



HAL
open science

Etude de la formation de la peau en coulée continue sans solidification au ménisque. I. Caractéristiques de surface des produits de coulée continue

Patrice Berthod, Gérard Lesoult

► To cite this version:

Patrice Berthod, Gérard Lesoult. Etude de la formation de la peau en coulée continue sans solidification au ménisque. I. Caractéristiques de surface des produits de coulée continue. *Revue de Métallurgie*, 2000, 97 (12), pp.1441-1453. 10.1051/metal:2000120 . hal-02108829

HAL Id: hal-02108829

<https://hal.science/hal-02108829>

Submitted on 2 May 2019

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.

Etude de la formation de la peau en coulée continue sans solidification au ménisque. I. Caractéristiques de surface des produits de coulée continue

P. Berthod*, G. Lesoult**

* Laboratoire de Chimie du Solide Minéral (UMR - CNRS 7555), Université Henri Poincaré, Vandœuvre-lès-Nancy (anciennement : Pont-à-Mousson S.A. - DDPP, Pont-à-Mousson)

** Laboratoire de Science et Génie des Matériaux Métalliques (UMR - CNRS 7584), École des Mines, Nancy

En coulée continue horizontale ou en coulée continue verticale en charge, l'apparition de certaines marques sur la surface externe des produits ne peut pas être mise en relation avec la solidification partielle du ménisque de la surface libre du liquide comme dans le cas de la coulée continue verticale classique. Pour comprendre leur formation, un travail expérimental a été mené avec deux maquettes de simulation permettant : avec la première, d'obtenir des échantillons métalliques solidifiés à examiner *post mortem*, avec la seconde, d'observer directement la solidification de la peau avec des alliages transparents. Dans ce premier article, nous exposons les résultats de l'observation de la surface des échantillons réalisés dans des conditions de tirage variées. Dans un deuxième article, nous proposons une description de la formation des marques observées en termes de phénomènes élémentaires se déroulant pendant la solidification.

■ INTRODUCTION

Les demi-produits fabriqués en coulée continue présentent fréquemment un état de surface caractérisé par la présence de marques creuses périphériques régulièrement réparties le long du produit. Ces marques sont indésirables et rendent parfois nécessaire un conditionnement de surface avant le laminage.

Dans le cas de la coulée continue horizontale des ronds, billettes ou blooms d'acier, les demi-produits présentent en surface un aspect strié conféré par un réseau de marques perpendiculaires à l'axe de coulée et faisant le tour du produit (fig. 1). Ces marques périphériques, régulièrement espacées, se répartissent en deux familles : les marques de premier type (très nettes) et les marques de second type (plus discrètes) (1). En se déplaçant le long d'une billette dans la direction de l'extraction, on rencontre alternativement une marque de premier type et une marque de second type. Les premières présentent généralement des profondeurs de 0,3 à 0,4 mm ; les secondes sont moins profondes, environ 0,1 mm.

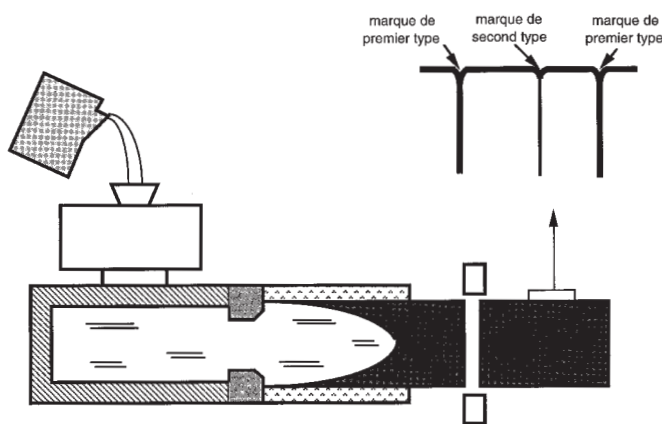


Figure 1. – Schéma d'un procédé de coulée continue horizontale et aspect de surface des demi-produits obtenus.

Figure 1. – Scheme of a horizontal continuous casting process and surface aspect of the product.

Manuscrit reçu le 29 novembre 1998, bon à publier le 10 septembre 2000.

