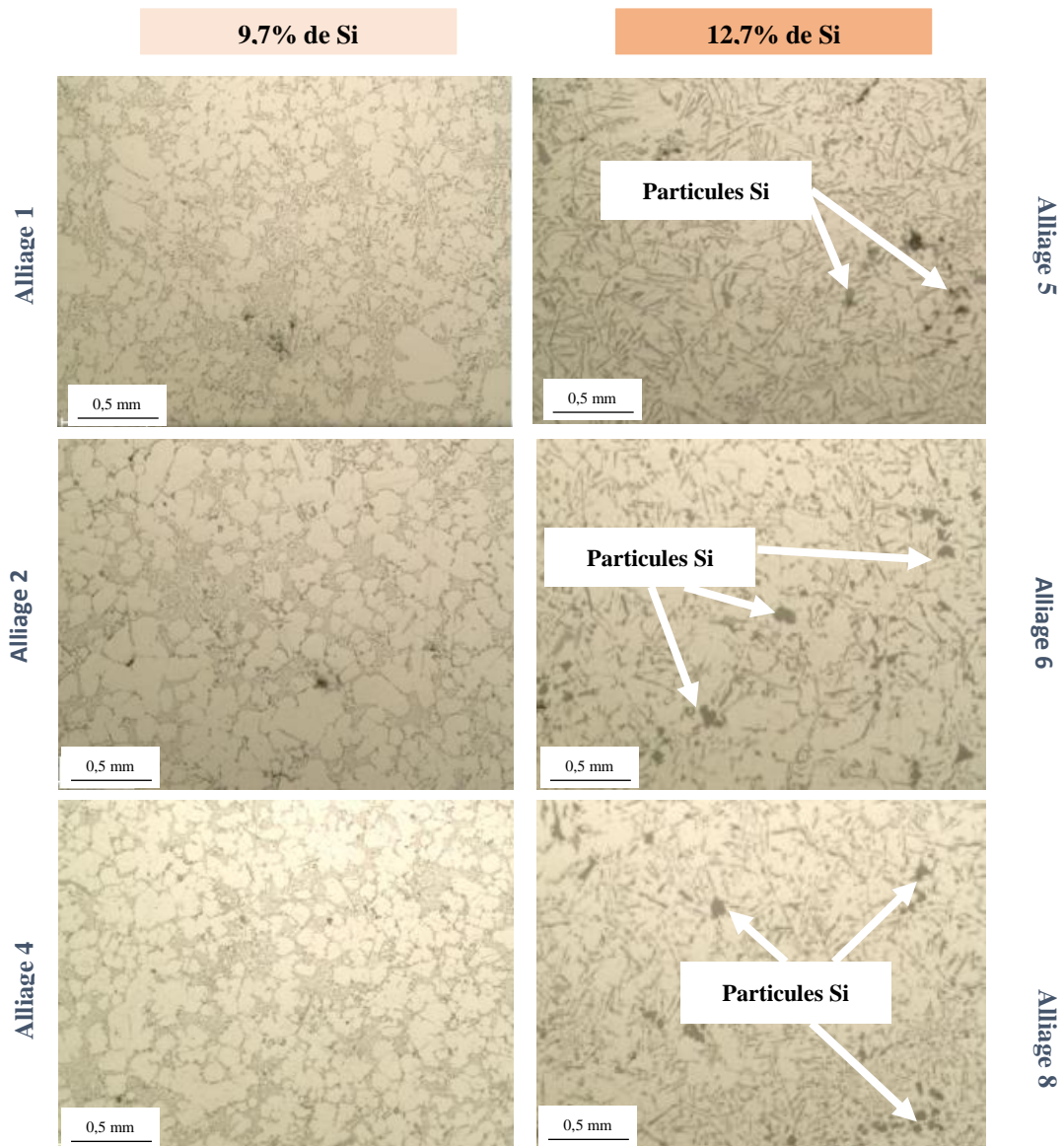


Figure 57 : Micrographies avant attaque des alliages 1, 2, 4, 5, 6 et 8

L'analyse macroscopique de la figure 57 montre que :

- Les dendrites dans les microstructures des alliages à bas pourcentage massique de Si sont sous forme globulaire entourées par les phases eutectiques Al-Si qui sont bien définies (alliages 1, 2 et 4, alors que les alliages à haute teneur en Si se caractérisent par une structure en plaquettes de la phase eutectique Al-Si dont la phase α -Al est mal définie (alliages 5, 6 et 8).
- Les alliages à haut pourcentage massique en silicium contiennent des particules grises plus ou moins grossières en fonction de l'alliage. L'analyse chimique de ces particules a montré que ce sont des particules de Si (figure 58).

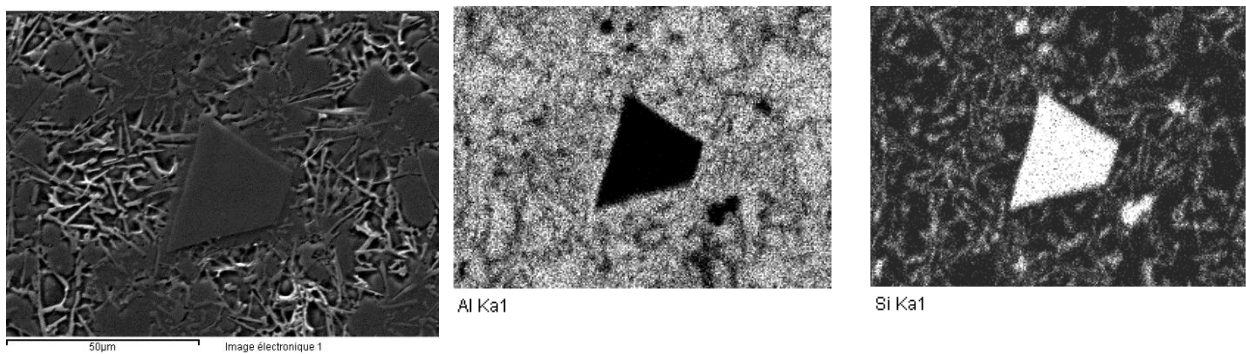


Figure 58 : Cartes EDS des éléments Al et Si de l'alliage 6

Selon Bäckerüd et al. [5], la composition eutectique est proche de 12% de Si. Au-dessous de cette concentration (alliages hypo-eutectiques), l'aluminium existe à partir du liquide en tant que phases primaires, sous forme de dendrites α -Al. Au-dessus de cette concentration (alliages hyper-eutectiques), des particules de silicium se forment à partir du liquide de refroidissement à la place des phases dendritiques. Ceci se confirme par la comparaison de la microstructure des alliages étudiés (voir figure 59). En effet, en comparant par exemple la morphologie des phases α -Al de l'alliage hypo-eutectique 3 à celle de l'alliage hyper-eutectique 6, on remarque que les dendrites sont bien formées dans la microstructure de l'alliage 3 contrairement à la microstructure de l'alliage 6 où les phases α -Al de l'eutectique sont mal formées et on note la présence de particules Si (figure 59 (b)).

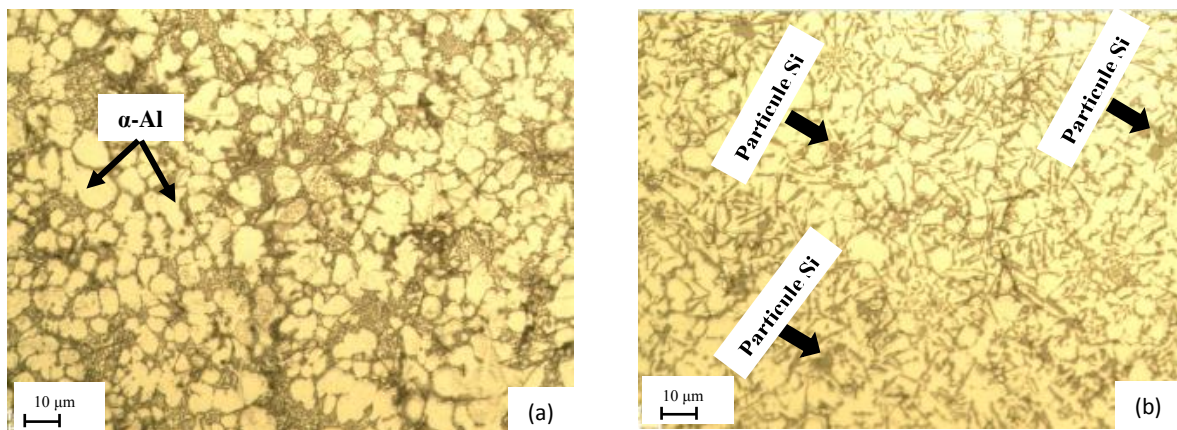


Figure 59 : Observations de la microstructure (a) de l'alliage 3, (b) de l'alliage 6

2. Effet du cuivre

Les alliages avec différentes teneurs en Cu présentent des microstructures similaires au niveau de la morphologie des dendrites et de la phase eutectique Al-Si. La figure 60 présente une comparaison des microstructures de deux alliages hypo-eutectiques à 9,7% de Si, sans magnésium et à 1,5% de Cu (alliage 1) ou à 3,3% de Cu (alliage 4).

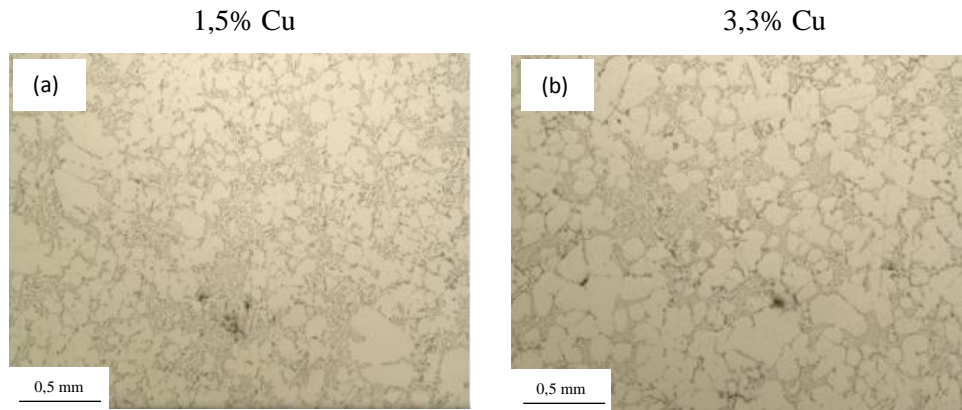


Figure 60 : Comparaison des microstructures de l'alliage (a) 1 et (b) 4

Les alliages à pourcentage élevé en Cu contiennent de petits composés intermétalliques Al_2Cu avec une couleur gris clair. Ils se trouvent le plus souvent dans les zones inter-dendritiques. La figure 61 montre ces composés dans les alliages 4 et 7. Selon Zeren et al. [16], ces composés se forment en fin de solidification de l'alliage. Makhlof et al. [76] ont montré que la dureté de ces composés est de $440 \pm 50 HV$, ce qui contribue à l'augmentation de la dureté de l'alliage.

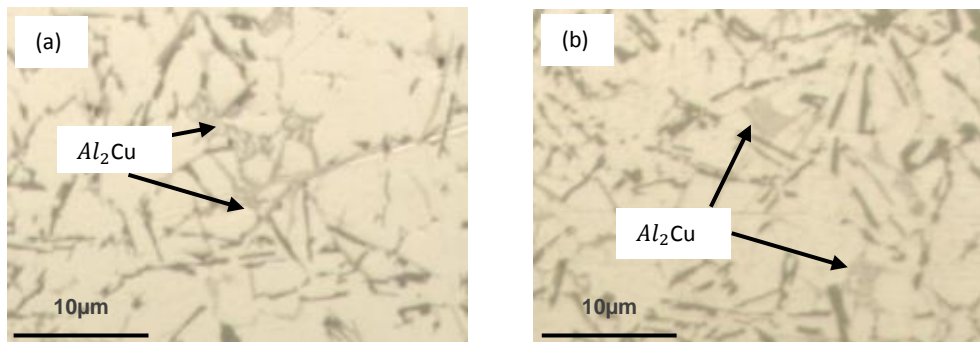


Figure 61 : Composés riches en Cu dans les alliages (a) 4 et (b) 7

3. Effet du magnésium

Les micrographies d'alliages avec différentes teneurs en Mg montrent que les alliages sans magnésium (1 et 4) présentent une structure en plaquettes de la phase eutectique Al-Si (figure 62 (a) et figure 62 (b)), contrairement aux alliages 2 et 3 avec une teneur en Mg de 0,4 qui présentent une structure globulaire et plus homogène de la phase Al-Si (figure 62 (c) et figure 62 (d)). Ceci montre que la teneur en Mg affecte la morphologie des phases eutectiques Al-Si des alliages Al-Si-Cu.

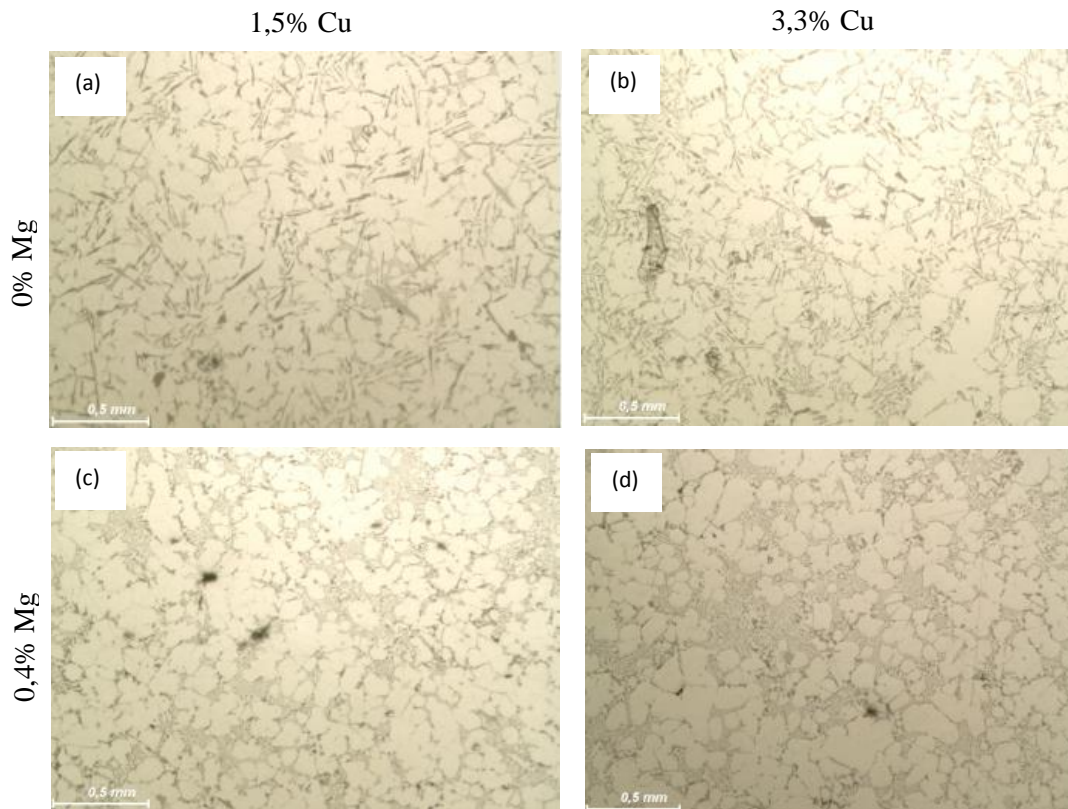


Figure 62 : Microstructures des alliages (a) 1, (b) 4, (c) 2 et (d) 3

L'observation MEB a révélé l'existence de composés avec une taille très petite dans les alliages riches en Cu et en Mg (flèche noire, figure 63). Ces phases grises se composent des éléments chimiques Al, Mg, Cu et Si et sont présentes à proximité des phases Al_2Cu (flèche blanche, figure 63).

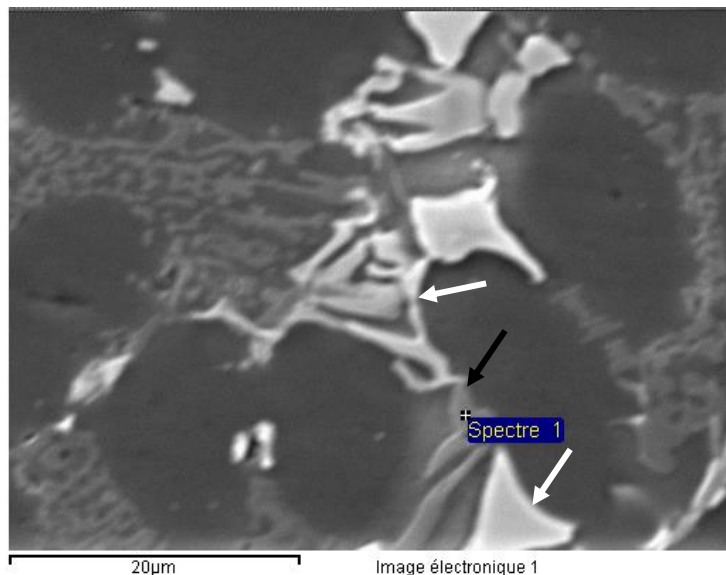


Figure 63 : Analyse MEB des phases $AlCuMgSi$ observées dans l'alliage 3

A partir du processus de solidification et de l'évolution de la microstructure du système Al-Si-Cu-Mg selon le diagramme d'équilibre des phases calculé par le logiciel Pandat (figure 64), la présence de ces composés peut être expliquée [15].

En effet, le diagramme de phase suivant est divisé en deux régions à 0,38% de Mg :

- Pour un pourcentage massique de Mg < 0,38% : les composés Al_2Cu se forment en premier suivis des composés $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$. Selon le diagramme d'équilibre, la phase $AlCuMgSi$ est issue d'une réaction de précipitation à l'état solide et est susceptible de se former à l'intérieur des dendrites de phase $\alpha-Al$.
- Pour un pourcentage massique de Mg > 0,38% : ce sont les composés $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ qui se forment en premier, ce qui diminue la quantité de Cu disponible dans l'alliage pour alimenter les composés Al_2Cu . La phase $AlCuMgSi$ se solidifie donc après la phase $\alpha-AlFeMnSi$, les dendrites $\alpha-Al$ et la phase eutectique Al-Si mais avant la phase Al_2Cu . La phase Al_2Cu se développe donc au voisinage des composés $AlCuMgSi$. Ceci explique pourquoi les deux phases sont toujours à proximité l'une de l'autre.

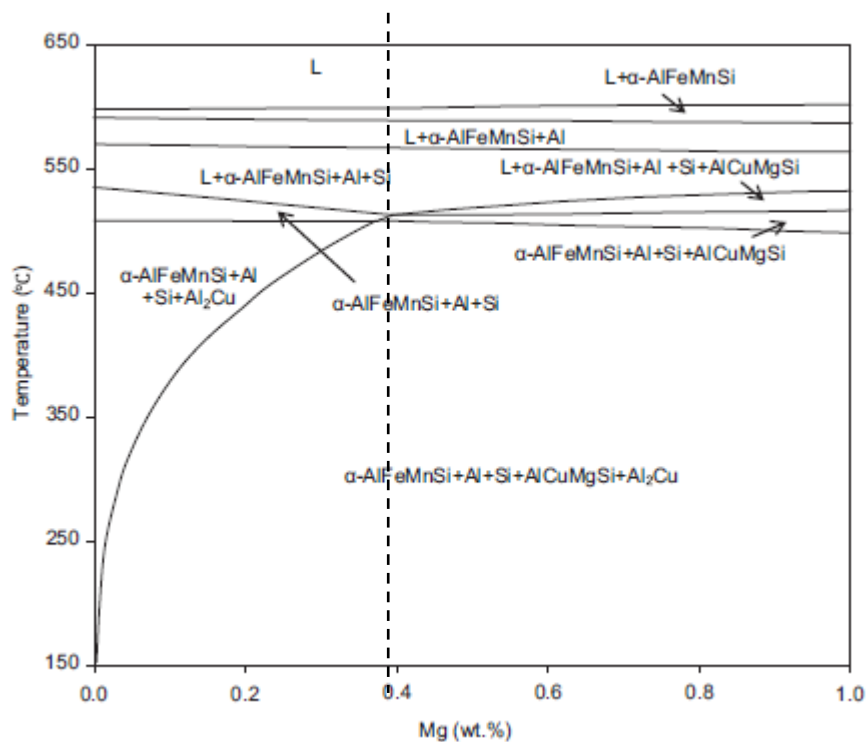


Figure 64 : Section transversale du diagramme de phase d'équilibre des alliages Al-Si-Cu-Mg avec 9% de Si, 3,5% de Cu, 0,1% de Fe et 0,5% de Mn calculé par le logiciel Pandat [15]

Nous avons ainsi la confirmation que pour les alliages 2 et 3 avec 0,4% de Mg, les particules observées sont des composés $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$.

4. Conclusions

La microstructure type des alliages Al-Si-Cu se compose essentiellement de phases dendritiques, de phases eutectiques et de composés intermétalliques. La finesse de la microstructure est peu influencée par la teneur massique en Cu. En observant différents alliages avec différents pourcentages massiques en Cu (variation de Cu de 1,5 à 3,3%), nous ne constatons pas de différences entre ces alliages en termes de morphologie des phases dendritiques et des phases eutectiques. Par contre, la phase eutectique des alliages Al-Si-Cu devient plus globulaire en augmentant le pourcentage massique en Mg. Le silicium quant à lui modifie la morphologie de la phase dendritique. On constate que les dendrites sont mal définies en augmentant le pourcentage massique en Si.

Les alliages avec un pourcentage massique en Si supérieur à 11,2% (alliage proche de l'eutectique) contiennent des particules de Si pro-eutectiques. Ces particules se caractérisent par une dureté élevée, ce qui durcit le matériau. La présence des particules Si dans des alliages à haut pourcentage en Si peut expliquer les valeurs de dureté élevées obtenus pour ces alliages.

Le cuivre augmente la limite élastique et la dureté du matériau car il favorise la formation des composés Al_2Cu . Mais cet élément d'alliage diminue la résistance à la traction. En effet, les composés riches en Cu qui se forment dans l'alliage en fin de solidification dans les zones inter-dendritiques favorisent la formation de porosités pénalisant ainsi leur résistance à la traction.

La présence du Mg avec un pourcentage supérieur à 0,38% dans un alliage Al-Si-Cu provoque la formation de phases $AlCuMgSi$ avant la formation des composés Al_2Cu , ce qui diminue la quantité de cuivre disponible dans l'alliage pour former les composés Al_2Cu .

V. Conclusion

L'analyse de la microstructure, des composés intermétalliques et de la porosité nous a permis de lier les variations des propriétés mécaniques aux mécanismes physiques qui se produisent au cœur de l'alliage en lien avec sa teneur en éléments d'alliage. Les principales conclusions tirées de cette analyse sont les suivantes :

- Le cuivre forme avec l'aluminium les phases Al_2Cu . Ces phases précipitent pendant la solidification à cause de la réaction eutectique ternaire suivante : $liq \rightarrow \alpha-Al+Si+Al_2Cu$ et contribuent au renforcement de la résistance en traction du matériau. En effet, les alliages à pourcentages élevés en cuivre présentent des propriétés mécaniques élevées, en particulier la dureté et la limite élastique. Mais, la présence des précipités Al_2Cu favorise la formation de la porosité dans l'alliage et dégrade par conséquent sa résistance à la traction.
- La haute teneur en Si augmente la fraction eutectique et diminue celle de la phase dendritique, ce qui favorise la formation de composés riches en fer (α et β). Selon Sivarupan [13], une grande fraction de liquide eutectique due à un pourcentage élevé en Si assure suffisamment d'espace et de temps pour la formation des intermétalliques.
- Une teneur élevée en Si augmente le nombre des particules de Si. Ces particules jouent un rôle très important dans le comportement mécanique des alliages Al-Si. Okabayashi et al. [78] ont rapporté que le comportement de propagation de la fissure en traction est régi par la formation des particules de silicium.
- Le magnésium augmente la dureté et la limite élastique. Ceci peut être dû au fait que cet élément permet d'obtenir une morphologie des dendrites plus homogène. Mais, en présence du cuivre, l'excès de Mg diminue la dureté, en effet :
 - A 0,2% de Mg : la formation des phases Al_2Cu augmente la dureté du matériau ;
 - Alors qu'à 0,4% de Mg : la teneur élevée (>0,38%) en Mg favorise la formation des phases $AlCuMgSi$ ce qui diminue la quantité de cuivre disponible dans l'alliage pour former les phases Al_2Cu .
- Un fort taux de porosités diminue considérablement les deux propriétés de traction R_m et $A\%$.

Cette analyse des résultats expérimentaux prouve que la variabilité des éléments d'alliage Si, Cu et Mg contribue à la variation des propriétés mécaniques de dureté et de traction des alliages Al-Si-Cu testés. Elle a montré aussi que certaines interactions entre les éléments d'alliage peuvent influencer ces caractéristiques mécaniques. L'analyse statistique, abordée dans le prochain chapitre, permettra de quantifier l'effet de chaque élément d'alliage et de chaque interaction entre ces éléments.

CHAPITRE IV : CARACTERISATION DE LA VARIABILITE MATERIAU/ PROCEDE ET ANALYSE STATISTIQUE

I. Introduction

D'après la littérature, plusieurs paramètres procédé peuvent influencer la santé matière, la microstructure et la tenue mécanique des pièces coulées en fonderie sous pression, en particulier les paramètres d'injection. Dans ce cadre, nous avons choisi d'étudier dans la première partie de ce chapitre l'effet de la variabilité de deux paramètres procédé sur 3 alliages sélectionnés parmi les 11 du précédent chapitre. Ainsi, les couplages éventuels entre les éléments d'alliage et les paramètres du procédé de fonderie HPDC seront mis en évidence.

Par la suite, une étude statistique par analyse de la variance sera réalisée. Cette ANOVA qui a pour objectifs de déterminer statistiquement les facteurs Matériau/Procédé/Produit influents sur les caractéristiques mécaniques permettra de quantifier la contribution de chacun des facteurs jugés influents dans la variation de ces propriétés dans leurs domaines de variation. Enfin, cette étude statistique par analyse de la variance permettra l'élaboration de modèles de régression qui lient les caractéristiques étudiées aux paramètres du triptyque Matériau/Procédé/Produit. Ces modèles de régression serviront à terme à la construction de l'outil de re-conception produit abordée dans le chapitre V.

II. Effet du couplage matériau/procédé sur les alliages Al-Si-Cu en fonderie sous pression

Afin d'étudier l'influence du couplage matériau/procédé sur les alliages Al-Si-Cu. Trois alliages (B, C et E) parmi les onze ont été choisis. Ces alliages se caractérisent par une même teneur en éléments d'alliage sauf pour le Si et le Cu qui varient en deux niveaux. En effet, il a été remarqué que l'augmentation de la teneur en magnésium augmente les caractéristiques mécaniques (dureté, $R_{p0,2}$ et R_m). Cet élément a été alors fixé à 0,4%. Quant aux deux autres éléments Cu et Si, il a été montré que le cuivre améliore les caractéristiques mécaniques grâce à la formation de composés riches en Cu mais qu'il peut augmenter le pourcentage de la porosité. Au contraire, le silicium améliore la coulabilité du matériau et diminue ainsi la porosité mais favorise la formation de composés riches en fer fragilisant les alliages. C'est pour cela qu'il a été choisi de faire varier ces deux éléments d'alliage. Concernant les paramètres procédé: température de coulée et pression 3ème phase qui contrôle la

pression sur le métal, elles ont été choisies en se basant sur la littérature et sur les différentes discussions avec les fondeurs et les experts industriels en fonderie chez RENAULT.

Les paramètres procédés ont été variés aussi en deux niveau : Haute Pression (HP, en bleu) : 1275 bar, Basse Pression (BP, en rose) : 875 bar, Haute Température (HT, en vert) : 680°C et Basse Température (BT, en gris) : 630°C) pour ces trois alliages, comme indiqué dans le tableau 18. Les critères de choix des éléments d'alliage, des paramètres procédé et de leurs niveaux sont détaillés dans le chapitre II.

Alliages		%Si	%Cu	%Mg	Température de la coulée (°C)	Pression 3ème phase (bar)	Pression sur le métal (bar)
B (3)	B_{HT-HP}	9,68	3,2	0,38	680°	275	1275
	B_{HT-BP}				680°	180	875
	B_{BT-HP}				630°	275	1275
	B_{BT-BP}				630°	180	875
C (6)	C_{HT-HP}	12,64	1,51	0,4	680°	275	1275
	C_{HT-BP}				680°	180	875
	C_{BT-HP}				630°	275	1275
	C_{BT-BP}				630°	180	875
E (2)	E_{HT-HP}	9,73	1,44	0,4	680°	275	1275
	E_{HT-BP}				680°	180	875
	E_{BT-HP}				630°	275	1275
	E_{BT-BP}				630°	180	875

Tableau 18 : Paramètres matériau/procédé

1. Caractérisation mécanique des alliages

Avant d'étudier l'influence du couplage matériau/ procédé sur les propriétés mécaniques testées, une analyse statistique avec le test de Kruskal-Wallis en considérant un niveau de signification α de 5% a été réalisée. L'objectif de ce test est de comparer les sous-populations des zones étudiées. Ce test a été réalisé séparément pour chacune des caractéristiques mécaniques.

1.1 Dureté Brinell

La comparaison des populations (tableau 3, annexe A) des trois zones étudiées Z1, Z2 et Z3 a révélé que les trois zones appartiennent à la même population pour chacun des alliages et ce quel que soit la pression et la température utilisées. Ceci nous permet d'examiner l'effet de l'interaction matériau /procédé indépendamment de la géométrie de la pièce.