© La Revue de Métallurgie 2000.

Study of the formation of the skin in meniscus free continuous casting.

I. Surface features on continuous casting products

P. Berthod*, G. Lesoult**

* Laboratoire de Chimie du Solide Minéral (UMR-CNRS 7555), Université Henri Poincaré, Vandœuvre-lès-Nancy (formerly : Pont-à-Mousson S.A., DDPP, Pont-à-Mousson)

** Laboratoire de Science et Génie des Matériaux Métalliques (UMR-CNRS 7584), École des Mines, Nancy

In vertical continuous casting, the formation of the linear horizontal marks observed all around the products is known to be due to the partial solidification of the meniscus of the free surface of the liquid metal. On the contrary, in the case of horizontal continuous casting or meniscus free continuous casting, the origin of transverse corrugations or marks on the surface of the cast products is not yet fully understood. In fact, the initial solidification against the cold mold occurs far from the free surface of the liquid metal.

In order to better identify the solidification mechanisms that are responsible of the corrugated appearance on the surface of the horizontal continuous casting products (for example), we have built two experimental devices. With the so-called « hot » device, it is possible to obtain spheroidal graphite cast iron (SG iron) samples that have been solidified like the steel products in meniscus free continuous casting (as far as the formation of the skin is concerned). The « cold » device allows the direct observation of the solidification of organic compounds that are transparent in the liquid state and opaque in the solid state.

First, in order to verify the good conception of our devices, we looked for and found the values of the casting parameters which result in the formation of marks like those that are present at the surface of the products which are continuously cast in practice. We then studied the modifications of these marks when the value of one casting parameter or another is changed, with both the « hot » and the « cold » devices.

We saw that the type, number, width and depth of the marks depend on the extraction speed and the temperature of the cooling liquid. At the lowest extraction rates, we can see a lot of corrugations on the skin of the cast iron samples. On the other hand, for higher extraction rates, we can see only two types of transverse marks. With the cold device, the organic compound samples present different marks on their surface : longitudinal fibres at low extraction speed, transverse corrugations at high extraction speed. For cast iron and for one of the two organic compounds that have been used here, unusual figures like vortices have been observed for the lowest extraction rates.

In the case of the cast iron samples obtained with high extraction speeds, the microstructure has been observed. The evolution of the sub-surface microstructure along the outer side of the cast iron sample appears very particular. For example, we can find more pearlite near the marks of the second type than near those of the first type. On the other hand, the marks of the second type are related to a severe discontinuity in the orientation of the austenite dendrites. More generally, it appears that there is a good correspondence between the microstructure evolution and the location of the two principal marks.

All these observations are precious indications to further understand how the skin solidifies and finally how corrugations and marks form in a meniscus free continuous casting process. Later, in a second paper, we will present the results of the direct observation of the solidification of the skin with organic transparent compound inside the cold device. Then, we shall be able to propose hypotheses about the solidification phenomena that are responsible of the appearance of corrugations and transverse marks.

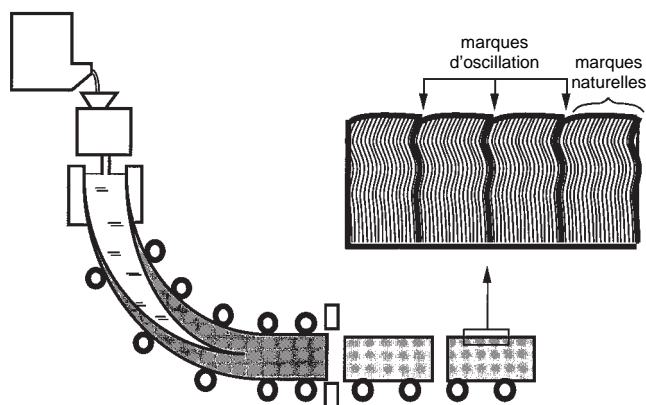


Figure 2. – Schéma d'un procédé de coulée continue verticale et aspect de surface des demi-produits obtenus.