Les figures 65 (a) et 65 (b) présentent les valeurs moyennées et les écarts types ($\pm 1\sigma$) de la dureté en fonction de la température de coulée pour une pression sur le métal de 1275 bar et de 875 bar respectivement.

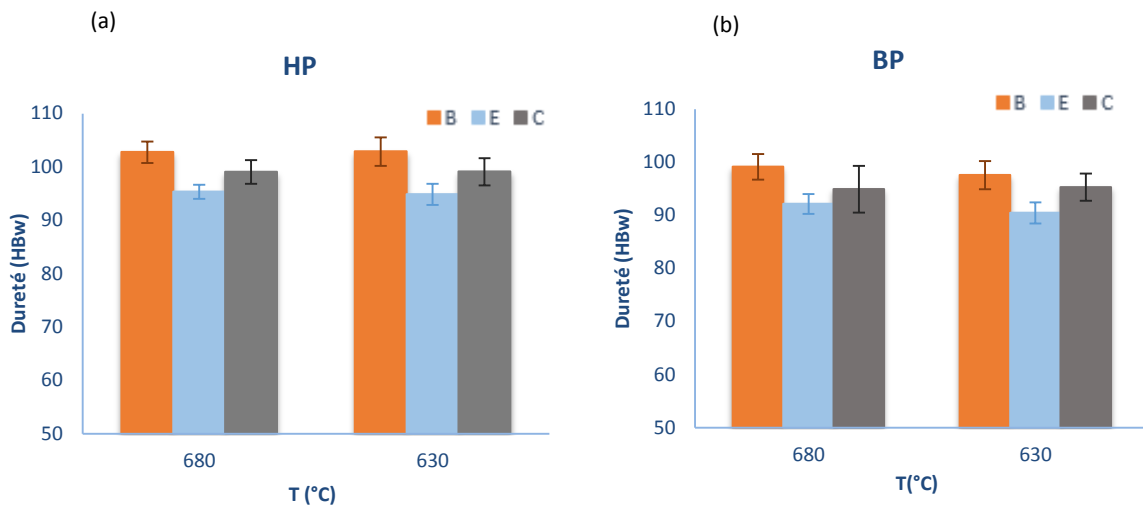


Figure 65: Influence de la température de coulée sur la dureté à la pression sur le métal de (a) 1275 bar (b) 875 bar

A hautes pression et température (figure 65 (a)), l'alliage B présente la dureté la plus élevée (100 HBw), contrairement à l'alliage E qui présente la dureté la plus faible (95 HBw). Ceci peut être dû à la teneur élevée en Cu dans l'alliage B qui favorise la formation des composés Al_2Cu . D'un autre côté, l'alliage C a une dureté plus élevée que l'alliage E. Ceci être attribué à la teneur en Si (12,7% pour l'alliage C) qui favorise la formation de particules primaires de Si. En effet ces deux derniers alliages contiennent la même teneur en Cu mais l'alliage C est hyper eutectique.

On remarque également une légère augmentation de la dureté avec l'augmentation de la pression sur le métal mais pas de variation significative de la dureté en fonction de la température de coulée.

1.2 Limite élastique $R_{p0,2}$

Le test de comparaison des populations des trois zones étudiées Z1, Z2 et Z4 (tableau 4, annexe A) montre que ces trois zones proviennent de la même population pour les quatre conditions de coulée et pour chacun des trois alliages.

La variation de la limite d'élasticité en fonction de la température de coulée pour les deux valeurs de la pression sur le métal est donnée par la figure 66. Cette figure montre qu'à pression et température élevées, les alliages hypo-eutectiques B et E ont la même valeur de la limite d'élasticité (~150 MPa), tandis que l'alliage hyper-eutectique C a une limite d'élasticité inférieure (136 MPa). On note aussi que cette caractéristique ne varie pas pour les alliages B et C, mais diminue de 10% pour l'alliage E avec la diminution de la température à pression élevée. A basse pression, la diminution de la limite d'élasticité avec la diminution de la température ne dépasse pas 5% pour les trois alliages.

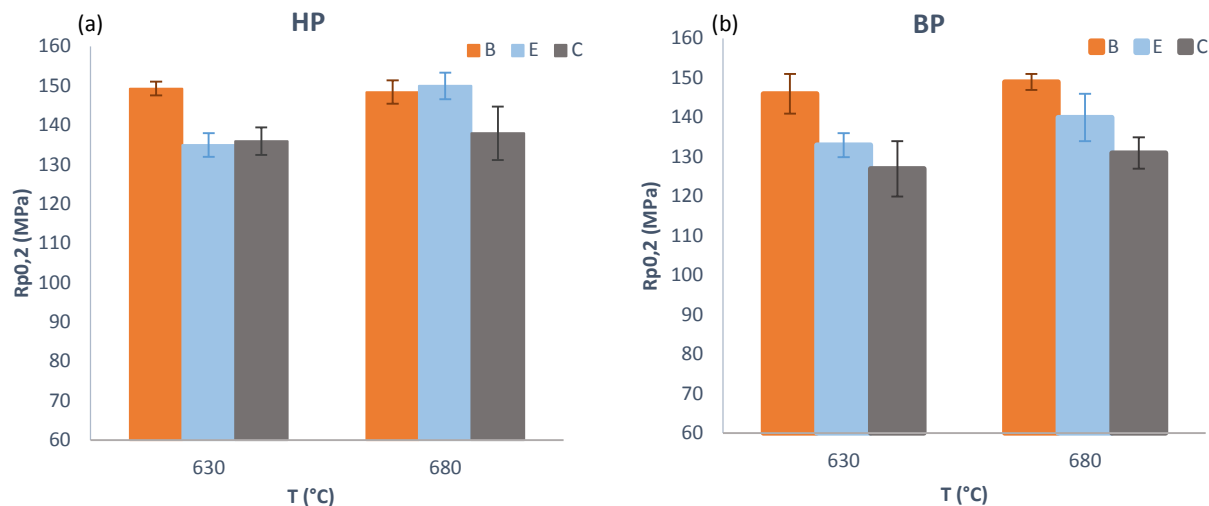


Figure 66 : Influence de la température de coulée sur $R_{p0,2}$ à la pression sur le métal de (a) 1275 bar (b) 875 bar

Pour les deux températures, la limite d'élasticité ne varie pas en fonction de la pression sur le métal pour les alliages B et E et diminue que faiblement pour l'alliage C (7%).

1.3 Résistance à la traction R_m

Concernant la résistance à la traction et d'après le tableau 19, les populations des zones étudiées ne proviennent pas de la même population pour les alliages B_{BT-HT} , C_{HT-HP} et E_{HT-HP} .

	K (valeur observée)	K (valeur critique)	Niveau de signification α	p-value	Les 3 zones proviennent-elles de la même population ?
B-HT-HP	5,65	5,991	0,05	0,04	Oui
B-HT-BP	3,82	5,991	0,05	0,15	Oui
B-BT-HP	6,2	5,991	0,05	0,048	Non
B-BT-BP	2,75	5,991	0,05	0,25	Oui
C-HT-HP	5,53	5,991	0,05	0,06	Non
C-HT-BP	2,24	5,991	0,05	0,33	Oui
C-BT-HP	1,87	5,991	0,05	0,39	Oui
C-BT-BP	0,07	5,991	0,05	0,97	Oui
E-HT-HP	7,2	5,991	0,05	0,03	Non
E-HT-BP	5,14	5,991	0,05	0,08	Oui
E-BT-HP	3,52	5,991	0,05	0,17	Oui
E-BT-BP	3,11	5,991	0,05	0,21	Oui

Tableau 19 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z4 par rapport à R_m

La figure 67 montre que la résistance à la traction ne varie pas de la même manière en fonction de la température de coulée et de la pression sur le métal pour toutes les zones étudiées.

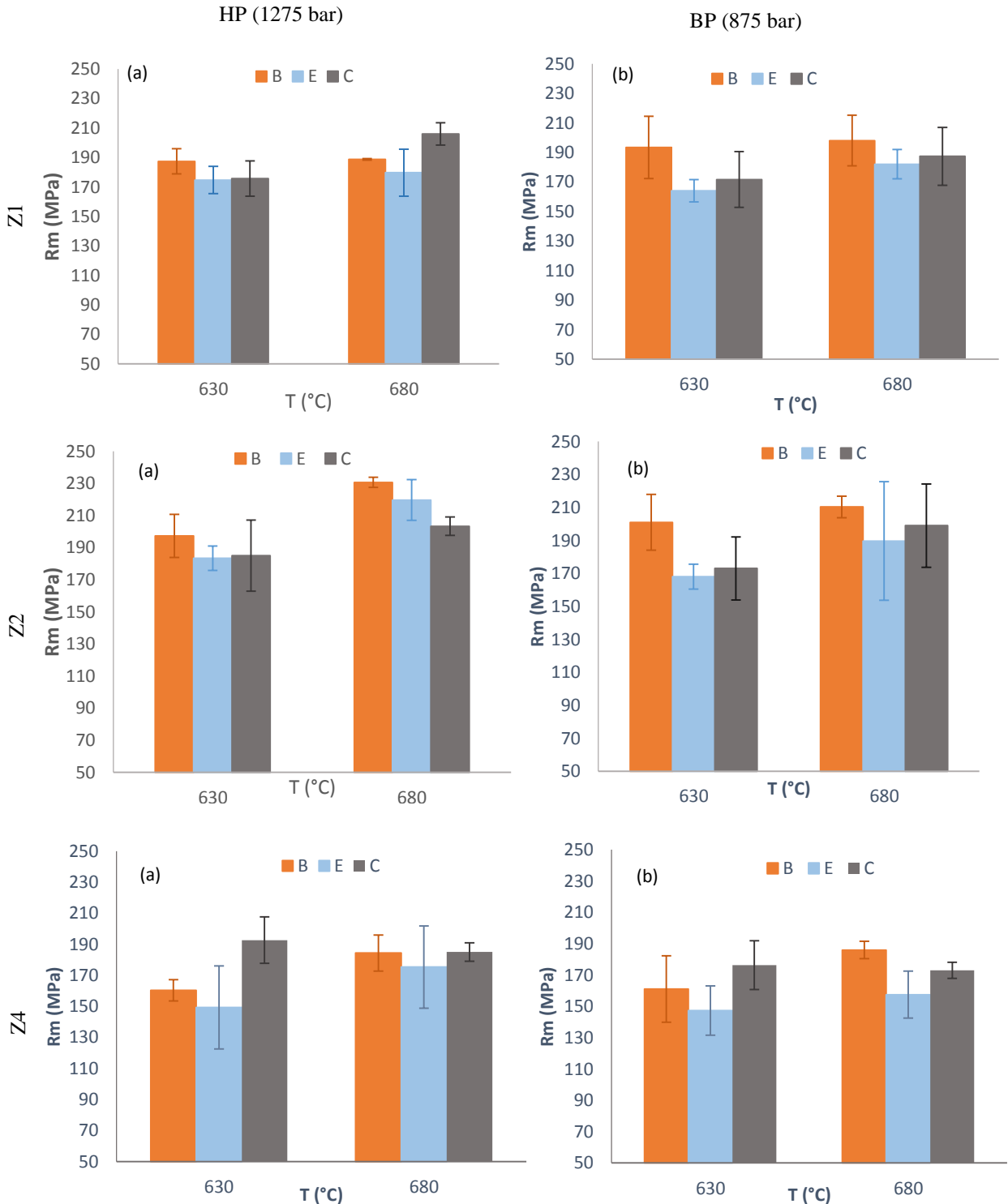


Figure 67 : Influence de la température de coulée sur R_m pour une pression sur le métal de (a) 1275 bar (b) 875 bar pour chacune des zones Z1, Z2 et Z4

On remarque que:

- Pour l'alliage B, R_m diminue respectivement de 15% et de 10% avec la diminution de la température de coulée et de la pression pour la zone Z2 alors qu'elle ne varie quasiment pas pour la zone Z1. Ceci peut être dû à l'influence de facteurs autres liés à la zone de

prélèvement (porosité et/ou finesse de la microstructure). Cette hypothèse devra être vérifiée dans les paragraphes à venir.

- De manière générale, la zone Z2 présente les meilleures valeurs de Rm pour toutes les conditions de coulée.

1.4 Allongement à la rupture A%

Le test de comparaison des populations (tableau 20) montre que pour l'allongement à la rupture, les trois zones ne proviennent pas de la même population pour toutes les conditions de coulée étudiées. La figure 68 montre A% en fonction de la température et de la pression pour toutes les zones étudiées :

	K (valeur observée)	K (valeur critique)	Niveau de signification α	p-value	Les 3 zones proviennent-elles de la même population ?
B-HT-HP	6	5,991	0,05	0,04	Non
B-HT-BP	5,13	5,991	0,05	0,08	Oui
B-BT-HP	3,34	5,991	0,05	0,19	Oui
B-BT-BP	3,8	5,991	0,05	0,15	Oui
C-HT-HP	7,26	5,991	0,05	0,027	Non
C-HT-BP	1,43	5,991	0,05	0,49	Oui
C-BT-HP	3,2	5,991	0,05	0,2	Oui
C-BT-BP	0,6	5,991	0,05	0,74	Oui
E-HT-HP	4,78	5,991	0,05	0,09	Oui
E-HT-BP	3,53	5,991	0,05	0,2	Oui
E-BT-HP	0	5,991	0,05	1	Oui
E-BT-BP	0,66	5,991	0,05	0,72	Oui

Tableau 20 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z4 par rapport à A%

On remarque (figure 68) que A % varie très peu (0,7 à 1,6%) en fonction de la composition chimique, de la température de coulée et de la pression sur le métal. On montre que la zone Z4 est la zone la plus fragile. Une analyse de la variance ultérieure permettra de mieux quantifier les variations de l'allongement à la rupture en fonction des paramètres matériau/procédé.

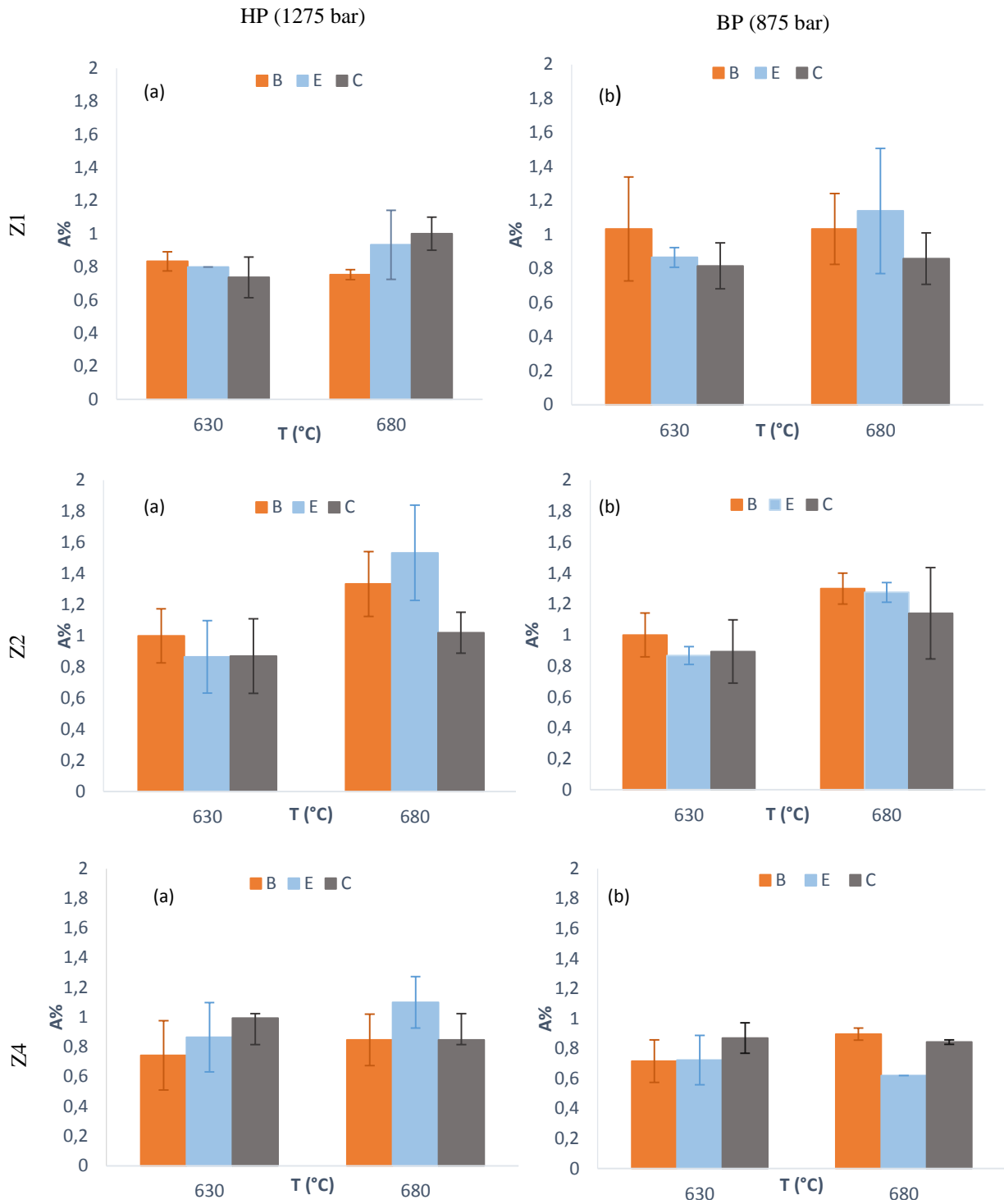


Figure 68 : Influence de la température de coulée sur A% pour une pression sur le métal de (a) 1275 bar (b) 875 bar pour chacune des zones Z1, Z2 et Z4

2. Porosité

La figure 69 donne le pourcentage surfacique, obtenu par micrographie optique, de la porosité (retassures et soufflures) en fonction de la température pour les deux pressions sur le métal. En comparant le pourcentage de porosités des trois alliages à pression et température élevées, on remarque que les alliages hypo-eutectiques B et E contiennent un taux de porosité plus grand que l'alliage C. En outre, la diminution à la fois de la température et de la pression favorise la formation de la porosité pour les trois alliages, comme l'indique les images (j), (k) et (l) de la figure 70.

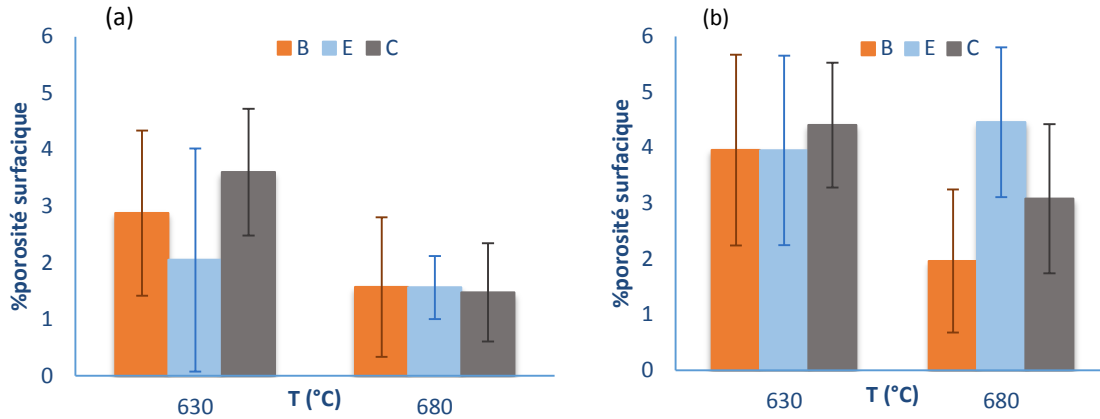


Figure 69 : Pourcentage de porosité surfacique en fonction de la température de coulée (a) à 1275 bar, (b) à 875 bar

Par ailleurs, la diminution de la température fournit des sites de nucléation plus nombreux aux pores avec des formes irrégulières appelées retassures (entourées sur la figure 70).

En ce qui concerne l'influence de la pression sur la formation de la porosité, les images microscopiques de la figure 70 montrent bien que le nombre de porosités (gazeuses) n'augmente pas avec la diminution de la pression mais c'est leur taille qui augmente et par conséquent leur taux dans l'alliage. Ceci est confirmé en comparant les figures 69 (a) et 69 (b) où le taux porosité augmente avec la diminution de la pression sauf pour l'alliage B à haute température. Pour cet alliage riche en Cu, ceci peut être dû au grand nombre des composés Al_2Cu qui se forment à la fin de la solidification et qui limitent la croissance de la porosité gazeuse.

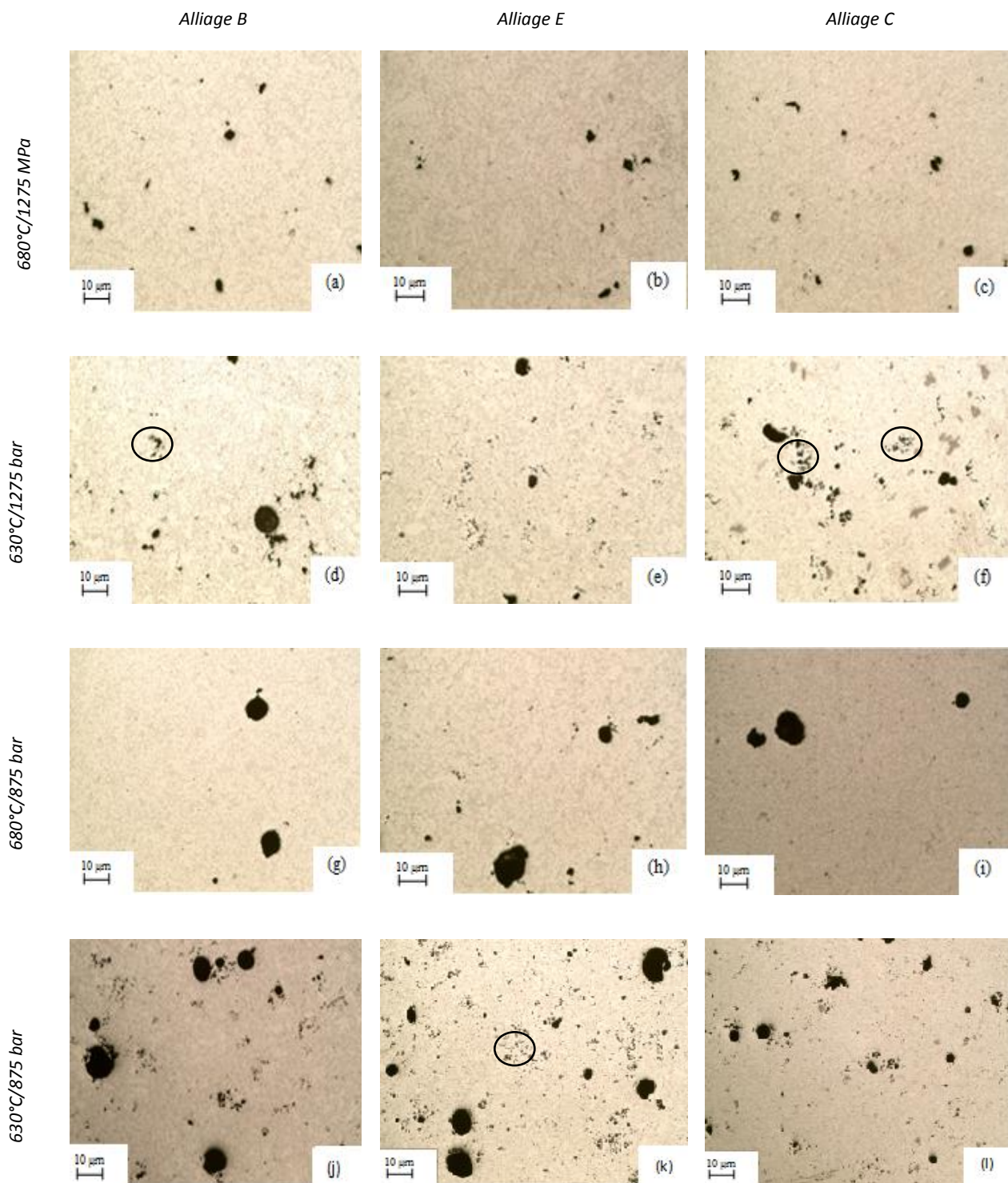


Figure 70 : Images microscopiques des alliages B, E et C avant attaque chimique

3. Caractérisation microstructurale

Les microstructures des trois alliages étudiés pour différentes combinaisons de température de coulée et de pression sur le métal ont été analysées.

Avant d'étudier l'effet de la composition chimique, de la température de coulée et de la pression du métal sur la microstructure, une analyse comparative au microscope optique nous a permis de conclure que les microstructures des zones étudiées (Z1, Z2 et Z4) sont similaires à iso-alliage, iso-température de coulée et iso-pression sur le métal. Ceci nous permet d'examiner la microstructure d'une seule zone pour chacune des conditions de coulée étudiées.

3.1 Phases dendritiques et eutectiques

Les micrographies des trois alliages B, E et C avec différentes combinaisons de pression et de température sont données respectivement sur les figures 71, 72 et 73.

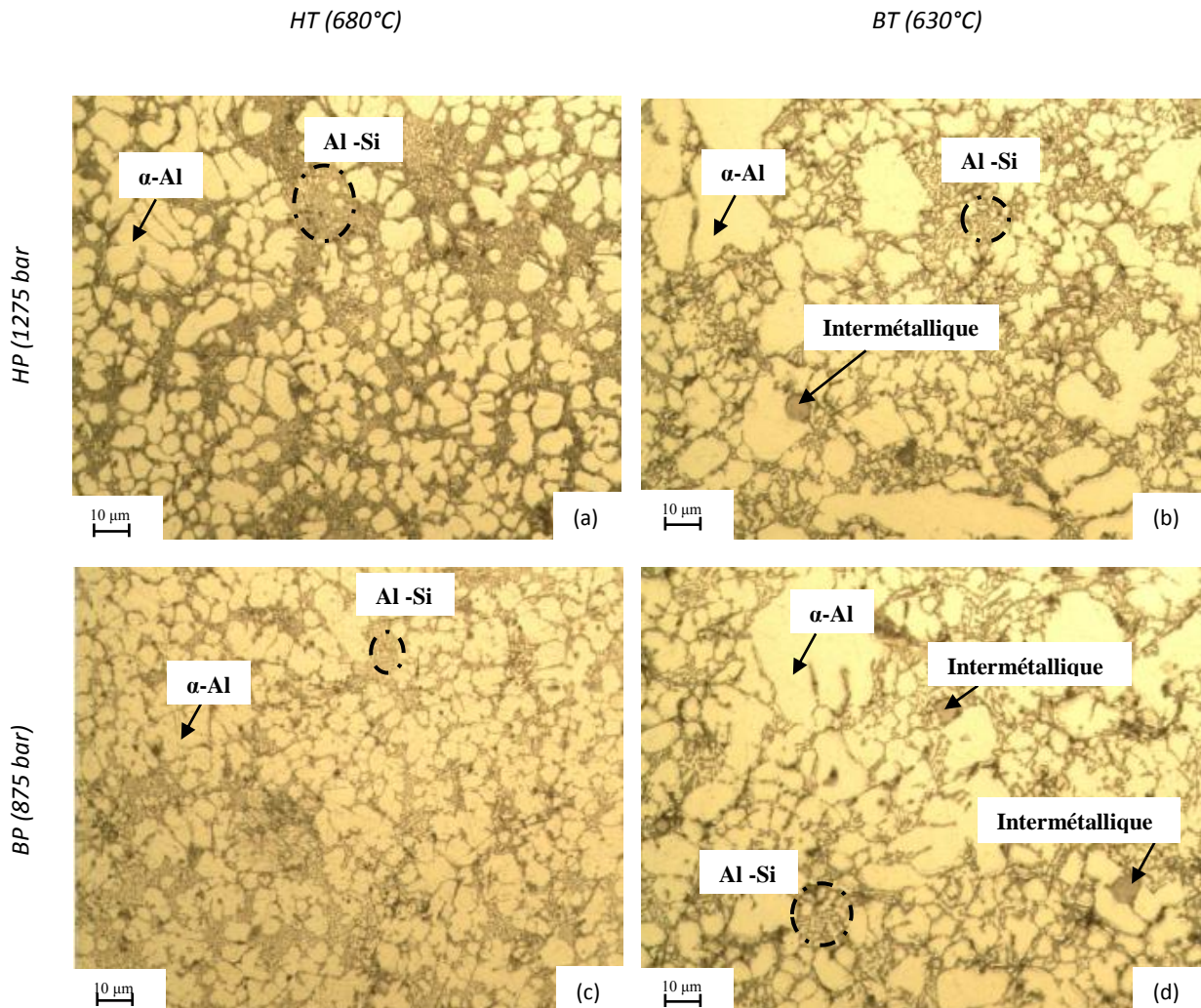


Figure 71 : Micrographies des échantillons de l'alliage B injectés à (a) 680°C/1275 bar ; (b) 630°C/1275 bar ; (c) 680°C/875 bar ; (d) 630°C/875 bar.

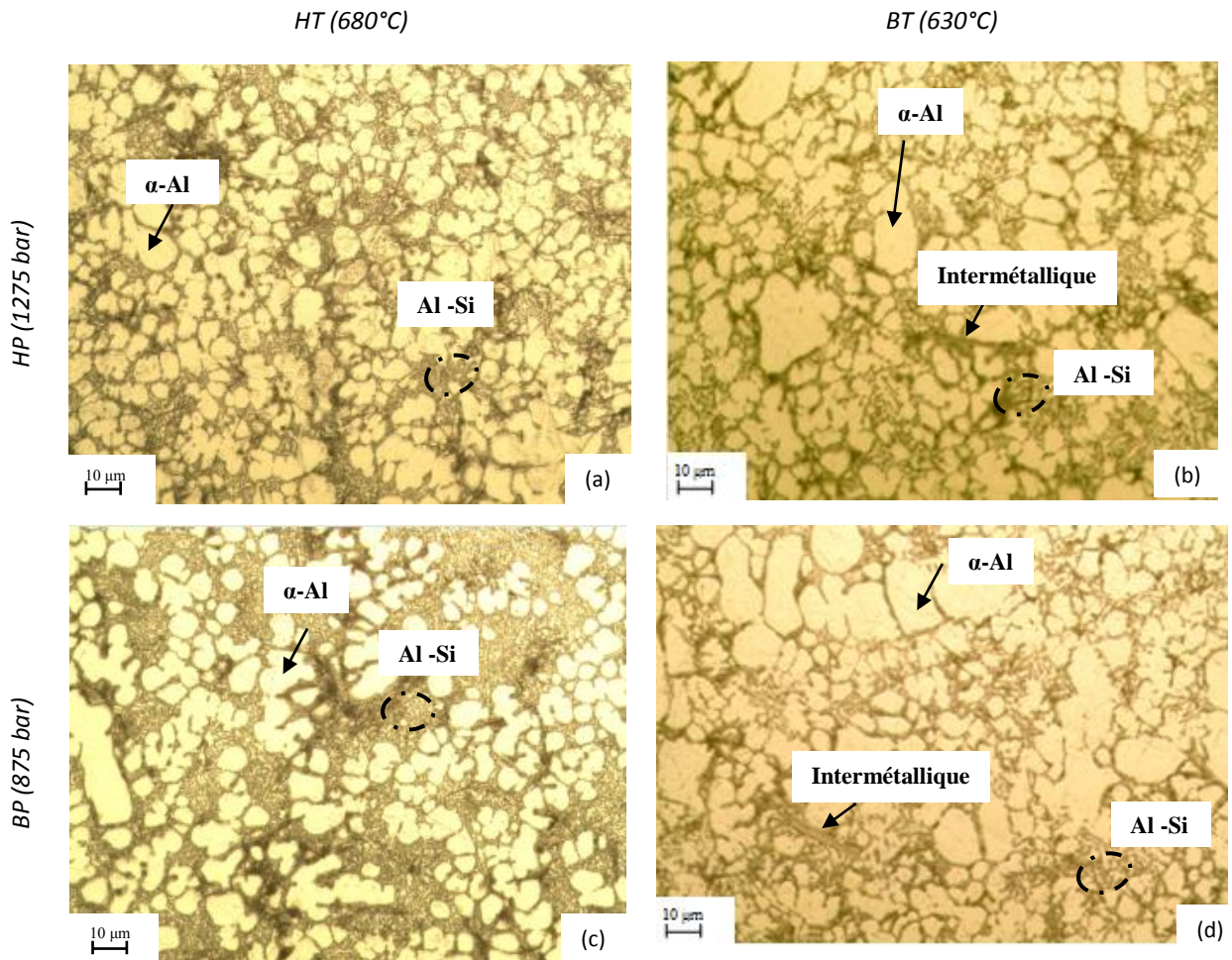


Figure 72 : Micrographies des échantillons de l'alliage E injectés à (a) 680°C/1275 bar ; (b) 630°C/1275 bar ; (c) 680°C/875 bar ; (d) 630°C/875 bar.

On remarque qu'à pression et à température élevées, la forme et la taille de la phase dendritique et de la phase eutectique sont similaires pour les deux alliages hypo-eutectiques B et E (figure 71 (a) et figure 72 (a)) avec une structure fibreuse de l'eutectique et une morphologie des dendrites homogène mais différentes de celles de l'alliage hyper-eutectique C (figure 73 (a)). En effet, ce dernier se caractérise par une structure en plaquettes de la phase eutectique Al-Si avec la phase α -Al de cet alliage mal définie. Ceci est confirmé par les images réalisées à fort grossissement de la figure 74.

Effet de la température de coulée

A haute température, les micrographies des deux alliages hypo-eutectiques B et E montrent qu'à haute pression, la taille de la phase dendritique α -Al (figure 71 (a) et figure 72 (a)) est plus petite et plus homogène que celle obtenue à basse température (figure 71 (b) et figure 72 (b)).

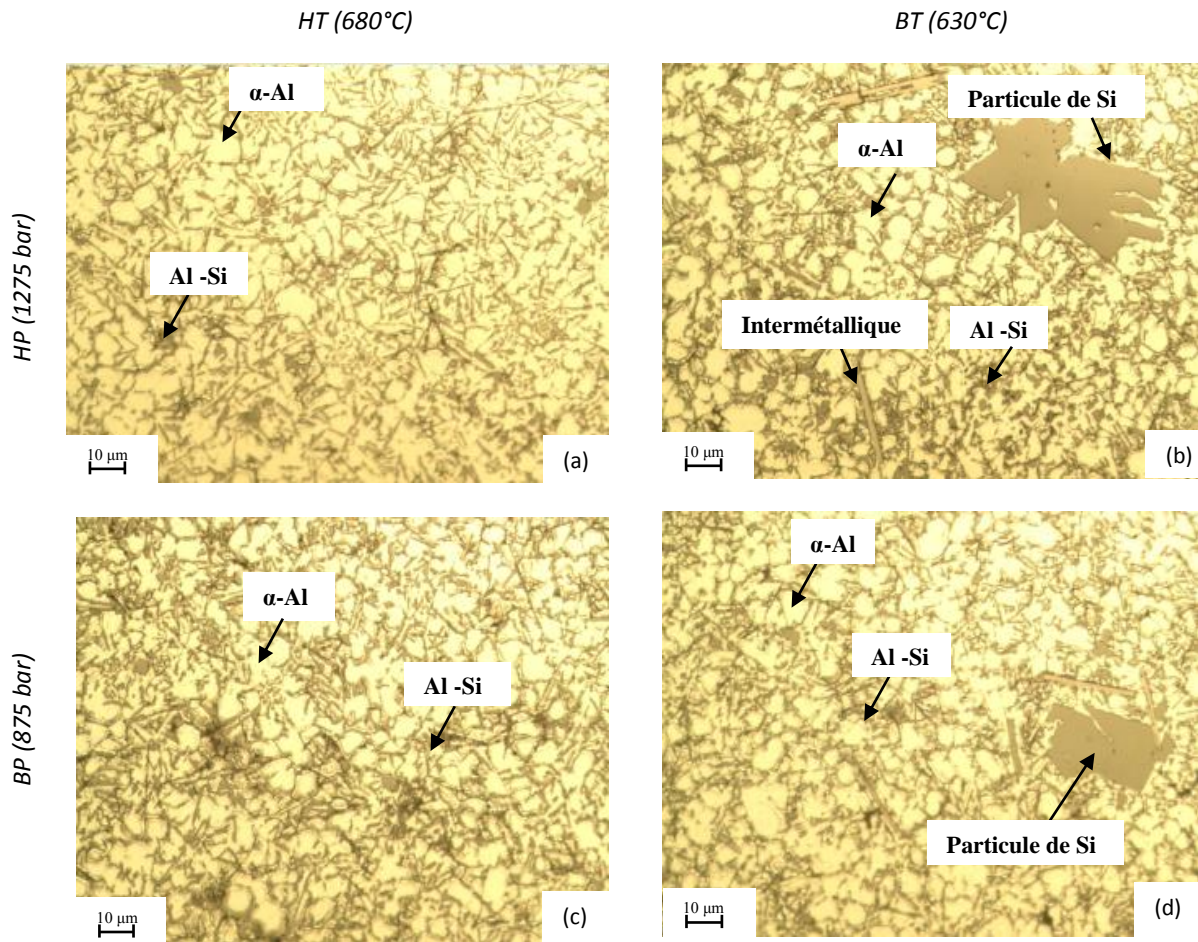


Figure 73 : Micrographies des échantillons de l'alliage C injectés à (a) 680°C/1275 bar ; (b) 630°C/1275 bar ; (c) 680°C/875 bar ; (d) 630°C/875 bar.

Effet de la pression sur le métal

Concernant l'effet de la pression sur le métal, en comparant les micrographies (a) et (c) des figures 71 et 72 obtenues respectivement à 1275 bar et 875 bar et à une température d'injection élevée, on remarque que les dendrites sont plus fragmentées et que la fraction de la phase eutectique Al-Si est supérieure à celle de la phase primaire α -Al à haute pression. Ainsi, une pression 3ème phase élevée semble favoriser l'obtention d'une fine microstructure. En effet, il est connu qu'une pression d'injection élevée augmente les turbulences lors de l'injection du métal, ce qui fragmente les dendrites [47]. Cet effet de la pression à haute température n'est pas similaire à basse température d'injection. A ce titre, on constate que la taille des dendrites n'est pas homogène à basse température (micrographies (b) et (d) des figures 71 et 72).

On conclut de l'étude microstructurale des dendrites et de l'eutectique Al-Si que :

- La diminution de la température de coulée peut provoquer le commencement du processus de solidification pendant le remplissage et avant coulée. Par conséquent, la taille des dendrites est plus homogène à haute température.
- L'application d'une pression d'injection élevée favorise la fragmentation des dendrites à cause des turbulences lors de l'injection du métal. Ce constat est en accord avec les résultats des travaux de Santos [47].
- La combinaison de la haute température et de la haute pression pour les deux alliages hypo-eutectiques (B et E) fournit des dendrites plus petites et plus globulaires entourées par la phase eutectique Al-Si. Par contre, les différentes valeurs des paramètres d'injection n'ont pas d'effet sur la microstructure de l'alliage hyper-eutectique C.

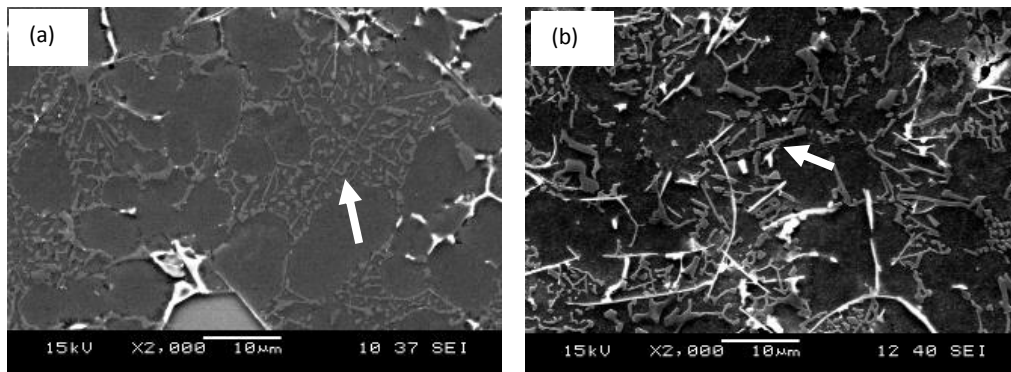


Figure 74 : Micrographies de l'eutectique (a) fibreux, (b) à plaquettes

3.2 Composés intermétalliques

L'observation des 3 alliages au MEB a révélé la présence de différents composés intermétalliques grossiers observés en quantités variables selon les alliages (tableau 21).

Alliages	Forme et couleur	quantité
B (3)	Hexagone, gris	++
	polyèdre, blanc	++
E (2)	Hexagone, gris	+
	Aiguilles, gris foncé	+
	polyèdre, blanc	+
C (6)	Aiguilles, gris foncé	++
	polyèdre, blanc	+

Tableau 21 : Composés intermétalliques observés dans les alliages B, E et C

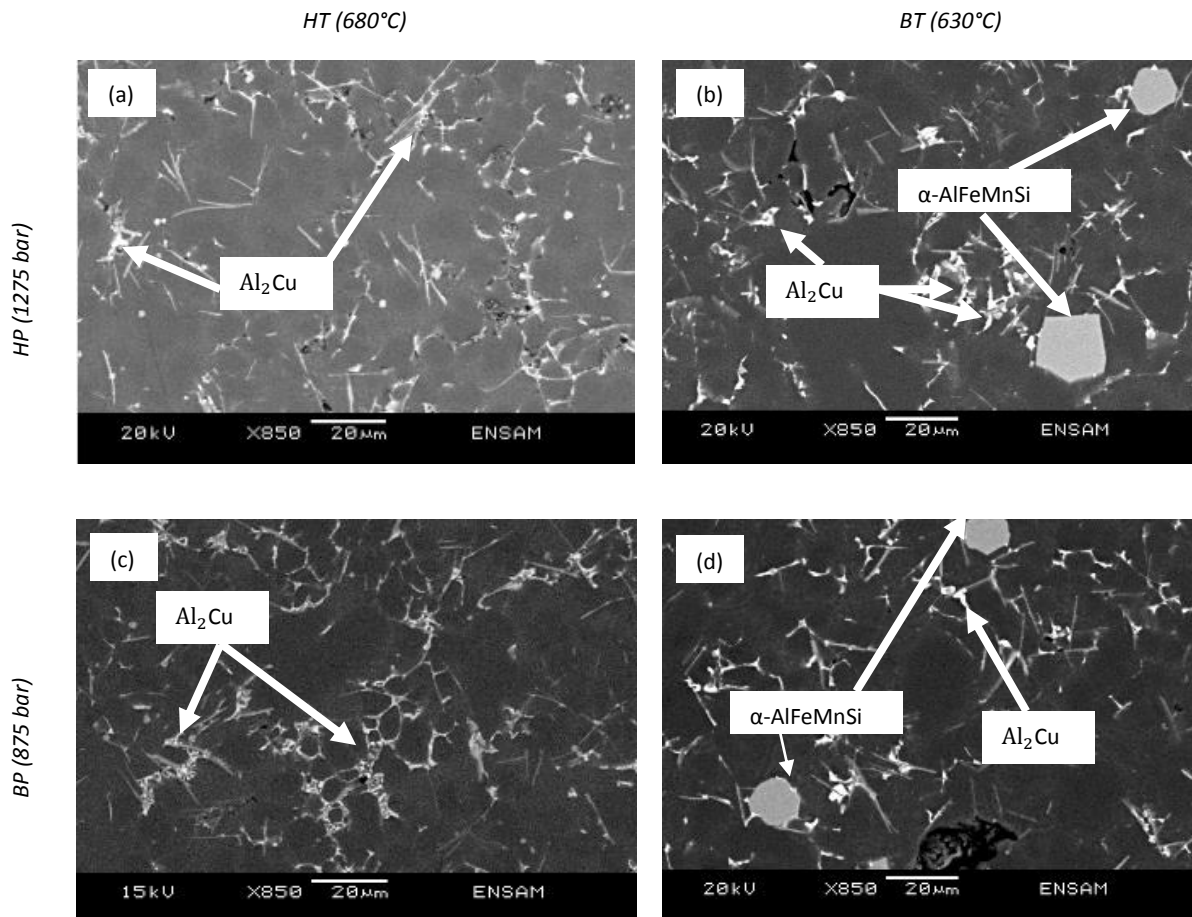


Figure 75 : Composés intermétalliques détectés dans l'alliage B

De part leur taille grossière, ces composés sont réputés se former avant l'apparition des dendrites α -Al [5] et sont dits primaires

Les images MEB (figure 75) de l'alliage B montrent que pour les deux pressions, des composés intermétalliques grossiers avec une morphologie polygonale (figure 75 (b) et (d)) se forment dans l'alliage B à basse température. La figure 76 montre les cartes obtenues par analyse EDS des éléments chimiques Al, Fe, Si et Mn présents dans ces composés. Ceci révèle que ce composé est l'intermétallique primaire riche en fer α -AlFeMnSi. Ces composés AlFeMnSi sont également observés dans l'alliage E (figure 77 (b) et (d)) mais en quantité plus faible. La quantification de la composition chimique de cet intermétallique présentée dans le tableau 22 permet de déterminer sa stœchiométrie. Cette quantification révèle également que les phases α -Al₁₅(Fe, Mn)₃Si₂ contiennent une teneur en Cu égale à celle de l'alliage dans lequel elles sont observées (3,02 pour l'alliage B et 1,04 pour l'alliage E). D'un autre côté, l'augmentation de la teneur en Cu dans l'alliage augmente la quantité de ces phases primaires α -Al₁₅(Fe, Mn)₃Si₂. Le cuivre, étant un métal de transition, il stabilise ces phases et favorise leur formation [10].

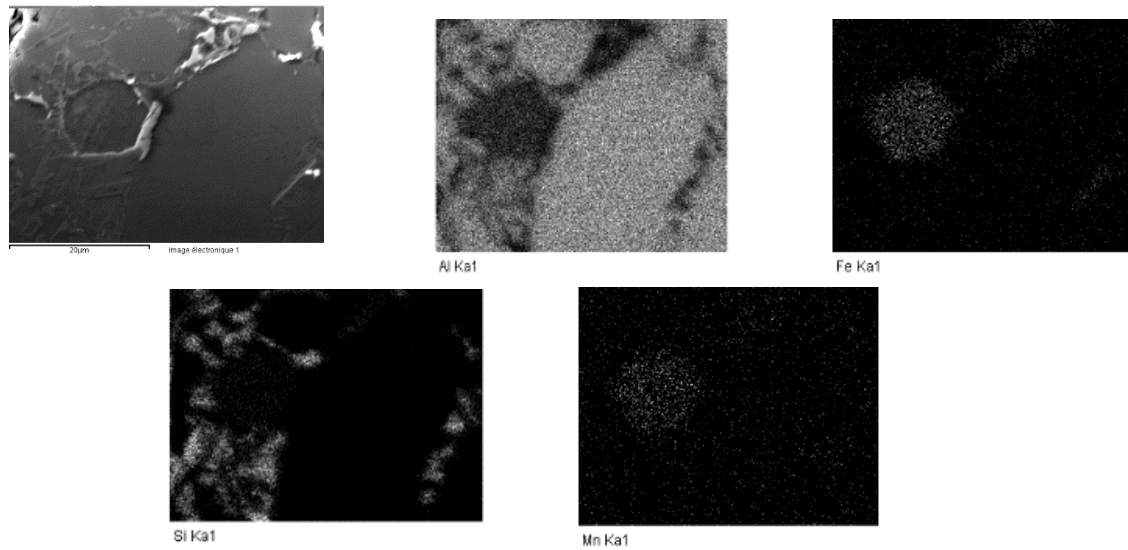


Figure 76 : Cartes EDS des éléments Al, Fe, Si et Mn d'un échantillon de l'alliage B à 630°C/1275 bar

Phase	Alliage	Élément (% at)									Formule du composé
		Al	Si	Fe	Mn	Cu	Cr	Zn	Ni	Mg	
Phase riche en fer α	B	70,2	12,1	10,1	3,8	3,02	0,3	0,2	0,28	0	α - $Al_{15}(Fe, Mn)_3Si_2$
	E	71,03	12,91	10,68	3,75	1,04	0,24	0,2	0,15	0	
Phase riche en Cu	B, E, C	69,06	2,25	0,1	0,01	26,3	0	1,5	0,7	0,08	Al_2Cu
Phase riche en fer β	E	60,7	27,96	9,04	1,15	0,34	0	0,24	0,53	0,04	β - Al_5FeSi
	C	65,2	20,1	11,6	1,39	0,87	0	0,05	0,73	0,04	

Tableau 22 : Composition chimique des phases riche en fer α et β et des composés riches en Cu Al_2Cu

En ce qui concerne l'alliage C, les composés intermétalliques primaires formés sont sous forme d'aiguilles grossières (figure 78). L'analyse EDS de ces composés (figure 79) a montré que ce sont des composés riches en fer de type β -AlFeSi. L'alliage E contient aussi quelques composés β -AlFeSi comme indiqué figures 77 (b) et (d).

Selon Makhlouf [76], les composés riches en fer de forme polyédrique α -AlFeMnSi présentent une dureté (840 ± 60 HV) plus élevée que celle des composés sous forme d'aiguilles β -AlFeSi (650 ± 60 HV). Ceci est en accord avec les valeurs de dureté obtenues pour les alliages B et C. En effet, l'alliage B qui contient les composés riches en fer α -AlFeMnSi présente une dureté meilleure (103 HBw) que l'alliage C où les composés β -AlFeSi sont détectés (99 HBw).

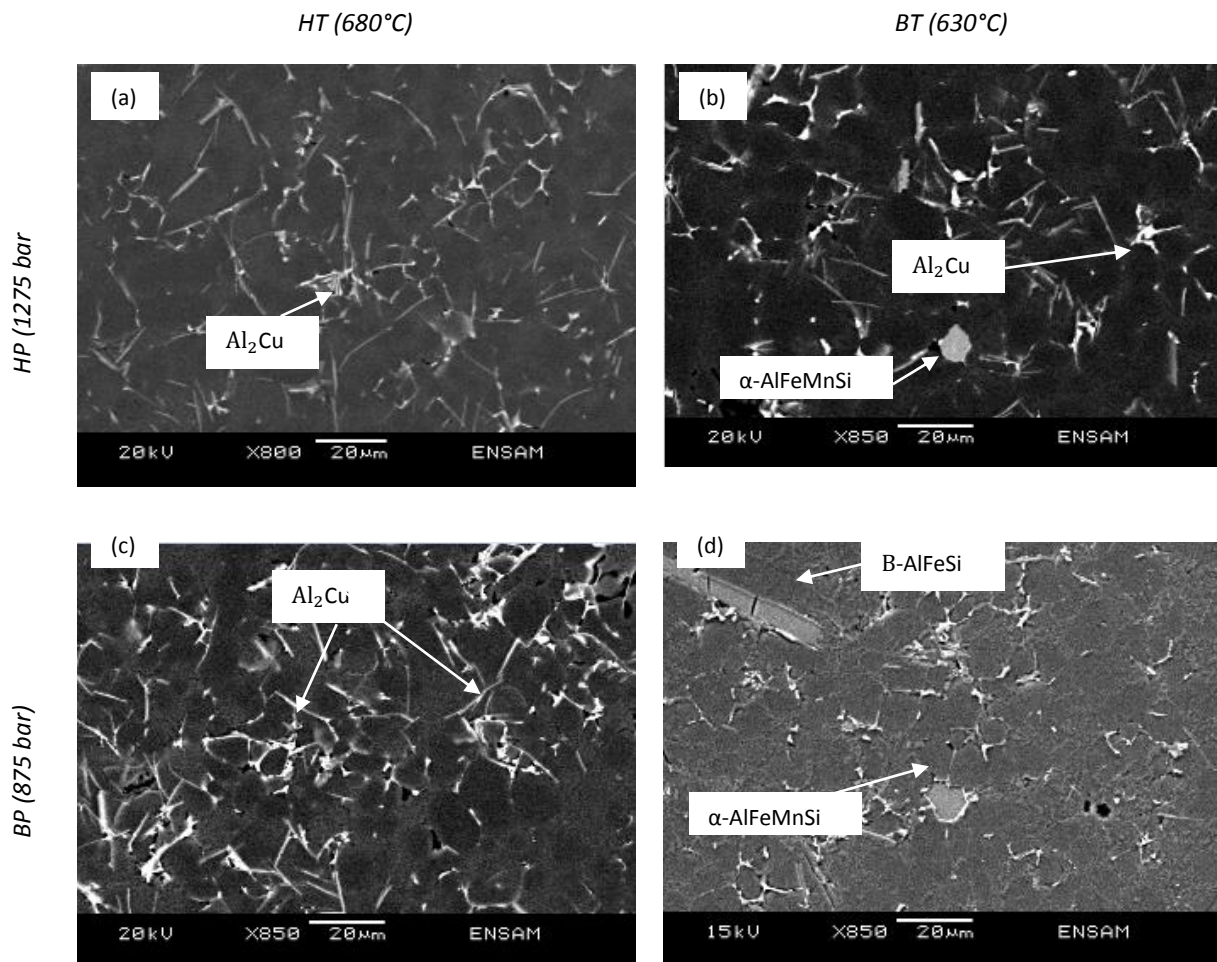


Figure 77 : Composés intermétalliques détectés dans l'alliage E

D'autres composés beaucoup plus petits et inter-dendritiques sont observés dans les trois alliages B, E et C.

- Des composés riches en Cu (figure 80 (a)): l'alliage B riche en Cu contient une plus grande quantité de ces composés Al_2Cu que les deux autres alliages. Ces composés se localisent dans les zones inter dendritiques puisqu'ils se forment à la fin de la solidification. Les composés Al_2Cu riches en Cu augmentent la dureté du matériau. En effet, Makhoulouf [76] a montré que ces composés présentent une dureté (440 ± 50 HV) supérieure à celle de la matrice $\alpha-Al$ (74 ± 5 HV), ce qui explique la grande valeur de la dureté de l'alliage B.
- De petits composés riches en fer $\beta-Fe$ et $\alpha-Fe$ qui se forment après la germination des dendrites (figure 80 (b) et (c)).

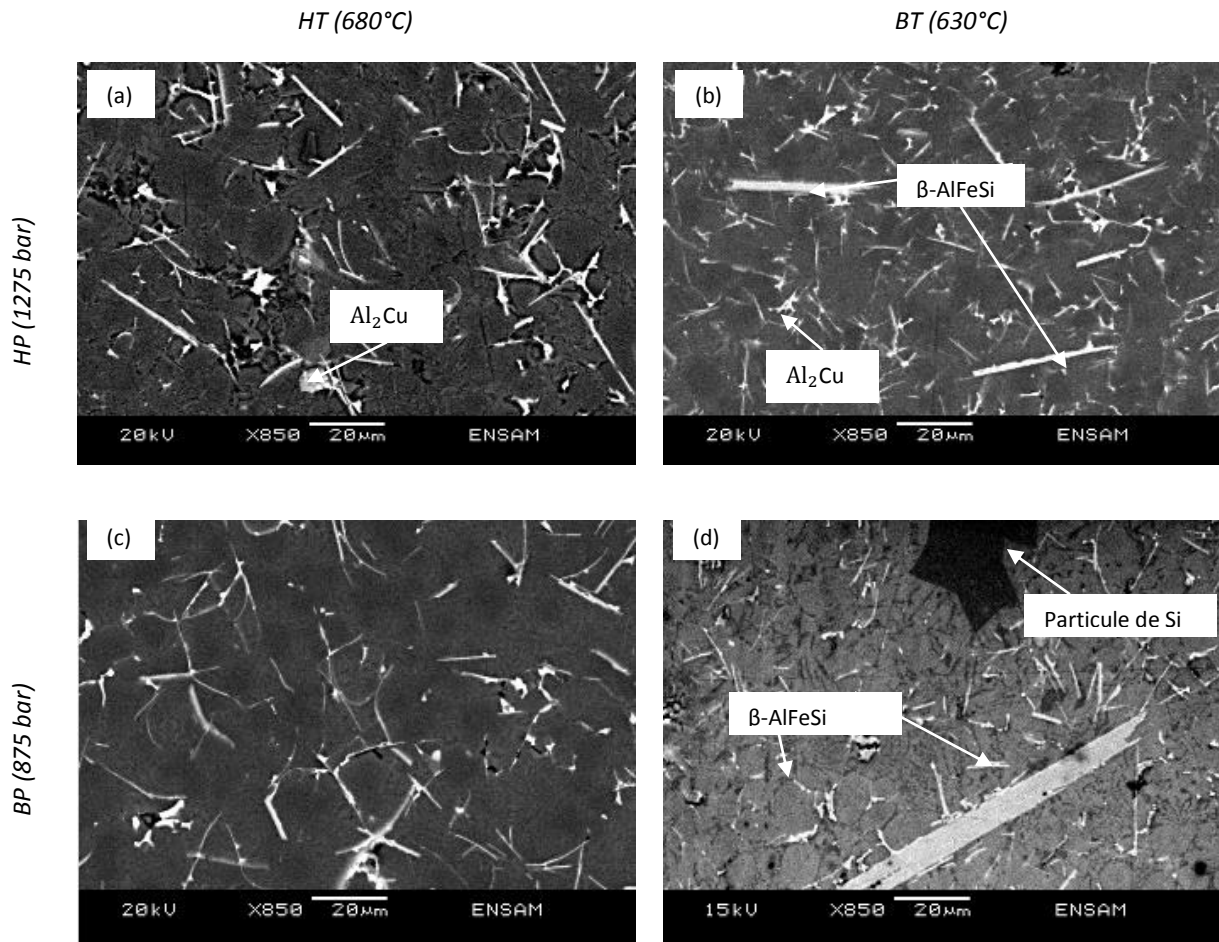


Figure 78 : Composés intermétalliques détectés dans l'alliage C

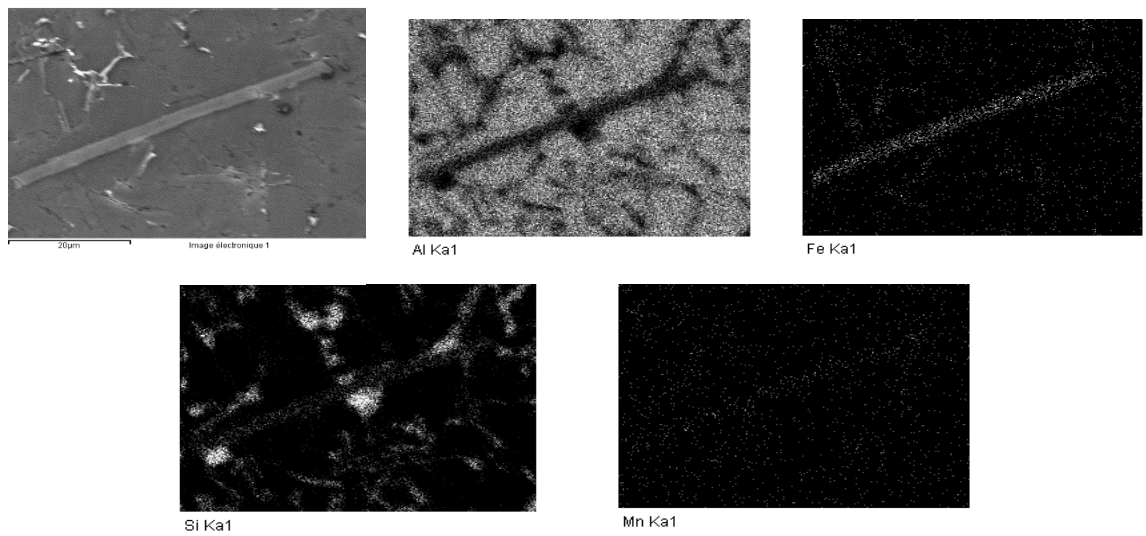


Figure 79 : Cartes EDS des éléments Al, Fe, Si et Mn d'un échantillon de l'alliage C à 630°C/875 bar

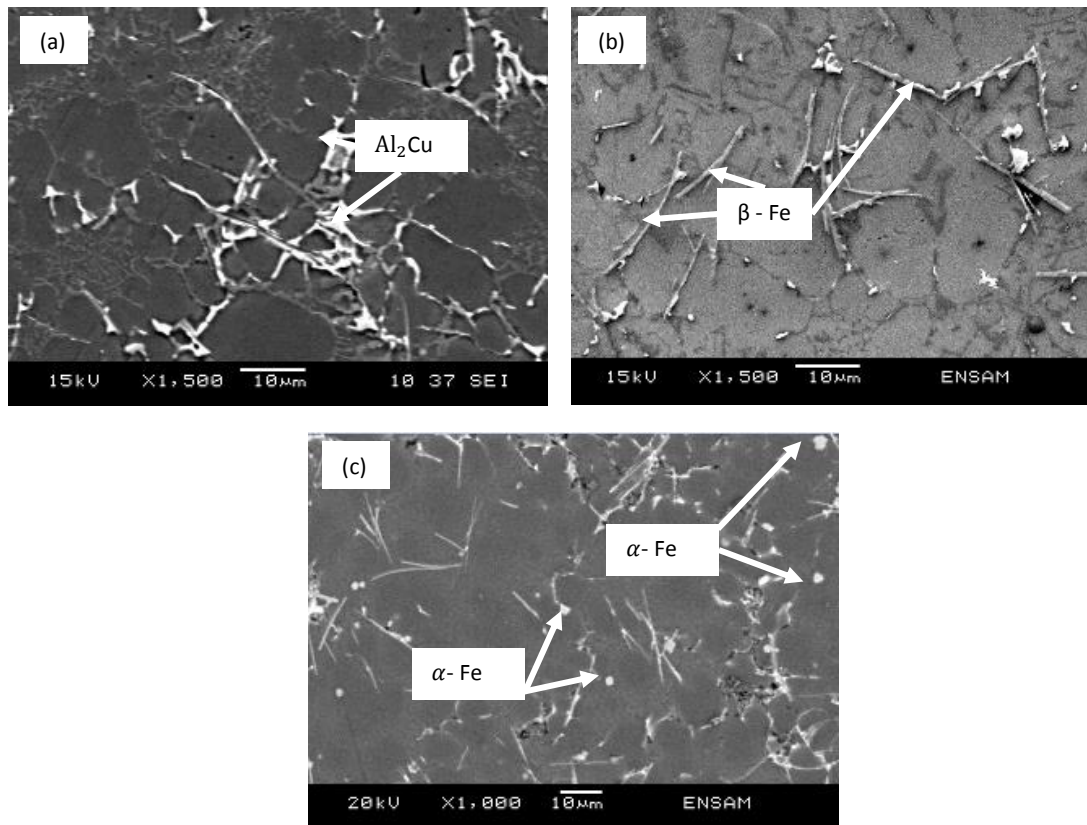


Figure 80 : petits composés riches en Cu et en fer observés dans les alliages B, E et C

Les principaux intermétalliques riches en fer trouvés dans les alliages Al-Si-Fe dans la littérature sont les mêmes que ceux observés dans nos alliages : α -AlFeMnSi (polygones) et β -AlFeSi (aiguilles). Ces phases, en particulier les phases β fragilisent le matériau à cause de leur forme qui génère de fortes concentrations de contraintes. Les phases α polygonales sont ainsi considérées moins nocives en termes de dégradation des caractéristiques mécaniques par rapport aux phases β . De fait, la transformation des phases β en phases α est avantageuse du point de vue des propriétés mécaniques. Selon Shabestari [7], la température de formation de ces composés est fonction de la teneur en fer, selon la formule suivante :

$$T_{\text{Fe-intermétallique}}(^{\circ}\text{C}) = 645.7 + 34.2 (\% \text{Fe})^2 \quad (4.1)$$

Les trois alliages B, E et C contenant 0,82% de fer, selon la formule (4.1), la température de formation de ces composés est de 668°C. Ce qui explique leur présence dans nos alliages coulés à basse température (630°C). En effet, les composés riches en fer ont des points de fusion très élevés. Ainsi, pendant le maintien dans le four du métal liquide à basse température, ils se développent dans le liquide avant coulée. En raison de leur densité élevée, ils tombent dans le fond du bain et s'ils sont

puisés lors de la coulée, ils se retrouvent dans les pièces et agissent comme des points durs qui affectent les propriétés mécaniques.

3.3 Particules de Si

L'alliage C qui présente une teneur en Si hyper-eutectique est le seul alliage dans lequel des particules de Si primaires ont été révélées (figures 73 et 78). Ces particules grossières peuvent avoir une influence sur la résistance à la traction des alliages Al-Si-Cu

III. Analyse statistique des caractéristiques mécaniques

1. Paramètres Matériau/ Procédé/Produit

L'étude de la variabilité des caractéristiques mécaniques en fonction de la variabilité du triptyque Matériau/Procédé/Produit a fait appel aux plans d'expériences. A cet effet, deux plans ont été mis en place : le premier étudie l'influence des paramètres matériau (composition chimique de l'alliage) indépendamment du procédé tandis que le deuxième aborde l'interaction Matériau/Procédé pour trois alliages sélectionnés dans le premier plan. L'analyse de l'effet du troisième composant du triptyque Matériau/Procédé/Produit se réalise par l'étude de différentes zones de prélèvement des échantillons, révélatrices du remplissage et de l'épaisseur de la pièce.

Paramètres Matériau

Les paramètres matériau étudiés dans ce projet sont les trois principaux éléments d'alliage Al-Si-Cu : le pourcentage massique du silicium, le pourcentage massique du cuivre et le pourcentage massique du magnésium. L'analyse des résultats expérimentaux réalisée dans le troisième chapitre a révélé que les trois éléments d'alliage étudiés influencent les caractéristiques mécaniques étudiées avec une forte influence du magnésium. Elle a montré aussi que des interactions entre ces éléments ont une influence non négligeable sur certaines caractéristiques telles que la limite élastique et la résistance à la traction.

Paramètres Procédé

L'étude de l'influence des deux paramètres procédé sur les caractéristiques mécaniques a montré que la température de la coulée et la pression sur le métal jouent un rôle important dans la formation de porosités et qu'ils ont aussi un effet sur la finesse de la microstructure et la formation de composés intermétalliques. Ce qui cause une variabilité des propriétés mécaniques en fonction de la variabilité de ces paramètres.

Paramètres Produit

La géométrie de la pièce influence également les caractéristiques d'une pièce produite en fonderie sous pression. En effet, l'épaisseur de la zone étudiée et le cycle du remplissage de celle-ci interviennent dans la formation de porosités et influencent la vitesse de refroidissement [79]. Ceci induit forcément un effet sur les caractéristiques mécaniques. La comparaison statistique des zones de

prélèvement a confirmé que la zone de prélèvement a une influence significative sur R_m et $A\%$, ceci est dû à deux facteurs principaux : la vitesse de refroidissement et/ou la porosité :

La structure des alliages de fonderie comprend des solutions solides sous forme de dendrites, des eutectiques et des constituants intermétalliques. Dans le système des alliages Al-Si, les cristaux solides d'aluminium se forment sur les parois du moule plus froides que le cœur. Leur teneur en Si est inférieure à celle du liquide qui les entoure car la solubilité de Si dans l'aluminium décroît avec la température. Ainsi, le silicium est rejeté à la surface des cristaux en cours de croissance ce qui abaisse la température de solidification du liquide à cause de l'effet de la 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 silicium et peut se solidifier, ce qui est thermodynamiquement favorable. Ceci explique que les cristaux d'aluminium se développent non sous forme de sphères ou d'aiguilles mais sous formes d'arborescences ou de dendrites, dont les bras secondaires sont espacés de quelques dizaines de micromètres. Cette distance est appelée espacement des bras de dendrite secondaires ou SDAS (Secondary Dendrite Arm Spacing) [80].

Les métallurgistes ont essayé d'estimer les caractéristiques microstructurales comme le SDAS en fonction du taux de refroidissement. Easton et al. [81] et Kurz [82] relient le SDAS, le temps de solidification t_s et un coefficient M dépendant de la composition chimique initiale de l'alliage :

$$\text{SDAS} = 5.5 (M \cdot t_s)^{1/n} \quad (4.2)$$

Des travaux [83, 84] ont montré que pour des alliages à base d'aluminium, la valeur de $1/n$ varie de 0,3 à 0,4. Par exemple, pour des alliages moulés sous pression, la valeur de $1/n$ est de 0,36.

On peut avancer que la vitesse de refroidissement influence le SDAS dans une pièce moulée sous pression. En effet, selon l'équation ci-dessus, le SDAS diminue avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. Ceci est expliqué par le fait qu'une vitesse de refroidissement élevée diminue le temps nécessaire au grossissement des dendrites et conduit à une multiplication des bras de dendrites secondaires [85].

Les échanges thermiques de la surface de la pièce avec le moule pendant la solidification sont plus fluides pour une zone fine, par conséquent une zone fine refroidit plus rapidement qu'une zone épaisse.

Pour déterminer les paramètres responsables de la variation des caractéristiques de traction (R_m et $A\%$) en fonction de la zone prélèvement, nous avons décidé de comparer la vitesse de refroidissement des zones étudiées. Dans un premier temps, nous avons comparé au microscope optique le SDAS dans les 3 zones étudiées pour un alliage et pour une condition de coulée. La figure 81 montre des micrographies de l'alliage 3. On remarque que l'espacement des bras de dendrites des trois zones sont assez similaires ce qui tend à montrer que la vitesse de refroidissement est quasiment identique dans les trois zones.

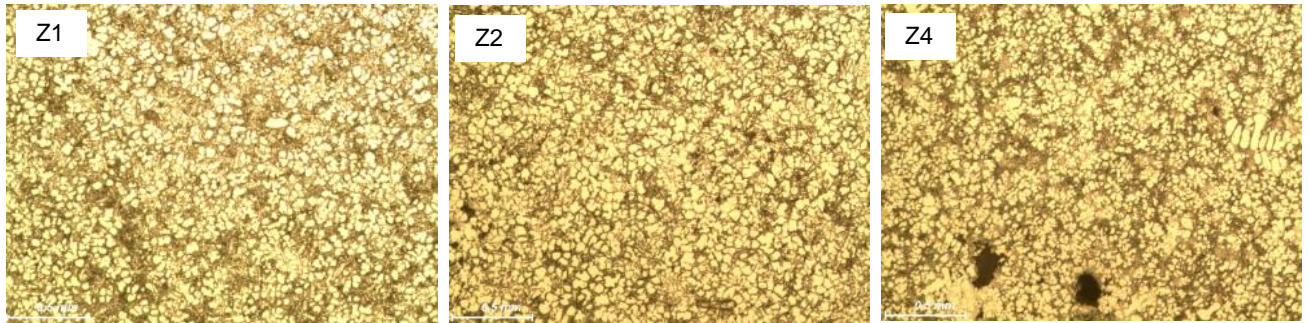


Figure 81 : Micrographies optiques des zones Z1, Z2 et Z4 de l'alliage 3

Pour confirmer que la vitesse de refroidissement des zones étudiées n'intervient pas dans la variation de R_m et $A\%$ en fonction de la zone de prélèvement, nous avons fait appel à la simulation numérique sous ProCAST. En effet, Chvorinov [86, 87] a développé une relation mathématique qui lie le temps de solidification d'une pièce coulée à son volume et sa surface. Cette relation permet d'estimer le temps nécessaire à un métal pour se solidifier et introduit ainsi la notion du module thermique M :

$$M \approx \frac{V}{A} \quad (4.3)$$

L'approximation du module thermique en se basant sur la relation de Chvorinov est donnée par la formule suivante :

$$M \approx \frac{V}{A} = \frac{2}{\pi^{1/2}} \left(\frac{T_{al,sol} - T_{moule,ini}}{\rho_{al,sol} \Delta H_{al}} \right) \times (K_{moule,ini} \times \rho_{moule,ini} \times C_{p,moule,ini})^{1/2} \times (t_{soli})^{1/2} \quad (4.4)$$

Avec :

- V = Volume de la pièce coulée
- A = Surface de la pièce coulée à partir de laquelle la chaleur s'échappe
- M = Module thermique selon Chvorinov
- $T_{al,sol}$ = Température du solidus de l'alliage
- $T_{al,sol}$ = Température initiale du moule
- $\rho_{moule,ini}$ = Densité de l'alliage à la température du solidus
- ΔH_{al} = Variation de l'enthalpie de l'alliage entre la température initiale de l'alliage et la température du solidus.
- $K_{moule,ini}$ = Conductivité thermique du moule à sa température initiale

- $\rho_{moule,ini}$ = Densité du moule à sa température initiale
- $C_{p,moule,ini}$ = Chaleur spécifique du moule à sa température initiale
- t_{soli} = Temps de solidification

L'approximation du module thermique V/A est utilisée par le logiciel de fonderie ProCAST pour le calcul du module thermique dans toute la pièce avec : V, le volume total de la pièce coulée et A la surface de la zone étudiée. Le résultat de cette approximation est présenté à la figure 82 :

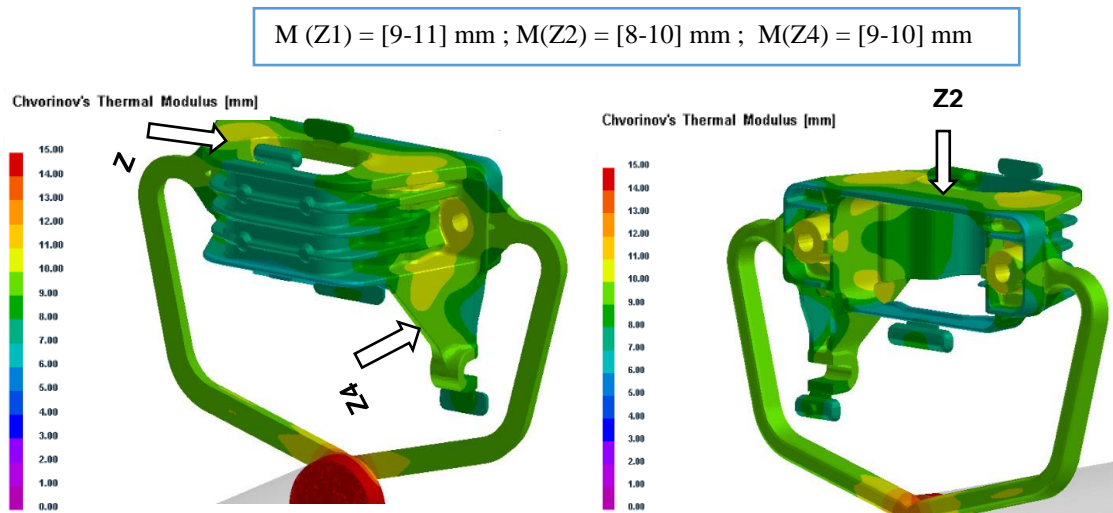


Figure 82 : Approximation du module thermique sous ProCast

La figure 82 montre que les modules thermiques des trois zones Z1, Z2 et Z4 sont assez comparables, ce qui confirme que la vitesse de refroidissement est quasi-identique dans ces zones étudiées.

L'étude de l'effet de la porosité réalisée dans le précédent chapitre a montré que l'augmentation de la porosité diminue la résistance à la traction et l'allongement à la rupture. Sachant que la vitesse de refroidissement est quasi-identique dans les trois zones étudiées, nous concluons que la porosité est un facteur responsable de la variation des caractéristiques de traction R_m et $A\%$ en fonction de la zone de prélèvement. Ainsi, l'étude de la variance des deux caractéristiques de traction R_m et $A\%$ doit inclure le facteur porosité parmi les facteurs influents.

2. Analyse de la variance

L'étude statistique de la variance (ANOVA) des caractéristiques mécaniques est réalisée en considérant les paramètres d'entrée %Si (pourcentage massique du Si), %Cu (pourcentage massique du Cu), %Mg (pourcentage massique du Mg), T (température de coulée), P (pression sur le métal) et %p (classe ASTM de la porosité) comme présenté dans le tableau 23 suivant :

Propriétés mécaniques	%Si	%Cu	%Mg	T	P	%p
Module d'Young						
Dureté BRINELL	X	X	X	X	X	
Rp0,2	X	X	X	X	X	
Rm	X	X	X	X	X	X
A%	X	X	X	X	X	X

Tableau 23 : Facteurs influents les propriétés mécaniques

L'application de L'ANOVA suppose la vérification de deux critères :

- Les sous populations sont normalement distribuées
- Les variances dans les sous-groupes sont identiques

Après vérification de ces deux critères, l'analyse de la variance a été effectuée sur les résultats de la dureté, de la limite élastique et de la résistance à la traction, contrairement aux résultats du module d'Young, qui ne vérifient pas les deux critères de l'ANOVA.

2.1 Module d'Young

Les résultats expérimentaux du module d'Young ont montré peu de variation (<6%) de cette caractéristique en fonction de la composition chimique de l'alliage testée.

Etant donné que la vérification des critères de l'application de l'ANOVA pour les résultats du module d'Young n'est pas possible à cause d'insuffisance de données pour la vérification de la normalité des populations (nombre d'échantillons testés <5), nous n'avons pas pu quantifier l'influence de la composition chimique sur cette caractéristique. Néanmoins, le test de Kruskal-Wallis a été utilisé pour vérifier statistiquement que la composition chimique a une influence négligeable sur le module d'Young, le tableau suivant donne les résultats de ce test :

K (valeur observée)	K (valeur critique)	p-value	Niveau de signification
17,9	18	0,065	0,05

Tableau 24 : Test de comparaison des populations des 11 alliages sur le module d'Young

Le tableau 24 montre que les 11 alliages proviennent de la même population, ce qui confirme que la composition chimique a une influence négligeable sur le module d'Young dans le domaine étudié.

2.2 Dureté BRINELL

L'analyse de la variance de la dureté a permis d'identifier les facteurs influents par la technique de screening, et de calculer les contributions des facteurs jugés influents dans la variation de cette caractéristique.

2.2.1. Technique de screening

Le tableau 25 présente les résultats du criblage des facteurs simples : Si, Cu, Mg, P, T, des facteurs quadratiques : Si², Cu², Mg², P², T² et des interactions : Si×Cu, Si×Mg, Si×P, Si×T, Cu×Mg, Cu×P, Cu×T, Mg×P, Mg×T, P×T selon la première itération de l'ANOVA.

Source	DL	SC	MC	F	p-value
Si	1	47,090	47,090	30,465	0,012
Cu	1	263,830	263,830	170,684	0,001
Mg	1	92,640	92,640	59,933	0,004
P	1	83,601	83,601	54,085	0,005
T	1	3,414	3,414	2,209	0,234
Si ²	1	29,967	29,967	19,387	0,022
Cu ²	1	39,738	39,738	25,708	0,015
Mg ²	1	39,800	39,800	25,749	0,015
P ²	1	0,000			
T ²	1	0,000			
Si×Cu	1	13,508	13,508	8,739	0,06
Si×Mg	1	0,242	0,242	0,156	0,719
Si×P	1	0,281	0,281	0,182	0,699
Si×T	1	0,070	0,070	0,046	0,845
Cu×Mg	1	0,467	0,467	0,302	0,621
Cu×P	1	0,589	0,589	0,381	0,581
Cu×T	1	1,626	1,626	1,052	0,381
Mg×P	1	0,000			
Mg×T	1	0,000			
P×T	1	0,077	0,077	0,050	0,837

DL: degré de liberté, SC : somme des carrés, MC : moyenne des carrés, F : coefficient de Fisher

Tableau 25 : Analyse de la variance (1^{ère} itération) de la dureté (R²=0,99 et Q²=0,98)

Sur la base des valeurs de la p-value, les variables suivantes : P², T², Si×Cu, Si×Mg, Si×P, Si×T, Cu×Mg, Cu×P, Mg×P, Mg×T, P×T n'apportent pas d'information significative pour expliquer la variabilité de la variable dépendante dureté. On supprime donc ces variables et on relance l'ANOVA en ne gardant comme variables que les variables quadratiques et les interactions dont p-value est inférieure à α et les variables simples (quelle que soit la valeur de p-value), jusqu'à ce que la p-value associée à la statistique F calculée dans le tableau d'analyse de la variance soit inférieure au niveau de signification choisi de 5% pour chacune des variables (tableau 26).

Source	DDL	SC	MC	F	p-value
Cu	1	92,640	92,640	127,082	< 0,0001
Mg	1	263,830	263,830	361,919	< 0,0001
P	1	83,601	83,601	114,683	< 0,0001
Si²	1	33,098	33,098	45,403	< 0,0001
Cu²	1	39,971	39,971	54,832	< 0,0001
Mg²	1	39,844	39,844	54,658	< 0,0001

DL: degré de liberté, SC : somme des carrés, MC : moyenne des carrés, F : coefficient de Fisher

Tableau 26 : Analyse de la variance (dernière itération) de la dureté

La dernière itération de l'ANOVA montre que les paramètres influents sur la dureté sont : Cu, Mg, P, Si², Cu² et Mg²

2.2.2. Méthode des surfaces de réponses

Le pourcentage de contribution des facteurs influents est donné figure 83. On remarque que le magnésium est le facteur le plus influent dans la variation de la dureté ($PC(Mg) + PC(Mg^2) = 36\%$) si on considère les deux effets (simple et quadratique) de cet élément d'alliage.

Le magnésium augmente la dureté avec une contribution de 21%. L'excès du Mg (Mg²) augmente aussi la dureté mais avec un pourcentage de contribution moins important (15%). Ceci est en accord avec les conclusions de l'analyse des résultats expérimentaux qui montrent que la dureté augmente avec l'ajout du Mg et atteint sa valeur maximale à 0,2% de Mg.

On note aussi qu'un pourcentage élevé en Si augmente la dureté. Remarquons que la contribution de cet élément dans la variabilité de la dureté est de 31%.

Quant au cuivre, le troisième élément d'alliage étudié, il contribue aussi dans la variation de la dureté mais avec une contribution moins significative que les deux autres éléments d'alliage (7%). On remarque que l'augmentation de cet élément augmente la dureté. Néanmoins, une teneur très élevée en Cu (>2,4%) peut diminuer la dureté de l'alliage.

La pression sur le métal a aussi une influence non négligeable ($PC \approx 17\%$). En effet, l'augmentation de la pression sur le métal augmente la dureté.

Pourcentages de contribution (%) des variables explicatives

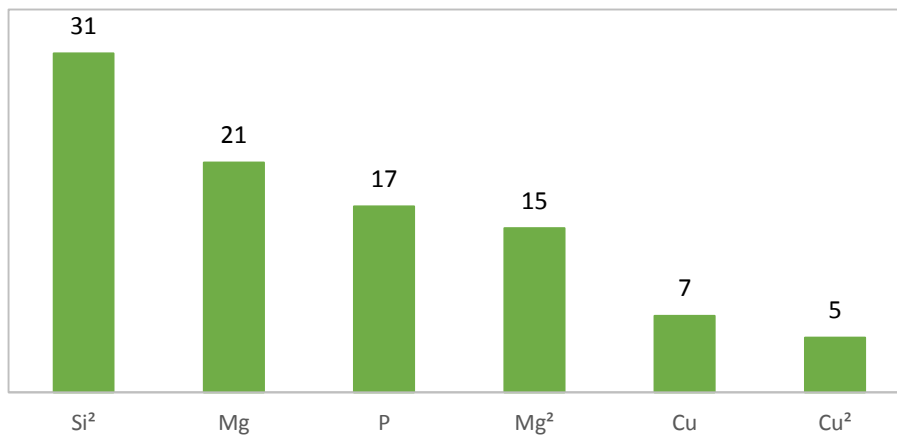


Figure 83 : Pourcentage de contribution des facteurs influents dans la variation de la dureté

L'analyse de la variance des résultats de dureté nous a permis de construire un modèle polynomial quadratique avec interactions qui lie la dureté aux paramètres jugés influents statistiquement. Ce modèle donne une estimation de la variabilité de la dureté avec un intervalle de confiance de 95% en fonction de la variabilité de la composition chimique du matériau, de la température de coulée, de la pression sur le métal et des éventuelles interactions entre ces paramètres. La robustesse et la capacité de prédiction du modèle sont indiquées par les coefficients R^2 et Q^2 .

Le modèle polynomial représentant la variabilité de la dureté en fonction de la variabilité des éléments influents est donné par l'équation suivante, rappelons que les éléments d'alliage sont en pourcentage massique (%), la pression sur le métal est en bar et l'unité de la température de la coulée est le Celsius.

Pour des raisons de confidentialité, les coefficients du modèle ont été anonymisés et remplacés par les coefficients a_i (avec $0 \leq i \leq 6$).

$$HB_w = a_0 + a_1 \times Cu + a_2 \times Mg + a_3 \times P + a_4 \times Si^2 + a_5 \times Cu^2 + a_6 \times Mg^2 \quad (4.5)$$

Avec :

- $R^2 = 0,96$ et $Q^2 = 0,90$
- Domaine de validité du modèle :
 - Si entre 9,55 et 12,85%
 - Cu entre 1,4 et 3,4 %
 - Mg entre 0 et 0,42%
 - P entre 800 et 1350 bar

2.2.3. Incertitude sur modèle

L'analyse de la variance nous a permis de quantifier la variabilité des réponses en fonction de la variabilité des paramètres d'entrée. Nous allons maintenant nous intéresser à la valeur de la variable réponse en calculant l'incertitude sur le modèle par rapport à chaque facteur d'entrée.

L'incertitude sur modèle se calcule par analyse de sensibilité locale, cette dernière étudie comment de petites perturbations autour d'une valeur x_0 des entrées se répercutent sur la valeur de la sortie.

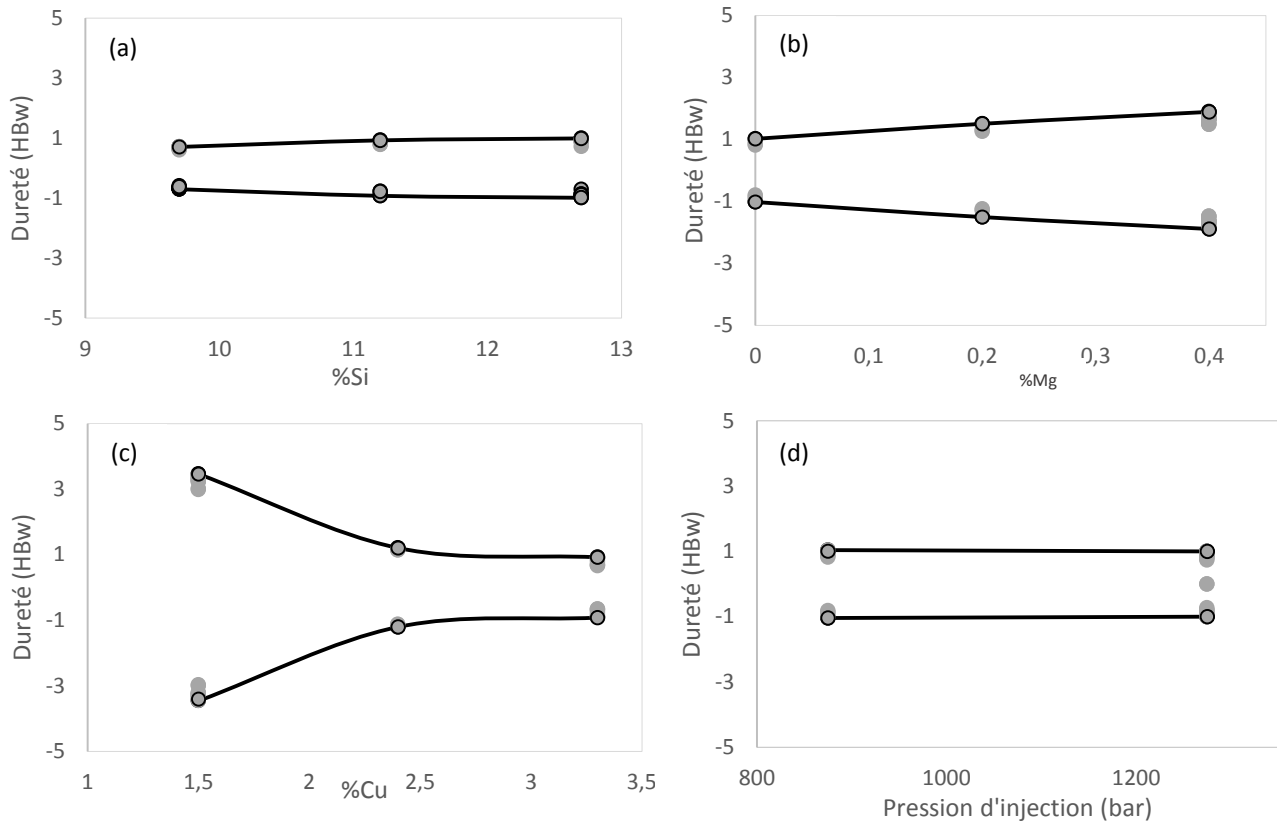


Figure 84 : Incertitude sur modèle de dureté par rapport aux facteurs influents : (a) Si, (b) Mg, (c) Cu, (d) P

Les niveaux et les intervalles de variation des facteurs influents sur la dureté sont : silicium ($9,7 \pm 0,15\%$, $11,2 \pm 0,15\%$, $12,7 \pm 0,15\%$), cuivre ($1,5 \pm 0,1\%$, $2,4 \pm 0,1\%$, $3,3 \pm 0,1\%$), magnésium ($0 \pm 0,02\%$, $0,2 \pm 0,02\%$, $0,4 \pm 0,02\%$) et pression sur le métal (875 ± 75 , 1275 ± 75). En considérant les intervalles de tolérances de chacun des facteurs influents (Si, Cu, Mg et P), la figure 84 donne les intervalles de variation des valeurs de dureté calculées par le modèle de régression de cette caractéristique associés à chaque facteur. La sensibilité totale du modèle aux intervalles de tolérances de l'ensemble des facteurs peut être calculée par la sommation des incertitudes liées à chacun des facteurs entrants en jeu dans le modèle.

Remarquons d'après la figure 84 que les petites variations du silicium, du magnésium, du cuivre et de la pression n'ont quasiment pas d'influence sur la valeur de dureté.

2.3 Caractéristiques de traction

De la même manière, l'analyse de la variance est réalisée sur les résultats des essais de traction.

Pour éviter l'effet de la forme de l'éprouvette, nous avons décidé de n'utiliser que les résultats des éprouvettes plates dans l'analyse statique par analyse de la variance de $R_{p0,2}$, R_m et $A\%$.

2.3.1 Technique de screening

Les résultats du criblage des facteurs d'entrée en considérant comme réponse les caractéristiques de traction sont présentées dans ce paragraphe :

a) La limite élastique

En se basant sur p-value, la première itération de l'ANOVA (tableau 27) montre que plusieurs paramètres n'ont pas d'influence sur $R_{p0,2}$, en particulier P^2 , T^2 , P , Mg^2 , $Si \times P$, $Mg \times P$, $Mg \times T$, $P \times T$ qui présentent une p-value très proche de 1. Nous réalisons ensuite plusieurs itérations en éliminant à chaque fois les paramètres dont p-value est supérieure à α et très proche de 1.

Source	DL	SC	MC	F	p-value
Si	1	9,884	9,884	0,717	0,45
Cu	1	262,378	262,378	19,020	0,02
Mg	1	364,068	364,068	26,391	0,01
P	1	2,097	2,097	0,152	0,72
T	1	111,940	111,940	8,114	0,05
Si ²	1	10,100	10,100	0,732	0,45
Cu ²	1	109,154	109,154	7,913	0,05
Mg ²	1	2,877	2,877	0,209	0,67
P ²	1	0,000			
T ²	1	0,000			
Si×Cu	1	133,104	133,104	9,649	0,05
Si×Mg	1	265,327	265,327	19,233	0,02
Si×P	1	0,846	0,846	0,061	0,82
Si×T	1	70,101	70,101	5,082	0,11
Cu×Mg	1	182,535	182,535	13,232	0,03
Cu×P	1	10,574	10,574	0,766	0,44
Cu×T	1	74,528	74,528	5,403	0,10
Mg×P	1	0,000			
Mg×T	1	0,000			
P×T	1	1,410	1,410	0,102	0,77

DL: degré de liberté, SC : somme des carrés, MC : moyenne des carrés, F : coefficient de Fisher

Tableau 27 : Analyse de la variance (1^{ère} itération du screening) de $R_{p0,2}$ ($R^2=0,97$ et $Q^2=0,81$)

L'ANOVA en éliminant les éléments non influents selon l'itération n-1 tout en vérifiant à chaque fois le R^2 et le Q^2 donne le tableau 28. Ce tableau présente les facteurs influents, avec leur pourcentage de contribution dans la variabilité de la limite élastique, qui permettent d'avoir un modèle avec à la fois le meilleur R^2 (proche de 1) et le meilleur Q^2 (proche de 1) possibles.

Source	DL	SC	MC	F	p-value
Si	1	104,571	104,571	6,682	0,029
Cu	1	285,539	285,539	18,245	0,002
Mg	1	445,712	445,712	28,479	0,000
T	1	109,945	109,945	7,025	0,026
Cu ²	1	175,801	175,801	11,233	0,009
Si×Cu	1	151,918	151,918	9,707	0,012
Si×Mg	1	355,035	355,035	22,685	0,001
Si×T	1	69,064	69,064	4,413	0,055
Cu×Mg	1	168,016	168,016	10,735	0,010
Cu×T	1	94,952	94,952	6,067	0,036

DL: degré de liberté, SC : somme des carrés, MC : moyenne des carrés, F : coefficient de Fischer

Tableau 28 : Analyse de la variance (dernière itération) de Rp0,2

b) Résistance à la traction

L'étude statistique des caractéristiques de traction réalisée dans le troisième chapitre a montré que Rm et A% dépendent d'un 6ième facteur qui est le pourcentage de porosités existantes dans les pièces coulées. Comme RENAULT contrôle la porosité dans les pièces produites en fonderie sous pression par radiographie, nous avons choisi d'utiliser les résultats du contrôle radiographique qui donne le pourcentage de porosité (%p) en classes ASTM pour la construction des modèles de Rm et de A%.

Le tableau 29 présente les résultats de la première itération de l'ANOVA. En se basant sur cette première itération, nous éliminons les facteurs P, T², Mg² et les interactions Mg×P, Mg×T, Si×Mg.

Source	DL	SC	MC	F	p-value
Si	1	214,799	214,799	4,093	0,053
Cu	1	43,389	43,389	0,827	0,371
Mg	1	564,594	564,594	10,758	0,003
P	1	0,000	0,000	0,000	0,998
T	1	72,881	72,881	1,389	0,249
%p	1	206,423	206,423	3,933	0,058
Si ²	1	344,770	344,770	6,569	0,016
Cu ²	1	457,542	457,542	8,718	0,006
Mg ²	1	16,604	16,604	0,316	0,578
P ²	1	38,766	38,766	0,739	0,398
T ²	1	0,764	0,764	0,015	0,905
%p ²	1	759,073	759,073	14,464	0,001
Si×Cu	1	34,631	34,631	0,660	0,424
Si×Mg	1	17,805	17,805	0,339	0,565
Si×P	1	39,099	39,099	0,745	0,396
Si×T	1	1,029	1,029	0,020	0,890
Si×%p	1	0,757	0,757	0,014	0,905
Cu×Mg	1	27,193	27,193	0,518	0,478
Cu×P	1	0,194	0,194	0,004	0,952

Cu×T	1	236,107	236,107	4,499	0,043
Cu×%p	1	1,063	1,063	0,020	0,888
Mg×P	1	0,000			
Mg×T	1	0,000			
Mg×%p	1	8,470	8,470	0,161	0,691
P×T	1	579,151	579,151	11,036	0,003
P×%p	1	214,799	214,799	4,093	0,053
T×%p	1	43,389	43,389	0,827	0,371

DL: degré de liberté, SC : somme des carrés, MC : moyenne des carrés, F : coefficient de Fisher

Tableau 29: Analyse de la variance (1^{ère} itération) de Rm ($R^2=0,96$ et $Q^2=0,83$)

La dernière itération de la technique de screening nous a permis d'identifier les paramètres influents sur Rm. Ces paramètres sont: Si, Mg, T, %p, Si², Cu², Si×Mg, Cu×T et T×%p comme indiqué dans le tableau 30 :

Source	DL	SC	MC	F
Si	1	626,857	626,857	11,635
Mg	1	1069,498	1069,498	19,852
T	1	877,605	877,605	16,290
%p	1	1215,605	1215,605	22,564
Si²	1	542,649	542,649	10,072
Cu²	1	554,429	554,429	10,291
Si×Mg	1	1349,468	1349,468	25,048
Cu×T	1	727,959	727,959	13,512
T×%P	1	1642,634	1642,634	30,490

DL: degré de liberté, SC : somme des carrés, MC : moyenne des carrés, F : coefficient de Fisher

Tableau 30 : Analyse de la variance (dernière itération) de Rm

c) Allongement à la rupture

Les petites valeurs de l'allongement à la rupture et la grande dispersion autour des moyennes remarquées au précédent chapitre dans chaque condition étudiée ne nous laissent pas la possibilité de bien analyser l'effet des éléments d'alliages et des paramètres procédé sur la variabilité d'A%. De ce fait, l'analyse de la variance constitue le moyen le plus adapté pour l'analyse des résultats de cette caractéristique.

Le tableau 31 présente les résultats de la première itération de l'ANOVA. Les variables supprimées à partir de cette itération sont : %p², P², T², Si×T, Mg×P, Mg×T, P×T, P×%p, T×%p.

Source	DL	SC	MC	F	p-value
Si	1	0,076	0,076	7,273	0,012
Cu	1	0,138	0,138	13,259	0,001
Mg	1	0,605	0,605	58,293	<0,0001
P	1	0,017	0,017	1,654	0,209
T	1	0,013	0,013	1,259	0,272

%p	1	0,997	0,997	95,956	<0,0001
Si ²	1	0,182	0,182	17,564	0,0002
Cu ²	1	0,023	0,023	2,232	0,147
Mg ²	1	0,011	0,011	1,039	0,317
P ²	1	0,000			
T ²	1	0,000			
%p ²	1	0,001	0,001	0,054	0,818
Si×Cu	1	0,021	0,021	1,995	0,169
Si×Mg	1	0,093	0,093	8,939	0,006
Si×P	1	0,007	0,007	0,659	0,424
Si×T	1	0,000	0,000	0,022	0,884
Si×%p	1	0,030	0,030	2,906	0,1
Cu×Mg	1	0,192	0,192	18,483	0,0002
Cu×P	1	0,006	0,006	0,535	0,471
Cu×T	1	0,041	0,041	3,963	0,057
Cu×%p	1	0,009	0,009	0,878	0,357
Mg×P	1	0,000			
Mg×T	1	0,000			
Mg×%p	1	0,033	0,033	3,153	0,087
P×T	1	0,002	0,002	0,175	0,679
P×%p	1	0,000	0,000	0,001	0,978
T×%p	1	0,001	0,001	0,072	0,79

DL: degré de liberté, SC : somme des carrés, MC : moyenne des carrés, F : coefficient de Fisher

Tableau 31 : Analyse de la variance (1^{ère} itération du Screening) de A% ($R^2=0,9$ et $Q^2=0,57$)

On relance l'ANOVA n fois en éliminant à chaque fois les variables dont p-value est supérieure à 0,05 jusqu'à ce que toutes les variables présentent un p-value inférieur à 0,05. Le tableau 32 donne les variables explicatives de la variabilité d'A%:

Source	DL	SC	MC	F	p-value
Si	1	0,203	0,203	17,131	0,000
Cu	1	0,218	0,218	18,374	0,000
Mg	1	0,313	0,313	26,398	< 0,0001
%p	1	0,953	0,953	80,337	< 0,0001
Si ²	1	0,169	0,169	14,257	0,000
Si×Mg	1	0,188	0,188	15,817	0,000
Cu×Mg	1	0,154	0,154	13,004	0,001

DL: degré de liberté, SC : somme des carrés, MC : moyenne des carrés, F : coefficient de Fisher

Tableau 32 : Analyse de la variance (dernière itération) d'A%

2.3.2 Méthode des surfaces de réponses

En considérant les résultats de la technique de screening, nous calculons le pourcentage de contribution de des facteurs jugés influents dans la variation des caractéristiques de traction

a) *Limite élastique*

La figure 85 présente les pourcentages de contribution des facteurs influents dans la variation de $R_{p0,2}$:

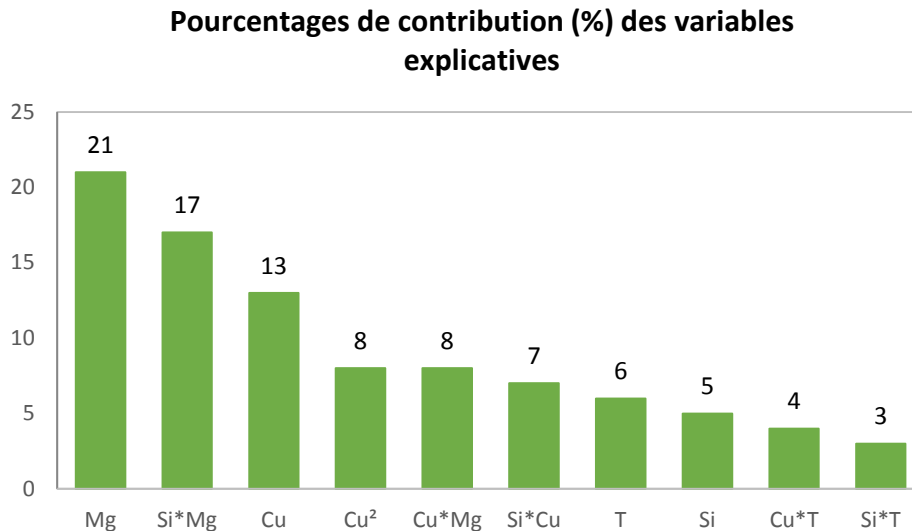


Figure 85 : Pourcentage de contribution des facteurs influents dans la variation de $R_{p0,2}$

Cette figure montre que :

- Le magnésium est le facteur le plus influent dans la variation de $R_{p0,2}$ avec un pourcentage de contribution de 20%. Par ailleurs, son facteur quadratique n'a pas d'influence sur $R_{p0,2}$.
- L'augmentation de la teneur en Mg augmente $R_{p0,2}$. Toutefois, l'association d'un haut niveau en Mg et d'un niveau bas en Si diminue considérablement cette caractéristique. On note une contribution de 17% de l'interaction (Si×Mg) dans la variabilité de $R_{p0,2}$. Ceci explique nos observations lors de l'étude des résultats expérimentaux de R_m réalisées dans le chapitre précédent concernant l'effet des deux éléments Mg et Si. En effet, On a remarqué que l'influence du magnésium sur la limite élastique n'est pas la même à 9,7% de Si et à 12,7% de Si. En passant de 0% de Mg à 0,4% de Mg à 9,7% de Si, la limite élastique augmente de 27%, par contre, en passant de 0 à 0,4% de Mg à 12,7% de Si, la limite élastique n'augmente que de 13%.
- Comme pour la dureté, le cuivre augmente $R_{p0,2}$ avec une contribution de 13%. Par ailleurs, cet élément a un effet quadratique sur $R_{p0,2}$ qui diminue $R_{p0,2}$.
- Les interactions Cu×Mg et Si×Cu ont une contribution non négligeable dans la variabilité de $R_{p0,2}$
- La température a une légère contribution dans la variabilité de la limite élastique (6%).
- Le silicium affecte peu $R_{p0,2}$ (5%).
- Enfin, les interactions Cu×T et Si×T influencent peu $R_{p0,2}$. Leur contribution est non significative statistiquement (<5%).

Cette analyse de la variance nous a permis de construire un modèle quadratique avec interactions qui lie $R_{p0,2}$ aux facteurs influents. Ce modèle est donné par l'équation suivante.

Pour des raisons de confidentialité, les coefficients du modèle de $R_{p0,2}$ ont été anonymisés et remplacés par les coefficients b_i (avec $0 \leq i \leq 10$).

$$R_{p0,2} = b_0 + b_1 \times Si + b_2 \times Cu + b_3 \times Mg + b_4 \times T + b_5 \times Cu^2 + b_6 \times Si \times Cu + b_7 \times Si \times Mg + b_8 \times Si \times T + b_9 \times Cu \times Mg + b_{10} \times Cu \times T \quad (4.6)$$

Avec :

- $R^2 = 0,92$ et $Q^2 = 0,95$
- Domaine de validité du modèle :
 - Si entre 9,55 et 12,85%
 - Cu entre 1,4 et 3,4 %
 - Mg entre 0 et 0,42%
 - T entre 610 et 700°C.

b) *Résistance à la traction*

Le pourcentage de contribution de chacun des paramètres et chacune des interactions est donné par la figure 86.

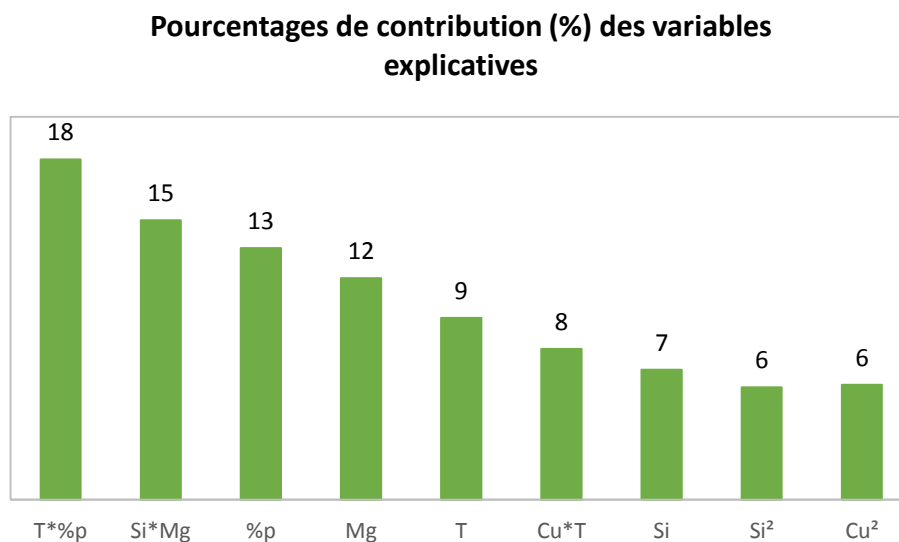


Figure 86 : Pourcentage de contribution des facteurs influents dans la variation de R_m

On remarque que :

- L'interaction de la température de coulée et du pourcentage de porosité est le paramètre le plus influent. En effet, la diminution de la température de coulée et l'augmentation de la porosité réduit la résistance à la traction.
- L'interaction $Si \times Mg$ contribue de 15% dans la variabilité de R_m

- Le magnésium augmente Rm comme pour la dureté et Rp0,2. Sa contribution sur Rm est de l'ordre de 12%.
- La porosité contribue à la hauteur de 13% dans la variabilité de Rm. Ceci rejoint les conclusions de l'analyse de Rm en fonction de la porosité effectuée dans le paragraphe II.2.3 du chapitre précédent.

Le modèle polynomial suivant donne la variabilité de Rm en fonction des variables explicatives.

Pour des raisons de confidentialité, les coefficients du modèle de Rm ont été anonymisés et remplacés par les coefficients c_i (avec $0 \leq i \leq 9$).

$$Rm = c_0 + c_1 \times Si + c_2 \times Mg + c_3 \times T + c_4 \times \%p + c_5 \times Si^2 + c_6 \times Cu^2 + c_7 \times Si \times Mg + c_8 \times Cu \times T + c_9 \times T \times \%p \quad (4.7)$$

- $R^2 = 0,93$ et $Q^2 = 0,89$
- Domaine de validité du modèle :
 - Si entre 9,55 et 12,85%
 - Cu entre 1,4 et 3,4 %
 - Mg entre 0 et 0,42%
 - T entre 610 et 700°C
 - Classe de porosité entre 1 et 3

c) *Allongement à la rupture*

A partir de cette dernière itération de l'ANOVA, nous obtenons les contributions de chacune des variables explicatives dans la variabilité de l'allongement à la rupture. La figure 87 présente ces contributions classées par ordre décroissant :

Pourcentages de contribution (%) des variables explicatives

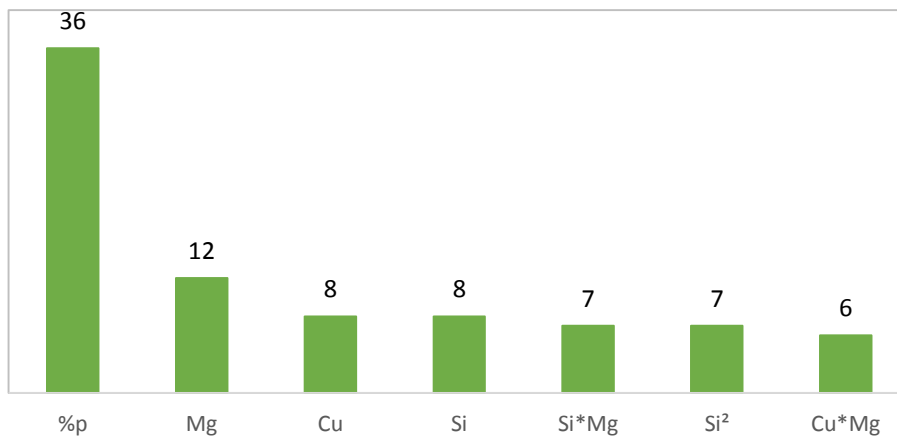


Figure 87 : Pourcentage de contribution des facteurs influents dans la variation d'A%

On constate que :

- La porosité a une contribution considérable dans la variation de l'allongement à la rupture. En effet, l'augmentation du taux de porosité diminue l'allongement à la rupture (avec une contribution de 36%).
- Le magnésium diminue aussi A%, son pourcentage de contribution est de 12%
- Le cuivre et silicium ont le même effet que le magnésium sur A%, mais leur contribution est moins significative (8%).
- Les interactions (Si×Mg) et (Cu×Mg) augmentent A% avec une même contribution de 7%
- Enfin, l'excès de pourcentage massique en Si augmente légèrement A% (8% de contribution)

Le modèle empirique donné par l'équation suivante présente la variabilité d'A% en fonction des variables jugées influentes sur cette caractéristique.

Pour des raisons de confidentialité, les coefficients du modèle de A% ont été anonymisés et remplacés par les coefficients d_i (avec $0 \leq i \leq 7$).

$$A\% = d_0 + d_1 \times Si + d_2 \times Cu + d_3 \times Mg + d_4 \times \%p + d_5 \times Si^2 + d_6 \times Si \times Mg + d_7 \times Cu \times Mg \quad (4.8)$$

Avec :

- $R^2 = 0,82$, $Q^2 = 0,68$
- Domaine de validité du modèle :
 - Si entre 9,55 et 12,85%
 - Cu entre 1,4 et 3,4 %
 - Mg entre 0 et 0,42%

- Classe de porosité entre 1 et 3

2.3.3 Incertitude sur modèle

Comme pour la dureté, l'incertitude sur modèle des propriétés de traction par rapport aux facteurs influents a été calculée. Les niveaux et les intervalles de variation de ces facteurs sur la dureté sont : silicium ($9,7^{\pm 0,15}\%$, $11,2^{\pm 0,15}\%$, $12,7^{\pm 0,15}\%$), cuivre ($1,5^{\pm 0,1}\%$, $2,4^{\pm 0,1}\%$, $3,3^{\pm 0,1}\%$), magnésium ($0^{+0,02}\%$, $0,2^{\pm 0,02}\%$, $0,4^{\pm 0,02}\%$) et température de la coulée ($630^{\pm 20}$, $680^{\pm 20}$).

a) Limite élastique

La figure 88 présente les incertitudes sur le modèle de $R_{p0,2}$ pour chacun des facteurs influents (Si, Cu, Mg et T). On remarque que les intervalles de variation du silicium et du magnésium font peu varier les valeurs de $R_{p0,2}$ (± 5 MPa), contrairement au cuivre à bas niveau et à la température de la coulée qui induisent une variation de ± 12 MPa et de ± 9 MPa respectivement.

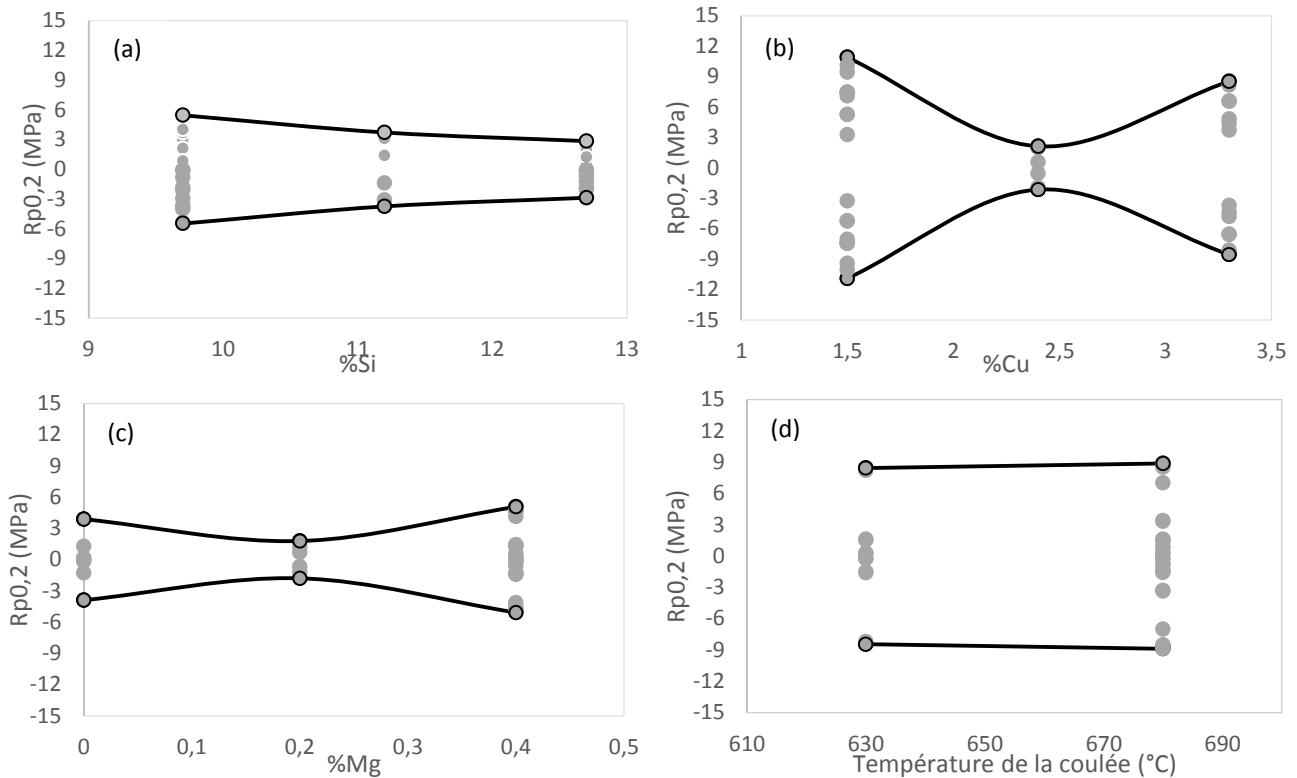


Figure 88 : Incertitude sur modèle de $R_{p0,2}$ par rapport aux facteurs influents : (a) Si, (b) Cu, (c) Mg, (d) T

b) Résistance à la traction

Comme pour $R_{p0,2}$, la figure 89 présente les incertitudes sur modèle de R_m par rapport à chacun des facteurs influents (Si, Cu, Mg et T), on remarque que :

- L'intervalle de tolérance du magnésium varie peu les valeurs de R_m (± 5 MPa) ; contrairement à celui du cuivre qui a un effet non négligeable sur les valeurs de R_m , en particulier à bas niveau (1,5%) ;
- Les petites variations de la teneur en silicium influencent aussi les valeurs de R_m (± 13 MPa à $9,7 \pm 0,15\%$)

- quelle que soit la valeur de la température de la coulée (dans le domaine étudié), son intervalle de variation a un effet considérable sur les valeurs de R_m (± 30 MPa).

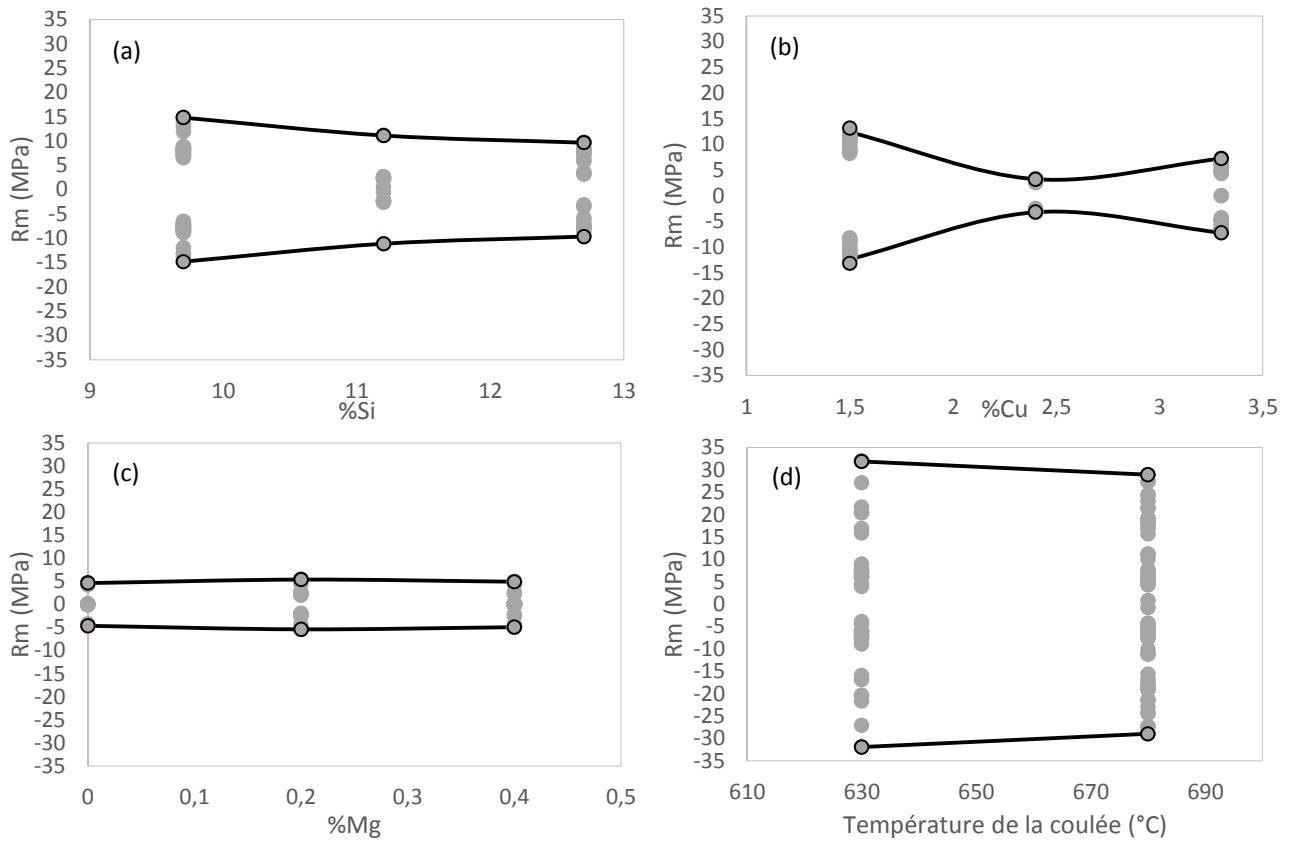


Figure 89 : Incertitude sur modèle de R_m par rapport aux facteurs influents : (a) Si, (b) Cu, (c) Mg, (d) T

c) Allongement à la rupture

Concernant l'allongement à la rupture, les petites variations du silicium, du cuivre et du magnésium varient peu les valeurs de cette caractéristique ($\leq 0,2\%$).

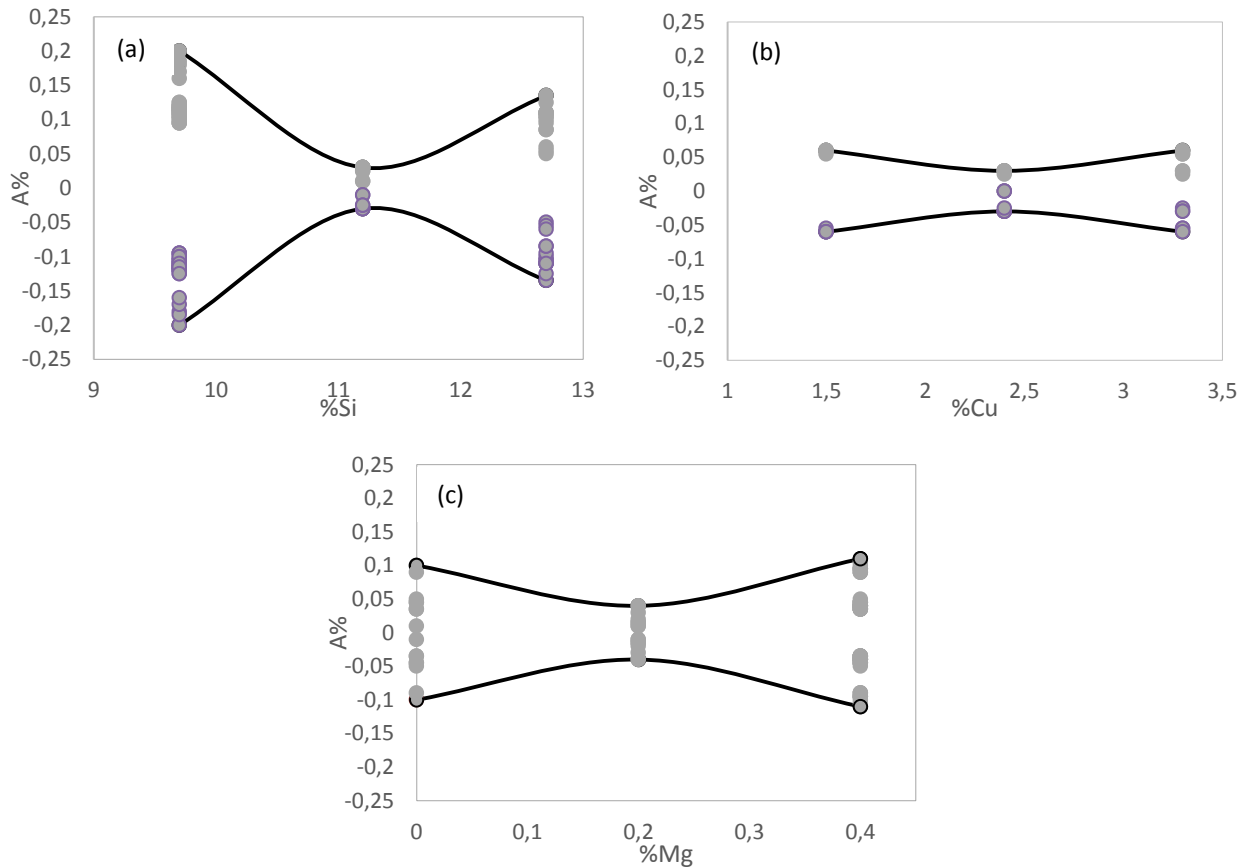


Figure 90 : Incertitude sur modèle de A% par rapport aux facteurs influents : (a) Si, (b) Cu, (c) Mg

3. Bilan

L'analyse statistique établie dans ce chapitre nous permet de quantifier statistiquement l'effet des variables considérées comme facteurs d'entrée sur les propriétés mécaniques étudiées (module d'Young, dureté, limite élastique, résistance à la traction et allongement à la rupture), voir tableau 33. Ainsi, nous avons aussi pu calculer le pourcentage de contribution de chaque variable influente dans la variabilité de la caractéristique de sortie et construire des modèles polynomiaux liant chacune des caractéristiques étudiées aux facteurs influents.

Propriétés mécaniques	Pourcentages de contribution (Pc)														
	Si	Cu	Mg	T	P	Si ²	Cu ²	Mg ²	%p	SixMg	CuxMg	SixCu	CuxT	SixT	Tx%p
Module d'Young	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dureté BRINELL		7	21	-	17	31	5	15	-	-	-	-	-	-	-
Rp0,2	5	13	21	6	-	-	8	-	-	17	8	7	4	3	-
Rm	7	-	12	9	-	6	6	-	13	15	-	-	8	-	18
A%	8	8	12	-	-	7	-	-	36	7	6	-	-	-	-

Tableau 33 : Synthèse des contributions des paramètres influents dans la variation des réponses

Les principales conclusions concernant l'influence des éléments d'alliage, de la température de coulée, de la pression sur le métal et de la porosité sont les suivantes :

Effet des éléments d'alliage

- Les éléments d'alliage n'ont pas d'influence significative statistiquement sur la variabilité du module d'Young dans le domaine de variation étudié de ces éléments.
- Le magnésium augmente la dureté (Pc=21%), la limite élastique (Pc=21%), et la résistance à la traction (Pc=12%) et diminue l'allongement à la rupture (Pc=12%). Ceci peut être dû à l'effet du magnésium sur la morphologie des phases Al-Si constaté précédemment. En effet, les alliages sans magnésium présentent une structure en plaquettes de la phase eutectique Al-Si, contrairement aux alliages avec une teneur en Mg de 0,4 qui présentent une structure globulaire et plus homogène de ces phases (chapitre III). Remarquons aussi que le terme quadratique de cet élément contribue dans la variabilité de la dureté mais avec un pourcentage de contribution (Pc=15%) inférieur à celui du terme simple. En effet, l'excès du pourcentage massique en Mg diminue la dureté. Ceci est dû à la formation de petites particules grises AlCuMgSi qui se forment à la fin de la réaction eutectique ternaire Al-Al₂Cu [77] et qui se développent à proximité des phases Al₂Cu comme constaté par l'analyse de nos alliages à 0,4% de Mg (voir troisième chapitre, paragraphe IV.3). En effet, une teneur élevée en Mg (0,4% dans le cas de notre étude) diminue la quantité de Cu disponible dans l'alliage pour la formation des composés Al₂Cu et diminue par conséquent la dureté. Ceci est en accord avec les résultats des travaux de Yang et al. [15].
- Comme indiqué précédemment, le cuivre favorise la formation d'intermétalliques Al₂Cu et augmente ainsi la dureté (Pc=7%) et la limite élastique Rp0,2 (Pc=13%) de l'alliage. Mais les composés riches en Cu peuvent favoriser la formation de retassures et diminuer ainsi Rm (Pc (Cu²)=6%). En effet, ils se forment à la fin de la solidification et bloquent l'alimentation des zones inter-dendritiques en liquide (comme montré figure 91). Ceci est en accord avec les résultats obtenus par Shabestari et al. [22].

- Un pourcentage massique élevé en silicium augmente la dureté et la résistance à la traction et diminue A%. On note un pourcentage de contribution de 31%, de 6% et de 7% du terme quadratique du silicium Si^2 dans la variabilité respectivement de la dureté, Rm et A%. Ceci est expliqué par le fait que pour les alliages hyper-eutectiques (%Si entre 11,2% et 12,7% dans le cas de notre étude), des particules pro-eutectiques de Si sont formées qui sont des particules dures qui durcissent le matériau [76]. Selon Bäckerüd et al. [5], pour les alliages hypo-eutectiques, au-dessous de la concentration eutectique en Si ($\approx 12\%$), l'aluminium précipite à partir du liquide en tant que phases primaires, sous forme de dendrites. Alors qu'au-dessus de cette concentration, des particules de silicium primaire se forment à partir du liquide de refroidissement. Ces particules de Si sont présentes dans nos alliages dont la teneur en Si est supérieure à 11%. Toutefois, le terme simple du silicium diminue Rm ($P_c=7\%$) et A% ($P_c=8\%$) car à une teneur en Si inférieure à 11,2%, le silicium augmente la fraction de la phase eutectique et diminue celle de la phase α -Al [76]. Ceci cause la formation de composés eutectiques riches en fer β -AlFeSi. Ce qui détériore la limite élastique et la résistance à la traction des alliages Al-Si.

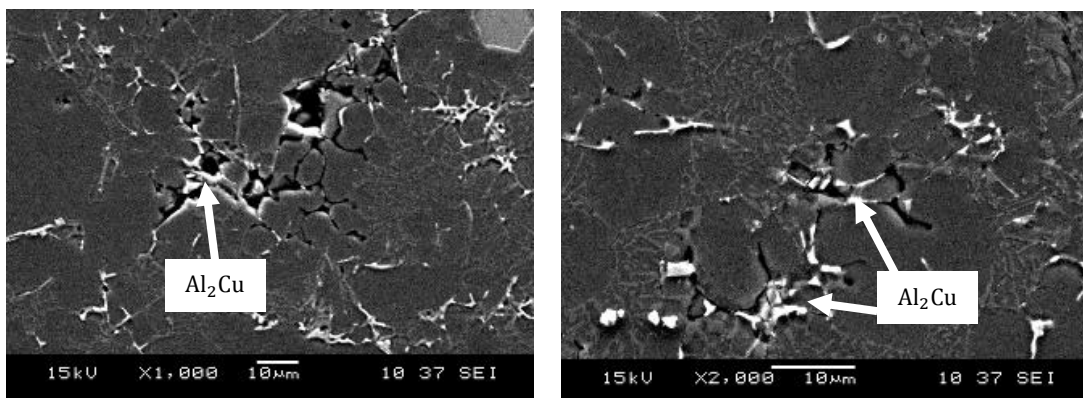


Figure 91 : Composés riches en Cu à basse pression

Effet de la pression

- La pression sur le métal participe à la variabilité de la dureté avec un pourcentage de contribution de 17%. La comparaison de la microstructure des alliages coulés à pression élevée avec ceux coulés à basse pression a montré qu'une pression élevée permet d'obtenir une microstructure plus homogène et plus fragmentée en raison des turbulences du métal en fusion. Sachant qu'une microstructure homogène et fragmentée permet d'avoir de bonnes propriétés mécaniques [47], l'augmentation de la pression augmente alors la dureté par l'intermédiaire de son effet sur la microstructure. Mais la pression ne semble pas influencer directement les caractéristiques de traction. Son influence sur ces caractéristiques n'est pas significative statistiquement. Cependant, la pression sur le métal a certainement un effet lié aux porosités sur Rm et A%, indépendamment de son effet sur la finesse de la microstructure. En effet, l'augmentation de la pression sur le métal permet d'éviter la formation des porosités

et comme on a introduit ce facteur parmi les facteurs d'entrée, l'effet de la pression sur le métal n'est pas visible sur les caractéristiques de traction R_m et $A\%$.

Effet de la température de coulée

- La température de la coulée joue un rôle très important dans la formation des composés intermétalliques riches en Fer. Ce paramètre d'injection a été étudié dans la littérature [7], les composés intermétalliques riches en fer ont des points de fusion élevés et si le métal est maintenu dans le four à basse température, ces composés cristallisent et se développent dans le métal liquide avant la coulée du métal. En raison de leur densité élevée, ces composés tombent dans le fond du four et, s'ils sont puisés, ils se retrouvent dans les pièces coulées, agissant comme des points durs. Les principaux composés intermétalliques riches en fer qui se forment dans les alliages Al-Si sont : β -AlFeSi sous forme d'aiguilles grossières et α -AlFeMnSi sous forme de polyèdres grossiers [5]. Ces phases, en particulier les β , contribuent à la fragilisation des pièces coulées. La phase α -AlFeMnSi est considérée moins nocive pour les propriétés mécaniques par rapport à la phase β -AlFeSi [7, 88]. Ainsi, la transformation des phases β en phase α est avantageuse d'un point de vue des propriétés mécaniques.
- La température affecte également la morphologie de la phase dendritique des alliages Al-Si-Cu. La caractérisation de la microstructure a montré que la taille de la phase dendritique α -Al à haute température est plus petite et plus homogène que celle obtenue à basse température. Selon Santos et al. [47], ceci est lié à l'injection du métal à faible température. Pour les températures d'injection élevées (≥ 660 °C), le processus de solidification se produit à l'intérieur du moule avec des dendrites formées, petites et bien définies. Alors qu'à faible température d'injection (< 640 °C), la perte de chaleur pendant la phase de remplissage peut provoquer le commencement du processus de solidification avant l'injection du métal dans le moule. Ceci explique la non homogénéité de la taille des dendrites qui sont également plus grossières que celles obtenues à haute température. Le paramètre température de coulée augmente les caractéristiques de traction R_m et $R_{p0,2}$ avec un pourcentage de contribution de 6% et de 9% respectivement.

Effet du couplage des paramètres matériau/procédé

- Le cuivre interagit avec le silicium et avec le magnésium pour diminuer $R_{p0,2}$ ($P_{C(Si \times Mg)} = 17\%$, ($P_{C(Si \times Cu)} = 7\%$, ($P_{C(Cu \times Mg)} = 8\%$) et R_m ($P_{C(Si \times Mg)} = 15\%$). Les contributions de ces interactions sont liées à la formation des particules Si et des composés intermétalliques $AlMgCuSi$ et Al_2Cu . En effet, à 12,7% de Si, des particules primaires de Si consomment la quantité de Si disponibles dans l'alliage et diminue ainsi la fraction des phases eutectiques Al-Si. Et comme les phases Al_2Cu se forment dans les zones interdendritiques en fin de solidification, on a alors moins d'espace pour la formation de ces composés. Alors qu'à bas pourcentage massique en Si (9,7%) et à une teneur inférieure à 0,38% en Mg, les particules primaires de Si ne se forment pas, le cuivre est utilisé alors pour la formation des composés Al_2Cu . Lorsque la teneur en Mg est supérieure à 0,38%, les composés intermétalliques $AlMgCuSi$ se forment avant l'eutectique Al- Al_2Cu . Ce qui diminue la quantité du cuivre disponible pour la formation des composés Al_2Cu .
- L'effet de la pression sur la formation des porosités peut être influencé par les teneurs des éléments d'alliage. En présence d'une teneur élevée en silicium et à faible teneur en Cu (alliage C, figure 70), la diminution de la pression augmente significativement la porosité (en particulier les soufflures) contrairement à l'alliage B avec une teneur plus élevée en Cu. En effet, si la réduction de la pression augmente la taille des porosités gazeuses, les phases riches en Cu qui se forment à la fin de la solidification limitent leur croissance.
- La basse température de coulée (630°C) favorise la formation des composés intermétalliques riches en fer. Mais un pourcentage élevé en Cu permet de transformer les phases β en phases α et ainsi éviter l'effet fragilisant des phases β sur les propriétés mécaniques. En effet, l'analyse de la composition chimique de ces deux phases a montré que le Cu contribue à la formation des phases α alors que les phases β ont plus besoin de Si pour se former. Ceci est bien validé par les contributions des interactions $Cu \times T$ et $Si \times T$ dans la variabilité de $R_{p0,2}$ et R_m prouvée statistiquement. Ces interactions expliquent bien la valeur élevée de la résistance à la traction de l'alliage B (192 MPa) par rapport aux deux autres alliages E et C (180MPa et 179MPa) à basse température.
- La diminution de la température de la coulée augmente aussi considérablement le pourcentage de porosités et diminue par conséquent R_m . Selon Fang et al. [89], à haute température de coulée, le métal reste à l'état liquide pendant une durée plus longue, ce qui permet de compenser le retrait du métal pendant la solidification, et ainsi réduire la porosité de type retassures. Ce qui est en accord avec la grande contribution constatée de l'interaction $T \times p$ ($P_c=18\%$).
- La porosité est le paramètre le plus influent sur A% avec un pourcentage de contribution de 36%.

- En résumé, le tableau 34 reprend les contributions des variables d'entrée sur les caractéristiques mécaniques déterminées statistiquement ; si la contribution est expliquée par l'analyse microstructure et de la santé matière, la case apparaît en vert, si elle est non expliquée, la case apparaît en rouge.

Propriétés mécaniques	Pourcentages de contribution (Pc)														
	Si	Cu	Mg	T	P	Si ²	Cu ²	Mg ²	%p	SixMg	CuxMg	SixCu	CuxT	SixT	Tx%p
Module d'Young	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dureté BRINELL		7	21	-	17	31	5	15	-	-	-	-	-	-	-
Rp0,2	5	13	21	6	-	-	8	-	-	17	8	7	4	3	-
Rm	7	-	12	9	-	6	6	-	13	15	-	-	8	-	18
A%	8	8	12	-	-	7	-	-	36	7	6	-	-	-	-

Tableau 34 : Synthèse des contributions des paramètres influents dans la variation des réponses, expliquées (en vert), non expliquées (en rouge)

En comparant les trois alliages, la figure 92, qui représente la variation de Rm et de la porosité pour les trois alliages B, C et E en fonction des paramètres procédé, met en évidence la grande sensibilité des deux alliages E et C à la dégradation des paramètres procédé (température de coulée et pression sur le métal), contrairement à l'alliage B (3,2% de Cu) qui est plus « robuste » par rapport aux paramètres procédé. En effet, la réduction de la pression n'influence pas le pourcentage de porosité et a une influence négligeable sur Rm mais elle augmente considérablement la porosité des alliages E et C et diminue, par conséquent, leur résistance à la traction

Notons aussi qu'en diminuant la température de la coulée et même avec des pourcentages élevés de porosités, l'alliage B présentent une Rm très proche de la valeur acceptable par le cahier de charges Renault (200 MPa).

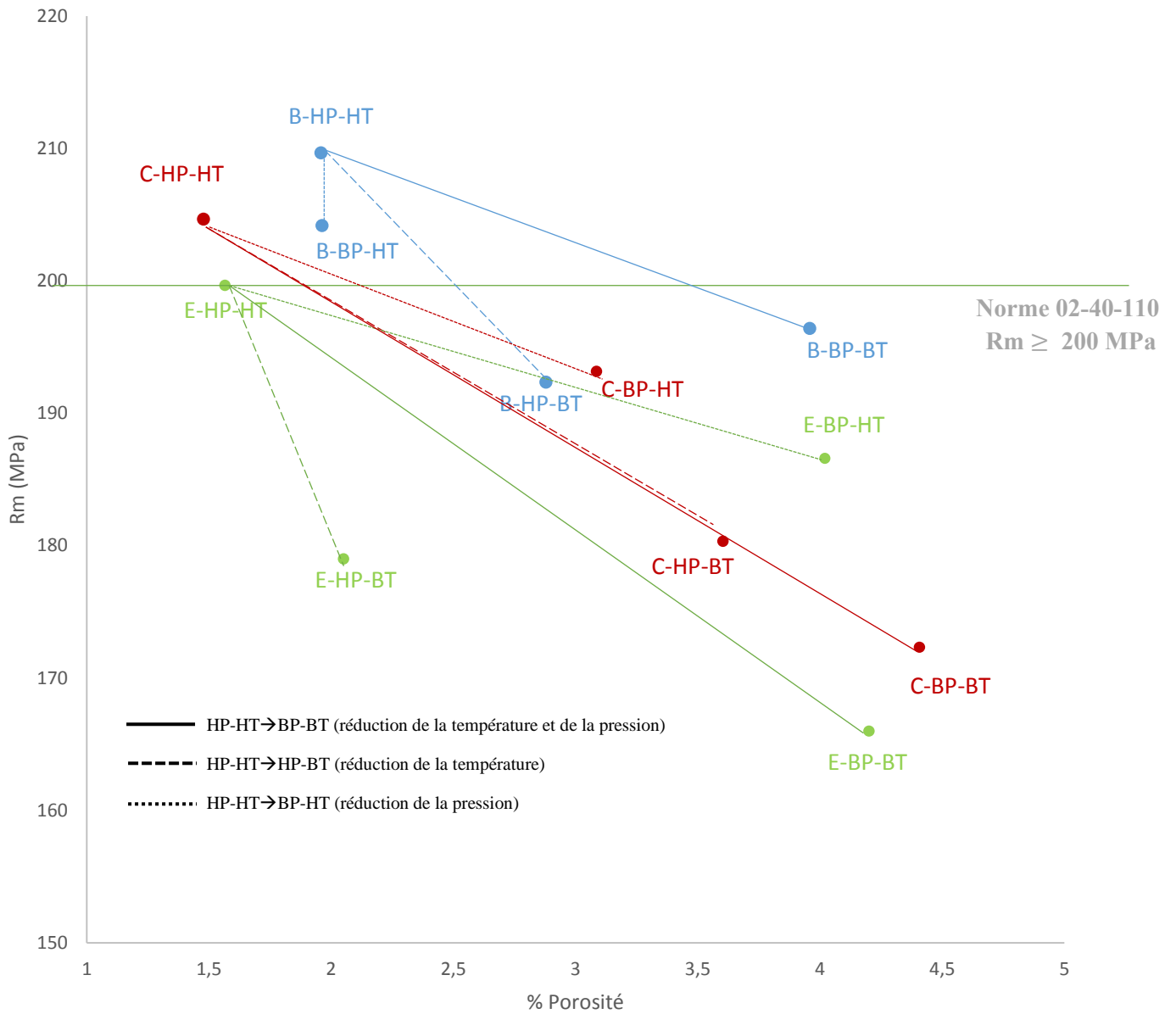


Figure 92 : variation de Rm et de la porosité pour les trois alliages B, E et C et en fonction des paramètres procédé (température et pression)

IV. Conclusion

Dans l'objectif de déterminer la variabilité matériau/procédé et de corrélérer cette variabilité avec les propriétés de pièces en alliages d'Al-Si-Cu coulées en fonderie, l'effet du couplage matériau/procédé sur les caractéristiques mécaniques (module d'Young, dureté, $R_{p0,2}$, R_m et $A\%$), la microstructure et la santé matière a été étudié dans la première partie de ce chapitre. La seconde partie consiste à quantifier statistiquement l'effet de chacun des facteurs Matériau/Procédé/Produit sur ces caractéristiques. Cette deuxième partie a permis aussi de révéler les différentes interactions qui se produisent entre les facteurs du triptyque matériau/procédé/produit et de corrélérer les paramètres jugés influents avec les propriétés mécaniques à travers des modèles de régression.

CHAPITRE V : OUTIL STATISTIQUE DE RE-CONCEPTION PRODUIT

I. Introduction

L'élaboration de l'outil statistique de re-conception est basée sur la création d'une base de données matériau et procédé. Cette base de données est alimentée par les résultats des deux plans d'expériences réalisés et présentés dans les chapitres précédents. Après avoir détaillé et analysé l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus dans les précédents chapitres, le chapitre V vient présenter l'outil statistique de re-conception produit.

Les différents acteurs qui interagissent dans la re-conception d'une pièce automobile nécessitent de pouvoir vérifier la tenue mécanique de cette pièce. Pour cela, l'outil de re-conception produit proposé se présente sous trois formats différents pour s'adapter aux différentes utilisations visées :

- Cartographies des caractéristiques mécaniques
- Estimation des caractéristiques mécaniques par des surfaces de réponses
- Outil de re-conception sous VBA

Avant de passer à l'outil de re-conception, la première partie développe le cadre méthodologique utilisé dans la construction des plans d'expériences et le traitement des résultats. Une grande partie de cette méthodologie a été réalisée dans les chapitres précédents. Reste la dernière étape qui consiste au développement de l'outil de re-conception. Celle-ci fait l'objet du dernier axe de ce chapitre.

II. Cadre méthodologique

Avant de passer à l'outil de re-conception produit qui va permettre aux concepteurs industriels d'adapter les conceptions de leurs pièces produites en fonderie sous pression aux contraintes Matériau/ Procédé du marché local lors d'une localisation hors Europe, nous allons, dans ce paragraphe, présenter la procédure suivie pour la construction de cet outil.

Cette démarche commence par l'identification du besoin, passe par la construction de plan d'expériences, la réalisation des essais nécessaires à l'étude de la variabilité des caractéristiques testées, l'analyse statistique des résultats et la création de modèles empiriques qui vont servir à la construction de l'outil de re-conception produit.

1. Besoin de re-conception

La première étape consiste à définir le cadre de l'étude et à formaliser le besoin. Elle commence par un brainstorming qui regroupe l'ensemble des acteurs pour recenser toutes les questions suscitées lors de l'industrialisation d'une pièce donnée hors Europe et consiste à :

Définir le problème

Il s'agit de poser clairement le problème et de définir les acteurs concernés par l'étude. Généralement dans le cas de la re-conception d'une pièce automobile, les acteurs concernés sont les spécialistes produits (les concepteurs), les spécialistes matériaux et les spécialistes procédés. Cette étape permet aussi de préciser l'intérêt de l'étude.

Déterminer les objectifs

De manière générale, l'objectif principal consiste à estimer avec suffisamment de précision l'effet de l'ensemble des variables d'entrée influentes, de façon à pouvoir prévoir de manière assez fiable, la valeur de sortie que l'on obtiendrait pour l'ensemble des combinaisons des variables d'entrée. Dans notre étude, le but est de déterminer et de quantifier l'influence des paramètres matériau/produit/procédé sur les propriétés du produit.

Définir le système

Cette étape consiste à définir la pièce qui fera l'objet de l'étude, les surfaces fonctionnelles, les zones de prélèvement, le matériau (la famille d'alliages) et le procédé de fabrication.

2. Paramètres d'entrée et leurs plages de variation / Réponses

Les paramètres d'entrée/sortie mis en jeu sont des grandeurs physiques modifiables ou non, on distingue :

La réponse : c'est la caractéristique produit nécessaire lors de la conception et le redimensionnement de la pièce, elle doit être représentative, quantifiable et la moins dispersée possible pour des variables d'entrées maîtrisées et constantes. La vérification de faisabilité de l'essai permettant la mesure de la réponse doit être réalisée sur la pièce prototype, notamment, la possibilité de prélèvement d'éprouvettes. On a choisi d'étudier dans ma thèse les caractéristiques mécaniques de traction (R_m , $R_{p0,2}$ et $A\%$), le module d'Young et la dureté.

Les facteurs : ce sont les paramètres du produit, du matériau et de la technologie de fabrication appliquée. Ce sont des grandeurs physiques modifiables susceptibles d'influencer sur la variation de la réponse. La détermination des facteurs consiste à :

- Recenser l'ensemble des paramètres
- Sélectionner les paramètres contrôlables les plus influents en s'appuyant sur l'expérience et les connaissances des acteurs.
- Sélectionner les facteurs non contrôlables (bruits)
- Classer ces éléments selon leur importance et leur influence.

Nous avons commencé par le recensement des paramètres matériau, principalement les éléments d'alliage principaux (%Si, %Cu, %Mg et %Zn), et des paramètres procédé : Paramètres d'injection (vitesses de remplissage, pression troisième phase, etc...), température de la coulée, température du moule, ... etc. Ensuite, le classement de ces paramètres selon leur importance et leur influence en se basant sur les différentes discussions réalisées avec les experts Matériau/ Procédé nous a permis de sélectionner les paramètres matériau/procédé suivants : %Si, %Cu, %Mg, pression 3^{ème} phase et température de la coulée.

3. Choix du type de plan et de modèle

Le choix du plan d'expériences à mettre en œuvre dépend de l'objectif de l'étude. On distingue deux types de plans : les plans de screening (plan à deux niveaux) et les plans de surface de réponses (plan à trois niveaux). Le paragraphe IV.1 du premier chapitre donne une description des principaux plans d'expériences existants (Plan factoriel complet, Plan de Taguchi, Plan de Rechtschafner, ... etc.).

Le choix du plan dépend de l'objectif de l'étude mais aussi des contraintes matérielles, de faisabilité et économiques. En effet, la réponse du système est recherchée pour l'ensemble des points constituant du domaine considéré. Mais, pour des contraintes de temps et de coût, le nombre d'expériences nécessaires pour tout point du domaine peut être non réalisable. C'est pourquoi nous utilisons un modèle empirique qui permettra d'avoir le maximum d'informations en réalisant un minimum

d'expériences. Nous avons opté dans le cas de notre étude pour le plan de Rechtschaffner à trois niveaux pour l'étude de l'influence des éléments d'alliage indépendamment du procédé puis nous avons réalisés un deuxième plan qui étudie l'influence de l'interaction des paramètres matériau et des paramètres procédé.

4. Technique de screening

La méthode des plans d'expériences commence par une première étape de sélection des facteurs d'entrée. Elle permet de déterminer, par un ensemble de facteurs, les éléments influents.

Cette étape consiste à réaliser un test statistique permettant d'accepter ou non l'hypothèse selon laquelle un facteur induit des variations de la réponse significativement plus importantes que celles engendrées par des facteurs considérés comme constants. Un facteur est alors jugé influent si son action sur la réponse étudiée est statistiquement supérieure à certain niveau. Le test utilisé dans cette étude est le test de Fisher et le niveau de signification α est de 0,05.

Rappelons que la technique de screening passe par les étapes suivantes:

- Lancer le test de Fisher en considérant tous les paramètres susceptibles d'influencer la caractéristique étudiée
- Calculer p-value pour chaque paramètre
- Calculer les deux coefficients R^2 (coefficient de détermination : est défini comme étant la fraction des variations de la réponse, il mesure l'adéquation entre le modèle et les données observées et estime la qualité de l'ajustement du modèle) et Q^2 (représente la fraction de la variation de la réponse prédite par le modèle et mesure la capacité du modèle à prédire les réponses dans le domaine de variation des facteurs).
- Relancer le test de Fisher en ne considérant que les paramètres dont p-value est inférieur au niveau de signification α
- Vérifier que R^2 est proche de 1 et supérieur à 0,5.
- Vérifier que Q^2 est plus élevé que celui de l'itération précédant. Plus Q^2 est proche de 1 plus sa capacité de prédiction est meilleur.

Le test de Fisher est alors répété n fois en ne considérant à chaque fois que les facteurs jugés influents par l'itération n-1 tout en vérifiant R^2 et Q^2 jusqu'à ce que tous les paramètres considérés sont influents ou que le Q^2 est inférieur de celui de l'interaction n-1.

5. Méthode de surface de réponse

La technique MSR vient s'appliquer à la suite de la technique de screening, elle n'utilise que les facteurs précédemment jugés influents et vise à déterminer d'une façon quantitative les variations de la fonction réponse vis-à-vis des facteurs d'influence significative. Pour chacune des caractéristiques produit, la technique de surface de réponses nous a permis de calculer par le test de Fischer la valeur de la p-value qui permet de calculer le pourcentage de contribution de chacun des facteurs influents sur la caractéristique étudiée comme détaillé dans le paragraphe IV de ce chapitre.

6. Modèle à régression polynomiale

La suite de la méthodologie des plans d'expériences consiste à construire un modèle approché qui apportera des éléments d'informations à l'expérimentateur encore appelé « modèle empirique ». Ce modèle est destiné à analyser les résultats des plans d'expériences physiques et à les interpréter statistiquement. Ainsi, il n'est valable que dans le domaine étudié des facteurs d'entrée La robustesse et la capacité de prédiction sont vérifiées par le calcul des deux coefficients R^2 et Q^2 , les valeurs minimales de R^2 et Q^2 acceptables sont 0,5 et 0,25 respectivement.

La figure 93 résume l'ensemble des étapes de la méthodologie utilisée :

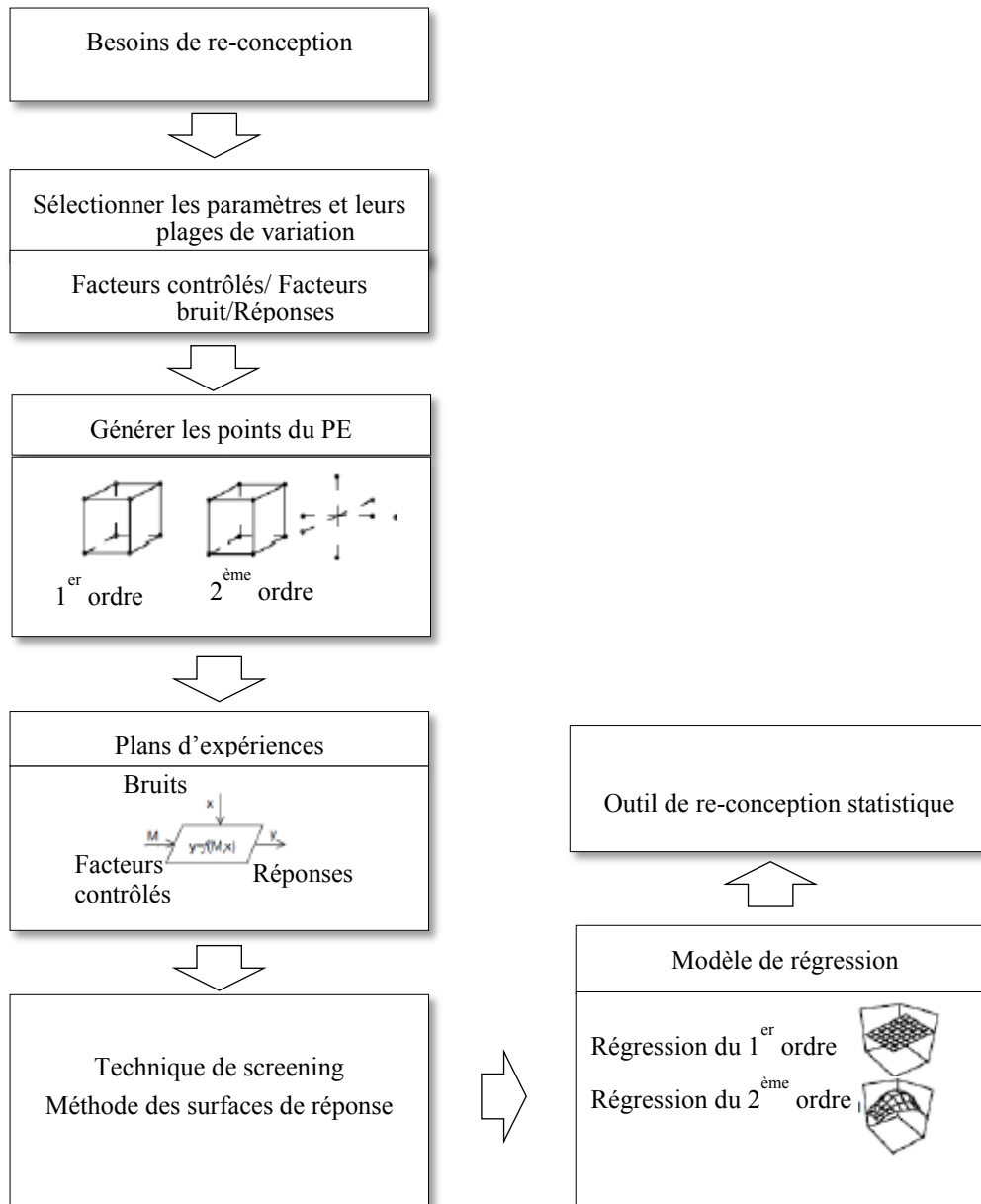


Figure 93 : Méthodologie de construction de l'outil de re-conception produit

III. Outil statistique de re-conception produit

La réalisation de l'outil de re-conception produit s'est basée sur la construction d'interfaces personnalisées permettant à tout opérateur sans qualification particulière en outils informatiques d'estimer les plages de variabilité des caractéristiques du produit en fonction des variations des facteurs influents sur ces caractéristiques. Le langage utilisé est capable d'évolutions et de transformations, pouvant ainsi s'adapter aux besoins à venir. Le but étant de l'adapter aux principaux acteurs concernés par la re-conception et l'industrialisation de pièces produites en fonderie sous pression, nous proposons l'outil sous trois formats :

1. Cartographies des caractéristiques mécaniques

Pour aider les spécialistes procédés à vérifier la tenue mécanique de pièces automobiles en fonderie sous pression lors de modification de la teneur en éléments d'alliage ou de la valeur de l'un des paramètres procédés étudiés, nous avons utilisé le logiciel de fonderie ProCAST pour construire des cartographies des propriétés mécaniques (dureté, $R_{p0,2}$, R_m et $A\%$) pour un alliage donné, une température de coulée et une pression sur le métal bien déterminés. La cartographie visualise les zones conformes aux spécifications, les zones à risque et les zones non conformes.

ProCast est un logiciel, basé sur la méthode des éléments finis, de simulation du procédé de moulage pour le calcul des écoulements de fluides, et des phénomènes thermiques et thermomécaniques qui se produisent lors de la fabrication des pièces moulées. Une coulée type se réalise en versant du métal liquide dans une cavité de moule contenant la topologie de la pièce préparée auparavant. Ensuite, le métal liquide se refroidit et se solidifie grâce au transfert de la chaleur à travers les parois du moule, produisant ainsi une pièce métallique. La qualité globale de la pièce est fortement influencée par les conditions de l'écoulement du métal liquide pendant les phases du remplissage et de solidification.

Les principaux modules utilisés par le logiciel ProCast sont les suivants [90] :

- MeshCast : ce module est utilisé pour la création de la géométrie et le maillage par éléments finis du système de coulée (y compris le moule, le système d'alimentation, etc.). En effet, un modèle 3D de l'outillage avec l'empreinte de la pièce à simuler constitue une entrée nécessaire à la réalisation des calculs sous ProCast.
- VisualCast : il permet de définir les propriétés physiques assignées au matériau ainsi que les conditions initiales et limites du processus.
- ProCast : c'est le moteur de calcul qui effectue les calculs mathématiques nécessaires pour la simulation de la vitesse du métal, de la température, de la fraction solide, ...etc.
- VisualViewerCast : il permet de visualiser les résultats des calculs effectués

Les paramètres procédés utilisés pour la réalisation des cartographies sont donnés dans le tableau 35. Ce sont les mêmes paramètres procédés que ceux utilisés dans la coulée des pièces produites pour la réalisation des essais mécaniques de la thèse.

Vitesse de la 1ère phase VI_1 (m/s)	0,09
Vitesse de la 1ère phase VI_2 (m/s)	0,2
Vitesse de la 2ème phase (m/s)	2
Vitesse de remplissage VA (m/s)	30
Température du moule (°C)	250
Pressions 3ème phase PIII (bar)	180 & 275
Pressions sur le métal PS (bar)	875 & 1275
Températures du métal coulé (°C)	630 & 680

Tableau 35 : Paramètres procédé utilisés dans la simulation sous ProCast

La construction de ces cartographies s'est réalisée par intégration des modèles polynomiaux qui lient les caractéristiques mécaniques aux facteurs Matériau/ Procédé/ Produit générés par analyse de la variance (voir annexe B). Comme les alliages du plan d'expériences ne sont pas des alliages standards et ainsi ne font pas partie de la base de données du logiciel, nous avons déclaré les éléments d'alliages (%Si, %Mg, %Cu) comme variables dans Procast et assigné pour chaque cartographie les valeurs des pourcentages massiques des éléments d'alliage de l'alliage correspondant à ces variables. Les figures 94, 95 et 96 donnent les cartographies de la dureté, de $Rp_{0,2}$ et de R_m de l'alliage 3 dont la composition chimique est proche de celle de l'alliage RENAULT. Elle montre que la dureté et $Rp_{0,2}$ sont indépendantes de la géométrie de la pièce contrairement à R_m .



Figure 94: Cartographie de la dureté (HBw) de l'alliage 3



Figure 95: Cartographie de la limite élastique(MPa) de l'alliage 3

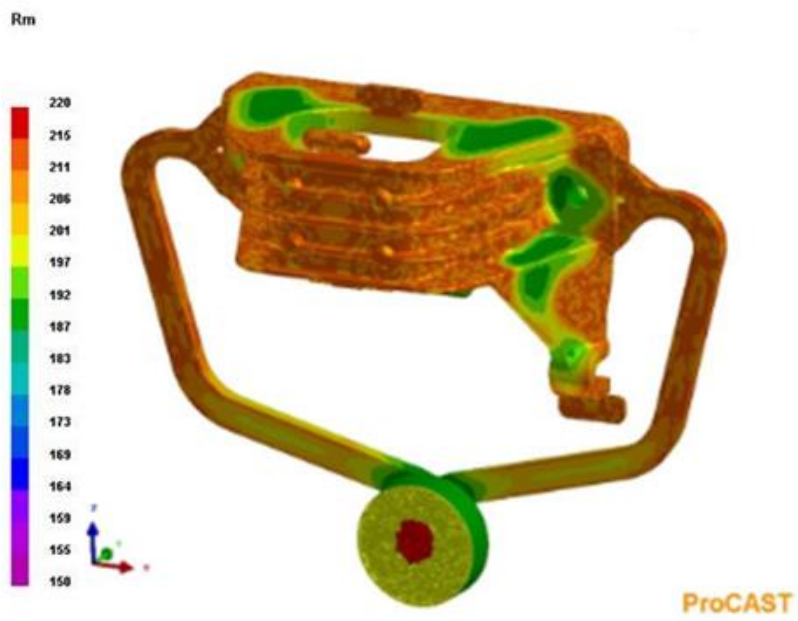


Figure 96 : Cartographie de la résistance à la traction (MPa) de l'alliage 3

2. Estimation des caractéristiques mécaniques par des surfaces de réponses

Les alliages utilisés dans les usines de RENAULT sont fournis avec des plages de variation qui ne sont pas toujours conformes aux spécifications demandées. Pour permettre aux responsables des usines de fonderie de vérifier l'effet de la variabilité de la composition chimique des alliages livrés, de la température de la coulée et de la pression sur le métal, des surfaces de réponses des caractéristiques mécaniques ont été construites sous Excel. Ces surfaces permettent de prédire les caractéristiques mécaniques (dureté, $R_{p0,2}$ et R_m) en fonction des plages de variation de deux facteurs parmi les cinq facteurs étudiés : les trois éléments d'alliage Si, Cu et Mg et les deux paramètres procédé : température du métal et pression sur le métal. En effet, sont fixés les trois paramètres qui représentent moins de variabilités, ainsi que la classe de porosité et on obtient une surface de réponse de la caractéristique de sortie en fonction des deux paramètres restants (voir exemple figure 97).

Dans l'exemple, les paramètres fixes sont le pourcentage massique en Cu (2,5%), la température de coulée (670°C) et la pression 3^{ème} phase (935 bar), on cherche la variabilité de R_m en fonction du Si et du Mg pour une classe de porosité de 1. Le calcul permet de donner les valeurs prédites de R_m dans la plage de variation des facteurs silicium et magnésium et il nous donne aussi la valeur minimale et la valeur maximale de R_m dans ces plages de variation.

Pour une composition chimique donnée, on peut également générer une surface de réponses qui donne la variabilité des caractéristiques mécaniques en fonction de la variabilité de la température de coulée et de la pression sur le métal. Ainsi, on obtient les valeurs minimales de la température et de la pression du procédé de fonderie qui permettent d'avoir des propriétés mécaniques conformes aux spécifications de la pièce. Dans ce cas, l'interface est utilisée pour des raisons économiques

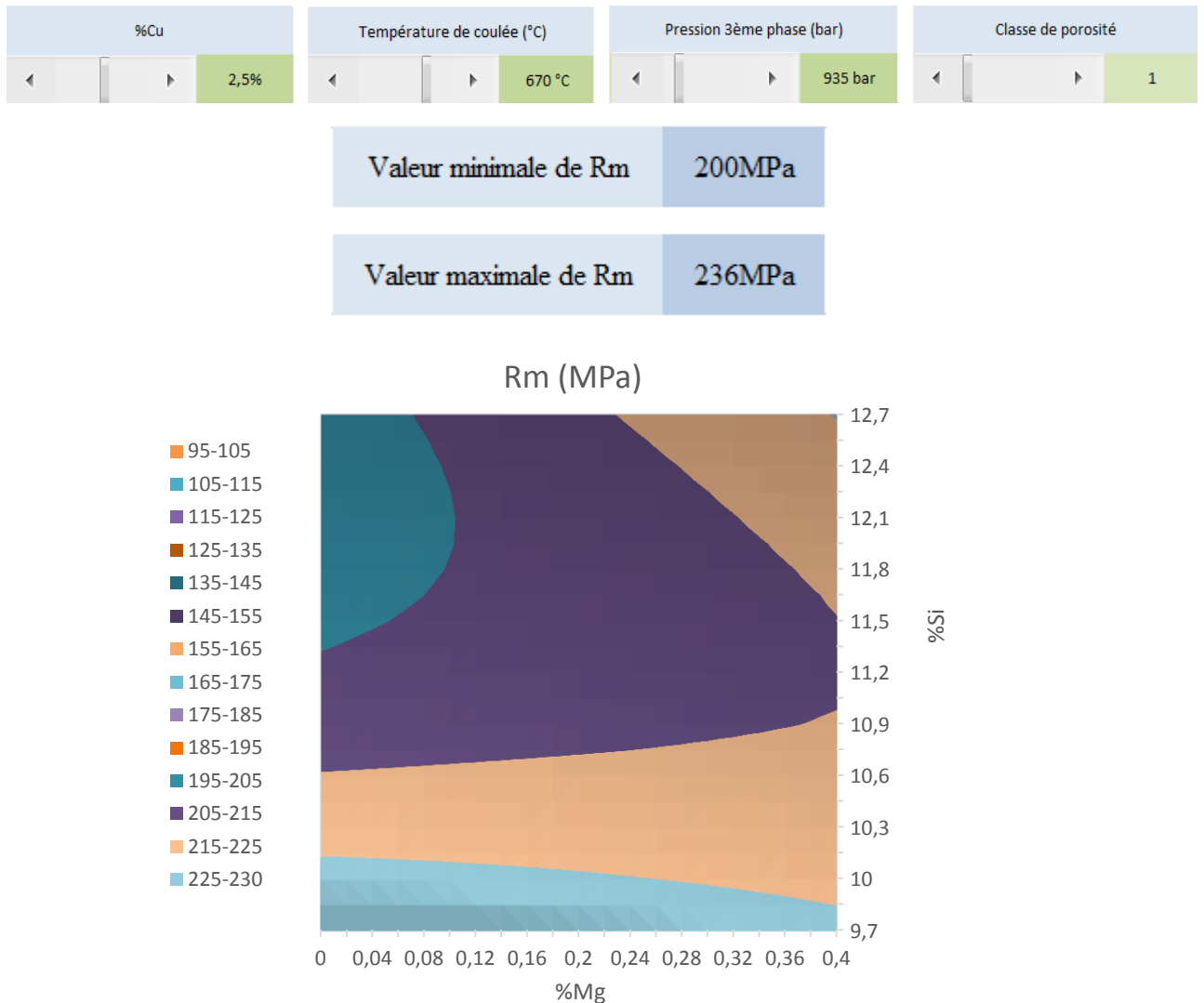


Figure 97 : Exemple de surface de réponse de la résistance à la traction

3. Outil de re-conception sous VBA

Le troisième format de l'outil est une interface construite en se basant sur Excel Visual Basic pour Application qui est un langage de programmation simple, permettant d'utiliser le code Visual Basic pour exécuter les nombreuses fonctionnalités de l'application Excel. On travaille alors avec des macros pour écrire le programme.

Le programme est conçu de telle manière à permettre à l'utilisateur d'introduire la valeur minimale et la valeur maximale de tous les paramètres étudiés et de lancer le calcul. Une fois que le calcul est terminé, l'interface affiche la valeur minimale et la valeur maximale de la caractéristique de sortie pour chaque classe de porosité allant de 1 à 4 (figure 98).

The interface is organized as follows:

- Top Row (Main Parameters):**
 - Cu(%):** Cumin, Cumax
 - Mg(%):** Mgmin, Mgmax
 - Si(%):** Simin, Simax
 - T°(C):** T°min, T°max
 - P(bar):** Pmin, Pmax
- Calculation Rows (ASTM Classes 1-4):**
 - Row 1 (ASTM 1):** Rm 1min, Rm 1max, Cu 1min, Mg 1min, Si 1min, T° 1min, P 1min, Cu 1max, Mg 1max, Si 1max, T° 1max, P 1max
 - Row 2 (ASTM 2):** Rm 2min, Rm 2max, Cu 2min, Mg 2min, Si 2min, T° 2min, P 2min, Cu 2max, Mg 2max, Si 2max, T° 2max, P 2max
 - Row 3 (ASTM 3):** Rm 3min, Rm 3max, Cu 3min, Mg 3min, Si 3min, T° 3min, P 3min, Cu 3max, Mg 3max, Si 3max, T° 3max, P 3max
 - Row 4 (ASTM 4):** Rm 4min, Rm 4max, Cu 4min, Mg 4min, Si 4min, T° 4min, P 4min, Cu 4max, Mg 4max, Si 4max, T° 4max, P 4max
- Bottom Center:** A green button labeled 'Calculer' with a calculator icon.

Figure 98 : Interface de calcul des valeurs min et max de Rm en fonction des plages de variation des paramètres d'entrée

Pour chacune des caractéristiques étudiées: dureté, Rm, Rp0,2 et A%, une interface permettant de calculer la valeur minimale et la valeur maximale de la caractéristique pour chacune des classes de porosité en fonction des plages de variabilité des paramètres d'entrée : %Si, %Mg,% Cu, température de la coulée et pression sur le métal a été créée. Par ailleurs, l'interface est capable d'évolutions dans le cas où d'autres paramètres d'entrée seraient jugés intéressants d'être ajoutés ou d'autres propriétés étudiées.

4. Conclusion

L'outil statistique de conception produit se présente sous plusieurs formats :

Tout d'abord des cartographies des caractéristiques mécaniques construites dans le logiciel de simulation de fonderie sous pression Pro-Cast. Cette visualisation des propriétés mécaniques permettra aux spécialistes procédé de vérifier la tenue mécanique de la pièce dans le cas de modification de la teneur en éléments d'alliage Si, Cu ou Mg, ou des paramètres procédé température de la coulée et pression sur le métal.

Ensuite, des surfaces de réponses qui donnent la variabilité des propriétés mécaniques en fonction de la variabilité de deux paramètres parmi les cinq étudiés tout en fixant les valeurs des trois autres paramètres et en fin un interface réalisé en VBA qui permet de calculer les valeurs minimale et maximale des caractéristiques en fonction des plages de variation de tous les paramètres d'entrée pour chacun des classes de porosité.

L'outil proposé est un outil capable d'évolution. En effet, le cadre méthodologique donné dans ce chapitre et la simplicité du langage pour la création de l'outil permettant d'ajouter d'autres facteurs ou d'autres caractéristiques dans le cas où on s'intéresse à l'étude de la variabilité d'autres propriétés (ex : fatigue).

CHAPITRE VI : CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Conclusions

Les constructeurs automobiles proposent de plus en plus d'équipements dans leurs véhicules, ce qui augmente le poids de ceux-ci. Afin de compenser cette augmentation de poids et afin de maîtriser une dérive de la consommation en carburant des véhicules, le choix de matériaux plus légers est souvent fait. La majeure partie des pièces fonctionnelles dans un véhicule (bloc moteur, boîte de vitesses,...etc.) sont actuellement fabriquées en alliages d'aluminium moulés en fonderie sous pression sur la plupart des véhicules européens. La part en poids de l'aluminium dans les véhicules européens suit une croissance annuelle de 8%.

Il y a nécessité pour le fabricant de ce type de produits d'assurer une tenue mécanique du matériau. Les problèmes liés à la tenue mécanique sont considérés avec la plus grande attention. Notamment l'influence de la composition chimique de l'alliage, de sa microstructure et des paramètres du procédé sur ces propriétés est très étudiée. Par ailleurs, de nombreux défauts peuvent apparaître au cours du procédé de moulage des pièces et ces imperfections diminuent de manière significative les caractéristiques mécaniques. Les critères de rentabilité imposent donc de pouvoir appréhender et quantifier le niveau d'imperfections internes et externes dans les pièces. Ils exigent aussi de comprendre et prédire leur impact sur le comportement et la tenue des pièces mécaniques.

Le but de ce travail de thèse était d'apporter un moyen de prédiction de la variabilité des caractéristiques mécaniques en fonction de la variabilité des paramètres entrant en interaction dans le triptyque matériau/procédé/produit. La réalisation de ce moyen de prédiction est passée par les axes suivants :

- Etude de l'effet de la variabilité matériau et du couplage matériau /procédé sur les caractéristiques mécaniques (module d'Young, dureté, limite élastique, résistance à la traction et allongement à la rupture) ;
- Analyse et quantification statistiques des éléments d'alliage, de la température de la coulée et de la pression sur le métal sur ces caractéristiques mécaniques ;
- Corrélation des caractéristiques mécaniques étudiées avec les paramètres influents en se basant sur la méthode de l'analyse de la variance et les modèles de régression.

Avec l'ensemble des tâches présentées ci-dessous, nous avons réussi à développer un outil statistique de re-conception qui va permettre aux industriels de :

- Prédire la tenue mécanique de leurs pièces en fonction de la composition chimique de l'alliage et des paramètres procédé utilisés dans le domaine étudié ;
- Réaliser des cartographies qui visualisent les zones conformes aux spécifications, les zones à risque et les zones non conformes dans leurs pièces produites en alliages d'aluminium moulés en fonderie sous pression. ceci en couplant les modèles de régression construits sur la base des données expérimentales avec la simulation numérique sous le logiciel de fonderie ProCast (ou autres). Ainsi, des modifications de la conception de ces pièces peuvent s'avérer nécessaires lors de la variation des paramètres matériau et/ou procédé.

Perspectives

L'étude des paramètres procédé en fonderie sous pression réalisée dans cette thèse est non exhaustive. D'autres paramètres importants (d'après la littérature) mériteraient d'être examinés, principalement : la vitesse de refroidissement et la vitesse d'injection. D'après la littérature et les experts matériaux RENAULT, ces deux paramètres influencent les propriétés des pièces coulées en fonderie sous pression.

Dans l'objectif d'analyser plus en détails la microstructure des alliages et d'étudier les contributions prouvées statistiquement et non expliquées dans cette thèse, des analyses MEB, MET et EDS sont à envisager. Il conviendrait également d'évaluer le SDAS (l'espacement entre les bras secondaires des dendrites) pour chacune des configurations testées. Enfin, Il serait intéressant d'étudier d'autres aspects des porosités comme la taille, la forme ou le facteur de forme. Ces analyses permettraient de mieux comprendre les contributions statistiques des paramètres matériau/ procédé et leurs interactions dans la variabilité des réponses examinées.

En se basant sur la démarche suivie tout au long de ce travail de thèse. Une approche méthodologique a été développée dans le but de l'exploiter pour l'étude d'autres propriétés (en fatigue par exemple) ou pour identifier l'effet de d'autres paramètres matériau et/ou procédé (vitesse de remplissage, pourcentage massique du zinc, etc...).

La finalité de l'outil statistique proposé est d'être opérationnelle pour les services matériau, procédé et produit de RENAULT. Il va être nécessaire de vérifier sa validité en réalisant des essais complémentaires de validation sur éprouvettes prélevées sur pièces Renault réelles (bloc moteur, par exemple). Ces pièces devront être coulées avec les mêmes conditions de coulée que nos pièces. Les teneurs en éléments d'alliage devront aussi être comprises dans les plages de variation considérées dans cette thèse

L'outil de re conception produit est capable d'évolutions et de développements ultérieurs. Nous avons proposé plusieurs formats pour l'adapter aux différents acteurs industriels (Produit/ Procédé/Matériau) mais aussi pour augmenter le champ d'application et d'évolution de cet outil. Ceci ouvre alors des

perspectives vers le développement d'outil de CO-DESIGN produit qui tiendrait compte des variabilités de tous les paramètres entrant en jeu dans l'opération de conception de pièces automobiles (quelles que soient le matériau et le procédé). Cette nouvelle définition passerait par les étapes suivantes :

- Etude approfondie de la variabilité des triptyques matériau-procédé-produit pour toutes les pièces produites par Renault dans le monde ;
- Elaboration de modèles liant les propriétés de ces pièces aux paramètres d'entrée influents ;
- Création d'une structure des données permettant d'intégrer tous les modèles de façon associative et plus généralement toutes les données de manière cohérente ;
- Intégration de cette structure sous forme d'un programme (MATLAB, C++) ou autre à un logiciel produit ou procédé.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] C. Vargel; Métallurgie de l'aluminium ; Techniques de l'ingénieur M 4663 ; 2010.
- [2] C. Vargel ; Propriétés générales de l'aluminium et de ses alliages; Techniques de l'ingénieur M 4661; 2005.
- [3] A. Fabrizi, S. Ferraro, G. Timelli; The influence of Sr, Mg and Cu addition on the microstructural properties of a secondary AlSi9Cu3 (Fe) die casting alloy; *Materials Characterization* 85, pp: 13-25; 2013.
- [4] G. Timelli, A. Fabrizi; The Effects of Microstructure Heterogeneities and Casting Defects on the Mechanical Properties of High-Pressure Die-Cast AlSi9Cu3 (Fe) Alloys; *Metallurgical And Materials Transactions A*, Vol. 45A, pp: 5486-5498; 2014
- [5] L. Bäckerud, G. Chai, J. Tamminen; *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys; Foundry Alloys*, Vol. 2; 1990.
- [6] J. N. Pratt, G. V. Raynor; The Intermetallic Compounds in the Alloy of Aluminum and Silicon with Cr, Mn, Fe, Co, Ni; *Journal of the Institute of Metals*, Vol. 79, pp: 211-232; 1951.
- [7] S.G. Shabestari; the effect of iron and manganese on the formation of intermetallic compounds in aluminum–silicon alloys, *Materials Science and Engineering A* 383, pp: 289–298; 2004.
- [8] J.E. Eklund; On the Effects of Impurities on the Solidification and Mechanical Behavior of Primary and Secondary Commercial Purity Aluminum and Aluminum Alloys; Thèse de doctorat; Helsinki University of Technology; 1991.
- [9] G. Timelli, F. Bonollo; The influence of Cr content on the microstructure and mechanical properties of AlSi9Cu3 (Fe) die-casting alloys; *Materials Science and Engineering A* 528, pp: 273–282; 2010.
- [10] L.F. Mondolfo; *Aluminum Alloys: Structure and Properties*; first Ed, Butterworths; London; 1976.
- [11] S. Ferraro, A. Fabrizi, G. Timelli; Evolution of sludge particles in secondary die-cast aluminum alloys as function of Fe, Mn and Cr contents; *Materials Chemistry and Physics* 153, pp:168-179; 2015.
- [12] A. M. Samuel, P. Ouellet, F. H. Samuel, H. W. Doty ; *Microstructural Interpretation of Thermal Analysis of Commercial 319 Aluminum Alloy with Magnesium and Strontium Additions*; *AFS Transactions*, Vol. 105, pp: 951-962; 1997.

- [13] T. Sivarupan; Ductility and solidification issues in Al-Si-Cu-Mg alloys; University of Queensland; 176p; 2014.
- [14] M. Yildirim, D. Ozyurek; The effects of Mg amount on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Mg alloys; *Materials and Design* 51, pp: 767-774; 2013.
- [15] H. Yang, S. Ji, W. Yang, Y. Wang, Z. Fan; Effect of Mg level on the microstructure and mechanical properties of die-cast Al-Si-Cu alloys; *Materials Science & Engineering A* 642, pp: 340-350; 2015.
- [16] M. Zeren; Effect of copper and silicon content on mechanical properties in Al-Cu-Si-Mg alloys; *Journal of Materials Processing Technology* 169; 2005.
- [17] A.M.A. Mohamed, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty; Influence of additives on the microstructure and tensile properties of near-eutectic Al-10.8%Si cast alloy; *Materials and Design* 30; 2009.
- [18] Z. Ignaszak, J. Hajkowski; Contribution to the Identification of Porosity Type in AlSiCu High-Pressure-Die-Castings by Experimental and Virtual Way; *Archives of Foundry Engineering*; Vol. 15, pp: 143-151; 2015.
- [19] N. Roy, L. Zhang, P. R. Louchez, F. H. Samuel; Porosity formation in Al-9 wt % Si-3 wt % Cu-X alloy systems: measurements of porosity; *Journal of Materials Science* 31; 1996.
- [20] J. M. Rozot ; Modèle prédictif de l'apparition de la microporosité de retrait durant la solidification d'un alliage aluminium-silicium ; Thèse de doctorat ; Université Bordeaux 1; 2005.
- [21] G. Nicoletto, R. Konecna, S. Fintova; Characterization of micro-shrinkage casting defects of Al-Si alloys by X-ray computed tomography and metallography; *International Journal of Fatigue* 41; 2012.
- [22] S. G. Shabestari, H. Moemeni; Effect of copper and solidification conditions on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Mg alloy; *Journal of Materials Processing Technology*; 2004.
- [23] G.A. Edwards, G.K. Sigworth, C.H. Cacers, D.H. St. John, J. Barresi; Microporosity formation in Al-Si-Cu-Mg casting alloys; *AFS Trans* 105; 1997.
- [24] R. C. Harris, S. Lipson and H. Rosenthal; *AFS TRANS* 64; 1956.
- [25] G. P. Ghate, K. S. Srinivas Murthy, K. S. Raman; *Aluminum* 60; 1984.
- [26] O. Vorren, J. W. evensen, T. B. Pedersen; *AFS Trans* 92; 1984.
- [27] R. Dasgupta, C. Brown, S. Marker; Effect of increased magnesium content on the mechanical properties of sand-cast 319 aluminium alloy; *AFS Trans* 97; 1989.
- [28] R. P. Dunn, W. Y. Dickert; *Die Casting Eng* 19; 1975.
- [29] F. Sanna, A. Fabrizi, S. Ferraro, G. Timelli, F. Bonollo ; Multiscale characterisation of AlSi9Cu3 (Fe) die casting alloys after Cu, Mg, Zn, and Sr addition; *Metalli leggeri N-4*; 2013.

- [30] Y. Wang, H. Lioa, Y. Wu, J. Yang; Effect of Si content on microstructure and mechanical properties of Al-Si-Mg alloys; *Materials and Design* 53, pp: 634-638; 2014.
- [31] L. Pedersen, L. Arnberg; The effect of solution heat treatment and quenching rates on mechanical properties and microstructures in AlSiMg foundry alloys; *Metallurgical and Materials Transactions A* 32, pp: 525–532; 2001.
- [32] D. Dwivedi, R. Sharma, A. Kumar; Influence of silicon content and heat treatment parameters on mechanical properties of cast Al–Si–Mg alloys; *International Journal of Cast Metals Research* 19, pp: 275–282; 2006.
- [33] K. Kashyap, S. Murali, K. Raman, K. Murthy; Casting and heat treatment variables of Al–7Si–Mg alloy; *Journal of Materials Science & Technology* 9, pp: 189–204; 1993.
- [34] L. Wang, M. Makhlouf, D. Apelian; Aluminium die casting alloys: alloy composition, microstructure, and properties-performance relationships; *International Materials Reviews* 40, pp: 221–238; 1995.
- [35] G.T. Abdel-Jaber, A.M. Omran, K. Abdelrazek Khalil, M. Fujii, M. Seki, A. Yoshida; An Investigation into Solidification and Mechanical Properties Behavior of Al-Si Casting Alloys; *International Journal of Mechanical & Mechatronics Engineering IJMME-IJENS* Vol 10; 2010.
- [36] M.S. Dargusch, G. Dour, N. Schauer, C.M. Dinnis, G. Savage; The Influence of Pressure During Solidification of High Pressure Die Cast Aluminium Telecommunications Components; *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 180, pp: 37-43; 2006.
- [37] Z. Ma, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty, S. Valtierra; A study of tensile properties in Al-Si-Cu and Al-Si-Mg alloys: Effect of β -iron intermetallics and porosity; *Materials Science and Engineering A* 490, pp: 36-51; 2008.
- [38] K.N. Obiekea, S.Y. Aku, D.S. Yawas; Effects of pressure on the mechanical properties and microstructure of die cast aluminum A380 alloy, *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering* 2, pp: 248-258; 2014.
- [39] G. Timelli, F. Bonollo; The influence of Cr constant on the microstructure and mechanical properties of AlSi9Cu3 (Fe) die-casting alloys; *Materials Science and Engineering A* 528, pp: 273-282; 2010.
- [40] H. F. Taylor, J. Wulff, M. C. Flemings; *Foundry Engineering*, New York; John Wiley; 1959.
- [41] Anon; *Aluminium Technology Book 6; Casting Aluminium*, Canberra: Aluminium Development Council of Australia Ltd; 1978.
- [42] H. Doehler; *Die Casting*; McGraw Hill Book Company; New York; 1951.
- [43] www.en.wikipedia.org/wiki/die_casting
- [44] A. R. Adamane, L. Arnberg, E. E. Fiorese, G. Timelli, F. Bonollo; Influence of injection parameters on the porosity and tensile properties of high-pressure die cast Al-Si alloys: a review; *American Foundry Society*; 2015.

- [45] K.J. Laws, B. Gun, M. ferry; Effect of die-casting parameters on the production of high quality bulk metallic glass samples; *Materials Science and Engineering A* 425, pp: 114-120; 2006.
- [46] F. Medjedoub ; Détermination des paramètres influant sur le phénomène d'endommagement par fatigue thermique des moules en fonderie sous pression d'aluminium; Thèse de Doctorat ; Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris ; 2004.
- [47] S.L Santos, R.A Antunes, S.F Santos; Influence of injection temperature and pressure on the microstructure, mechanical and corrosion properties of a AlSiCu alloy processed by HPDC; *Materials and Design* 88, pp: 1071-1081; 2015.
- [48] P.L. Schaffer, H.I. Laukli; Recent Developments in Aluminum High Pressure Die Castings; *Die Casting Engineer*, pp: 20-22; 2012.
- [49] S. Otarawanna, H.I. Laukli, C.M. Gourlay, A.K. Dahle; Feeding Mechanisms in High-Pressure Die Castings; *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol 41, pp: 1836-1846; 2010.
- [50] S. Otarawanna, C.M. Gourlay, H.I. Laukli, A.K. Dahle; Microstructure Formation in AlSi4MgMn and AlMg5Si2Mn High-Pressure Die Castings; *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol 40, pp: 1645-1659; 2009.
- [51] D.R. Gunasegaram, M. Givord, R.G. O'Donnel, B.R. Finnin; Improvements Engineered in UTS and Elongation of Aluminum Alloy High Pressure Die Castings Through the Alteration of Runner Geometry and Plunger Velocity; *Materials Science and Engineering A*, Vol. 559, pp: 276-286; 2013.
- [52] D.R. Gunasegaram, B.R. Finnin, F.B. Polivka; Melt Flow Velocity in High Pressure Die Casting: It's Effect on Microstructure and Mechanical Properties in an Al-Si Alloy; *Journal of Materials science and Technology*, Vol. 23, pp: 847-856; 2007.
- [53] M.R. Ghomashchi; High-Pressure Die Casting: Effect of Fluid Flow on the Microstructure of LM24Die-Casting Alloy; *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 52, pp: 193-206; 1995.
- [54] C. Sheehy; Caractérisation des coefficients d'interface en moulage sous pression de l'Aluminium semi-solide ; Thèse de Doctorat ; Université de Québec; 2008.
- [55] G.O. Verran, R.P.K. Mendes, M.A. Rossi; Influence of Injection Parameters on Defects Formation in Die Casting Al12Si1.3Cu Alloy: Experimental Results and Numeric Simulation; *J. Mater. Process. Technol*, vol. 179, pp. 190-195; 2006.
- [56] Y. Kim, E. S. Jeon; Establishment of regression model for estimating shape parameters for vacuum-sealed glass panel using design of experiments; *Vacuum* Vol 121, pp: 113-119; 2015.
- [57] J-B Yan, X-M Liu, J. Y Richard Liew, X. Qian, M-H Zhang; Steel-concrete-steel sandwich system in Arctic offshore structure: Materials, experiments, and design; *Materials and Design* Vol 91, pp: 111-121; 2016.

- [58] T. Ram Prabhu; Effects of solid lubricants, load, and sliding speed on the tribological behavior of silica reinforced composites using design of experiments; *Materials and design* Vol 77, pp 149-160; 2015.
- [59] L. Bahloul, F. bendebane, M. Djenouhal, H. Meradi, F. Ismail; Effects and optimization of operating parameters of anionic dye extraction from an aqueous solution using an emulsified liquid membrane: Application of designs of experiments; *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* Vol 59, pp: 26-32; 2016.
- [60] M. Kavitha, R. Subramanian, K. S. Vinoth, R. Narayanan, G. Venkatesh, N. Esakkiraja; Optimization of process parameters for solution combustion synthesis of Strontium substituted Hydroxyapatite nanocrystals using Design of Experiments approach; *Powder Technology* Vol 271, pp: 167-181; 2015
- [61] S. Vivier ; Stratégies d'optimisation par la méthode des plans d'expériences et Application aux dispositifs électrotechniques modélisés par éléments finis ; Thèse de doctorat ; Ecole Centrale de Lille et Université des Sciences et Technologies de Lille ; 309p ; 2002.
- [62] S. Karam; Application de la méthodologie des plans d'expériences et de l'analyse de données à l'optimisation des processus de dépôt ; Thèse de doctorat ; Université de Limoges, 234p ; 2004.
- [63] J-J. Driesbeke, J. Fine, G. Sarota; Plans d'expériences-Applications à l'entreprise ; Ed. TECHNIP; 1997.
- [64] L. Eriksson, E. Johansson, N. Kettaneh-Wold, C. Wikstrom, S. Wold; *Design of Experiments: Principales and Applications*; ISBN 91-973730-0-1, 462p; 2008
- [65] M. Pillet; *Introduction aux plans d'expériences par la méthode Taguchi* ; Ed. Les Editions d'Organisation Université ; 1994.
- [66] P. Schimmerling, J-P. Sisson, A. Zaidi; *Pratique des plans d'expériences* ; Ed. Lavoisier Tec & Doc ; 1998.
- [67] J. Goupy; *La méthode des plans d'expériences-Optimisation du choix des essais & de l'interprétation des résultats* ; Ed. Dunod ; 1996.
- [68] G. Sarota ; *Probabilités, Analyse des données et Statistiques*; Eds. TECHNIP ; 1990.
- [69] J. Goupy; *Plans d'expériences pour surfaces de réponse* ; Ed. Dunod; 1999.
- [70] G. E.P. Box, N.R. Draper; *Empirical model-building and response surfaces*; Ed. John Wiley & Sons; 1987.
- [71] ASTM E505-01; *Standard Reference Radiographs for Inspection of Aluminum and Magnesium Die Castings*.
- [72] ASTM; *Standard test method for dynamic Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio by impulse excitation of vibration*; 2009.
- [73] NC. Aurock ; [http : //www.aurock.fr/fr/carac/](http://www.aurock.fr/fr/carac/).

- [74] C.H. Caceres, M.B. Djurdjevic, T.J. Stockwell, J.H. Sokolowski ; The effect of Cu content on the level of microporosity in Al-Si-Cu-Mg casting alloys; *Scripta Materialia*; Vol. 40, No. 5, pp: 631-637; 1999.
- [75] S. Santhi, S. B. Sakri, D. H. Rao, S. Sandarrajan; Influence of silicon content on the volume deficit characteristic of cast Al-Si alloys; National Institute of Technology, Trichy 620015; 2013.
- [76] M. Makhlof, D. Apelian; Casting characteristics of aluminum die casting alloys; *Advanced Casting Research Center*; pp: 45; 2002.
- [77] Samuel FH, Samuel AM, Liu H. Effect of magnesium content on the aging behaviour of water-chilled Al-Si-Cu-Mg-Fe-Mn (380) alloy castings. *J Mater Sci* 30. 1995.
- [78] K. Okabayashi, M. Kawamoto, A. Ikenaga, M. Tsujikawa, K. Nomura; Relationship Between Fracture Properties and Microstructure of Near-Eutectic Al- Si Alloy Casting; *Imono: Journal of the Japan Foundrymen's Society*; Vo. 57, No. 2, pp: 108-112; 1985.
- [79] I.Y. Okcu; Effect of process parameters on mechanical properties of high pressure die cast magnesium AZ91 components; Thèse de doctorat; Middle East Technical University; 2011.
- [80] B. Barlas ; Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris ; 2004.
- [81] M. Easton, C. Davidson, D. St John; *Metallurgical and Materials Transactions A* 4, pp: 1528-1538; 2010.
- [82] W. Kurz, D.J. Fisher; *Fundamentals of Solidification*; Trans Tech Publications, pp: 65-69; 1986.
- [83] N. Nishi; *Daikasuto Imonono Netsushorini Kansuru Bunkenchousa Houkokusho*; *Die Cast.* 123, pp: 45-61; 2006.
- [84] G.F. Salas, M.E. Noguez, J.G. Ramirez, T. Robert; Application of secondary dendrite arm spacing – cooling rate equation for cast alloys; *AFS Trans.* 108, pp: 593-597; 2000.
- [85] Yamagata H., Kasprzak W., Aniolek M., Kurita H., Sokolowski J.H.; (2008); The effect of average cooling rates on the microstructure of the Al-20% Si high pressure die casting alloy used for monolithic cylinder blocks; *journal of materials processing technology* 203; pages: 333-34.
- [86] N. Chvorinov; *Theory of casting solidification*; *Giesserei* 27, pp: 177 – 186, 201 – 208, 222 – 225; 1940.
- [87] P. Jelinek, T. Elbel; Chvorinov's rule and determination of coefficient of heat accumulation of moulds with non-quartz base sands; *Archives of foundry engineering* Vol. 10, pp: 77-82; 2010.

- [88] R. Taghiabadi, H. M. Ghasemi, S. G. Shabestari; Effect of iron-rich intermetallics on the sliding wear behavior of Al-Si alloys; *Materials Science and Engineering A* 490, pp: 162-170; 2008.
- [89] X. Fang, G. Shao, Y. Q. Liu, Z. Fan; Effects of intensive forced melt convection on the mechanical properties of Fe containing Al-Si based alloys; *Materials Science and Engineering A*, pp: 65-72; 2007.
- [90] <http://www.wtm.uni-erlangen.de/>

ANNEXES

Annexe A

Tableau 1 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z3 pour les 11 alliages par rapport à la dureté

Alliage	K (valeur observée)	K (valeur critique)	Niveau de signification α	p-value	Les 3 zones proviennent-elles de la même population ?
1	0,003	5,991	0,05	0,99	Oui
2	2,051	5,991	0,05	0,36	Oui
3	0,185	5,991	0,05	0,91	Oui
4	1,3	5,991	0,05	0,52	Oui
5	0,473	5,991	0,05	0,79	Oui
6	1,79	5,991	0,05	0,41	Oui
7	0,908	5,991	0,05	0,63	Oui
8	0,33	5,991	0,05	0,85	Oui
9	1,36	5,991	0,05	0,51	Oui
10	2,919	5,991	0,05	0,23	Oui
11	4,817	5,991	0,05	0,09	Oui

Tableau 2 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z4 pour les 11 alliages par rapport à Rp0,2

Alliage	K (valeur observée)	K (valeur critique)	Niveau de signification α	p-value	Les 3 zones proviennent-elles de la même population ?
1	2,1	5,991	0,05	0,34	Oui
2	3,92	5,991	0,05	0,14	Oui
3	0,71	5,991	0,05	0,7	Oui
4	4,95	5,991	0,05	0,08	Oui
5	0,86	5,991	0,05	0,11	Oui
6	0,38	5,991	0,05	0,82	Oui
7	4,475	5,991	0,05	0,1	Oui
8	0,07	5,991	0,05	0,96	Oui
9	0,12	5,991	0,05	0,94	Oui
10	3,81	5,991	0,05	0,15	Oui
11	2,4	5,991	0,05	0,3	Oui

Tableau 3 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z3 par rapport à la dureté (plan matériau/procédé)

	K (valeur observée)	K (valeur critique)	Niveau de signification α	p-value	Les 3 zones proviennent-elles de la même population ?
B-HT-HP	2,24	5,991	0,05	0,33	Oui
B-HT-BP	1,32	5,991	0,05	0,52	Oui
B-BT-HP	4,54	5,991	0,05	0,10	Oui
B-BT-BP	0,15	5,991	0,05	0,93	Oui
C-HT-HP	1,79	5,991	0,05	0,41	Oui
C-HT-BP	1,35	5,991	0,05	0,51	Oui
C-BT-HP	2,88	5,991	0,05	0,24	Oui
C-BT-BP	0,32	5,991	0,05	0,85	Oui
E-HT-HP	2,051	5,991	0,05	0,36	Oui
E-HT-BP	3,718	5,991	0,05	0,16	Oui
E-BT-HP	3,95	5,991	0,05	0,14	Oui
E-BT-BP	0,09	5,991	0,05	0,95	Oui

Tableau 4 : Comparaison des populations des trois zones Z1, Z2 et Z4 par rapport à Rp0,2 (plan matériau/procédé)

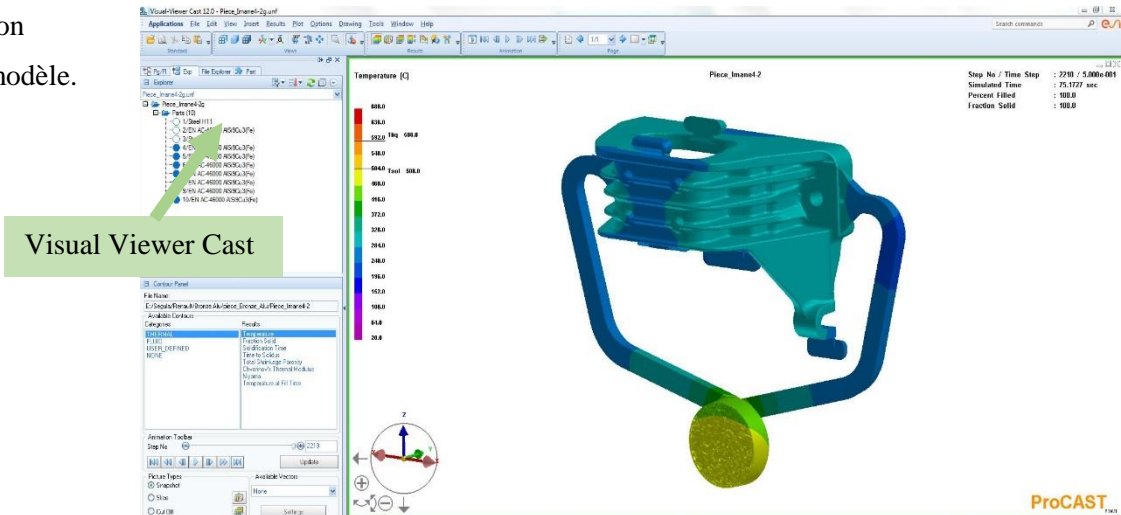
	K (valeur observée)	K (valeur critique)	Niveau de signification α	p-value	Les 3 zones proviennent-elles de la même population ?
B-HT-HP	0,71	5,991	0,05	0,7	Oui
B-HT-BP	3,58	5,991	0,05	0,17	Oui
B-BT-HP	1,8	5,991	0,05	0,4	Oui
B-BT-BP	2	5,991	0,05	0,37	Oui
C-HT-HP	0,38	5,991	0,05	0,82	Oui
C-HT-BP	3,46	5,991	0,05	0,18	Oui
C-BT-HP	5,81	5,991	0,05	0,05	Oui
C-BT-BP	5,91	5,991	0,05	0,052	Oui
E-HT-HP	3,92	5,991	0,05	0,14	Oui
E-HT-BP	2,19	5,991	0,05	0,14	Oui
E-BT-HP	0,75	5,991	0,05	0,69	Oui
E-BT-BP	0,06	5,991	0,05	0,97	Oui

Annexe B : Mise en données Procast pour construction de cartographies des caractéristiques mécaniques

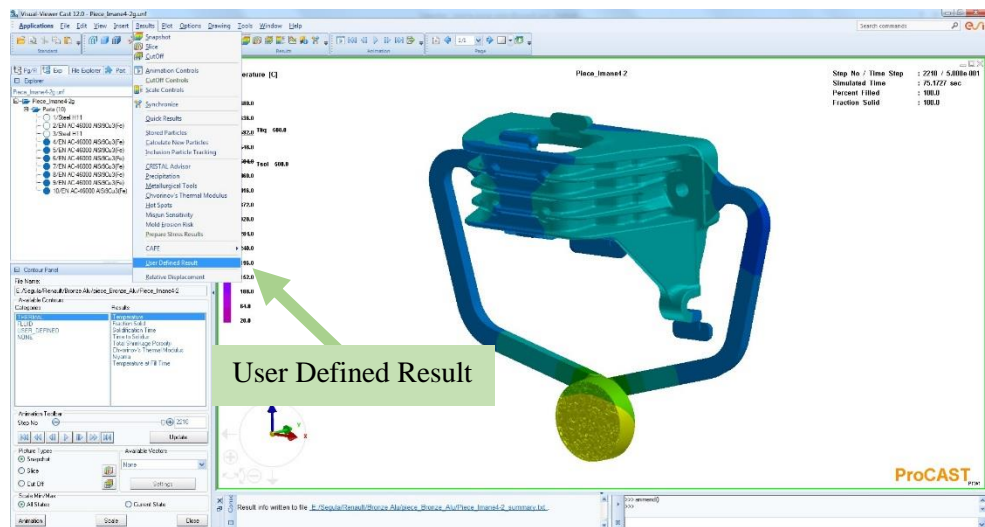
La construction des cartographies personnalisées des caractéristiques mécanique a été réalisée en utilisant la simulation numérique sous le logiciel de fonderie procast, elle a suivi les étapes suivantes :

- Visualiser la pièce sur le Visual Viewer Cast après avoir obtenu le résultat du maillage et du calcul de son modèle.

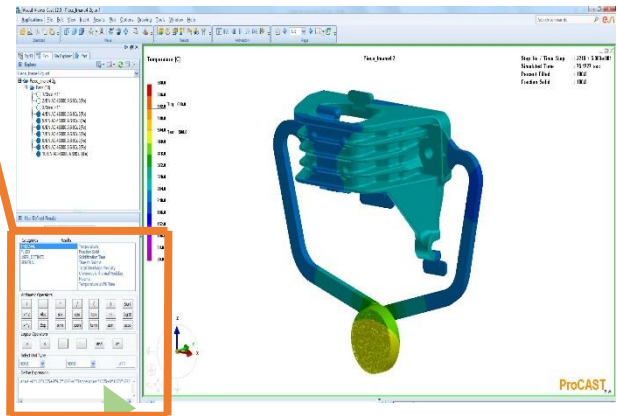
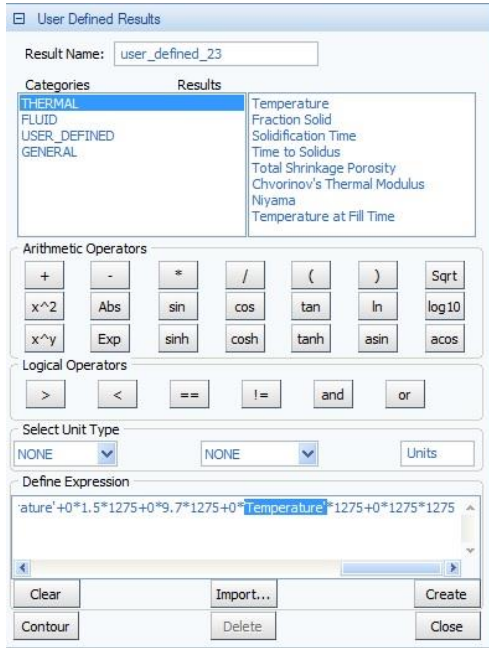
Etape 1



Etape 2



Etape 3



Nous utilisons ce box pour insérer la formule en utilisant les résultats obtenus par le calcul, si besoin

CARACTERISATION DES VARIABILITES MATERIAUX/ PROCESS POUR UNE CONVERGENCE PRODUIT DE FONDERIE PAR APPROCHE PREDICTIVE

RESUME : Les alliages Al-Si sont largement utilisés dans l'industrie automobile en fonderie sous pression, en particulier pour la fabrication des blocs moteurs, en raison de leurs bon rapport résistance/ poids et leurs excellentes propriétés mécaniques. Du fait de l'internationalisation de la production, la composition chimique de ces alliages et les paramètres du procédé HPDC peuvent varier d'un pays à l'autre, ils peuvent même varier d'un site de fabrication à l'autre dans le même pays. Or, les conceptions des pièces automobiles sont aujourd'hui de type déterministe et elles sont réalisées sur la base des matériaux et procédés européens, ce qui peut affecter les propriétés de ces pièces dans le cas d'une localisation hors Europe. Ainsi, il est important de pouvoir adapter les conceptions rapidement et à moindre coût en prenant en compte les contraintes matériau/ process locales. Dans cette thèse, nous avons proposé une approche méthodologique permettant de prédire les caractéristiques mécaniques en fonction de la variabilité matériaux/ process en s'appuyant sur une étude expérimentale/ statistique de l'effet de la variabilité des principaux éléments d'alliage (Si, Cu, Mg) et des paramètres procédé (température de la coulée et pression d'injection) sur les propriétés mécaniques des alliages d'Al-Si moulés sous pression. La microstructure et le taux de porosités ont également été évalués. Cette méthodologie a abouti à la construction d'un outil de conception produit permettant de prédire les caractéristiques mécaniques dans le cas du changement de l'un (ou des) paramètres Matériau/ Process.

MOTS CLES : Fonderie sous pression, Alliages Al-Si, Plans d'expériences, ANOVA

CHARACTERIZATION OF VARIABILITY MATERIALS/ PROCESS FOR FOUNDRY PRODUCT BY PREDICTIVE APPROACH

ABSTRACT: Secondary Al-Si alloys are widely used in automotive industry for engine blocks because they offer a considerable weight reduction whilst maintaining good mechanical properties. The ever-expanding internationalisation of production, with same stages of production processes spread across a number of countries to produce locally, causes however high variability in the casting products. The chemical composition of the same alloys and the working variables of the unchanged high-pressure die casting process (HPDC) may change for the same casting parts from one country to another, they can even sometimes vary from one manufacturing site to another within the same country. Designing for aluminium automotive components does call today for new deterministic design methods that are often achieved from European material and casting process databases, which can affect the properties of these parts in the case of a location outside Europe. Thus, it is important to adapt the design of die casting parts quickly and inexpensively by taking into account the material and process local constraints. In this work, a methodological approach which permits to predict mechanical properties as a function of material and process variability based on an experimental/ statistical study on the effect of the variability of the primary factors of alloying elements contents (Si, Cu and Mg) and HPDC process parameters (casting temperature and injection pressure) on mechanical properties of die cast aluminium alloys has been proposed. The microstructural features and the porosity level were also investigated and assessed. This approach has resulted in statistical design tool that will allow designers to make changes to the design of their casting and to industrialize them outside Europe.

KEYWORDS : High pressure die casting, Al-Si alloys, plans of experiments, ANOVA