Figure 2. – *Scheme of a vertical continuous casting process and surface aspect of the product.*

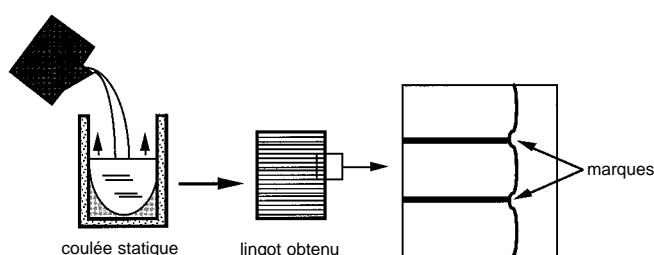


Figure 3. – Schéma d'un procédé de coulée en lingotière et aspect de surface des lingots ainsi coulés.

Figure 3. – *Scheme of an ingot casting process and surface aspect of the product.*

Dans le cas de la coulée continue verticale, on peut trouver aussi des marques périphériques diverses et variées. On retiendra ici d'abord des marques que nous qualifierons de « naturelles » dans le cadre de cet article et qui sont observées pour certaines nuances d'acier uniquement (2). Les plus fréquentes et les mieux connues sont les marques d'oscillation (fig. 2). Les marques naturelles, lorsqu'elles sont visibles, sont assez régulièrement espacées, de l'ordre de quelques millimètres ou dixièmes de millimètre. Les marques d'oscillation, moins nombreuses, sont à la fois plus profondes et plus espacées que les précédentes (1 cm ou plus) ; leur espacement est fonction de la vitesse de coulée, V_c , et de la fréquence d'oscillation de la lingotière, f , (espacement = V_c/f).

Même en coulée statique, la surface des lingots peut présenter des marques lorsque le refroidissement par le moule est intense (fig. 3). Elles sont rectilignes, font le tour du lingot et sont plus ou moins espacées suivant les conditions de la coulée (en particulier la vitesse de remplissage) (3).

Pour la coulée continue verticale classique, par exemple d'acier (fig. 2), les premières explications de ces marques d'oscillation ont été proposées au début des années 1960

(4). Des descriptions plus fines et plus quantitatives ont été dégagées grâce aux travaux indépendants de plusieurs équipes à la fin des années 1970 ; elles sont maintenant classiques. Elles sont basées sur la possibilité d'une solidification partielle du ménisque que présente la surface libre du métal liquide, aussi bien pour les marques naturelles que pour les marques d'oscillation (5-9).

Pour d'autres procédés de coulée continue, caractérisés par un éloignement de la région de début de solidification contre la lingotière refroidie par rapport à la surface libre du métal liquide et de son ménisque, l'existence de marques doit être expliquée autrement. C'est le cas, par exemple, de la coulée continue horizontale et de la coulée continue verticale en charge. De fait, il n'existe pas encore de modèle détaillé de formation des marques dans ces cas. Pour ces procédés, il existe seulement des modèles macroscopiques de solidification dans la littérature. Citons entre autres, pour la coulée horizontale, les travaux de Brimacombe (10), et pour la coulée verticale en charge, ceux de M'Hamdi (11, 12). Pour ces deux derniers procédés, on a émis l'hypothèse de la formation de la peau en deux parties à chaque cycle d'oscillation, l'une des parties se solidifiant alors qu'elle est immobile par rapport à la lingotière et l'autre se solidifiant en restant solidaire du demi-produit en cours d'extraction, donc en mouvement par rapport à la lingotière. Dans ces derniers cas de coulée, il est intéressant de chercher à vérifier expérimentalement la réalité du mécanisme hypothétique de solidification avec deux types de peau, l'une statique, l'autre dynamique, et à expliquer d'une part l'apparition de marques malgré l'absence de ménisque, d'autre part la forme géométrique finale de ces marques. De fait, en 1989, il a été décidé de lancer une étude de base avec l'objectif d'observer le plus directement possible la formation des deux peaux, d'établir quantitativement leurs cinétiques de germination et de croissance, de comprendre comment se forment les marques, enfin de préciser l'influence des paramètres opératoires de coulée sur les phénomènes élémentaires ainsi identifiés (13). Nous présentons ici les résultats de cette étude en deux parties.

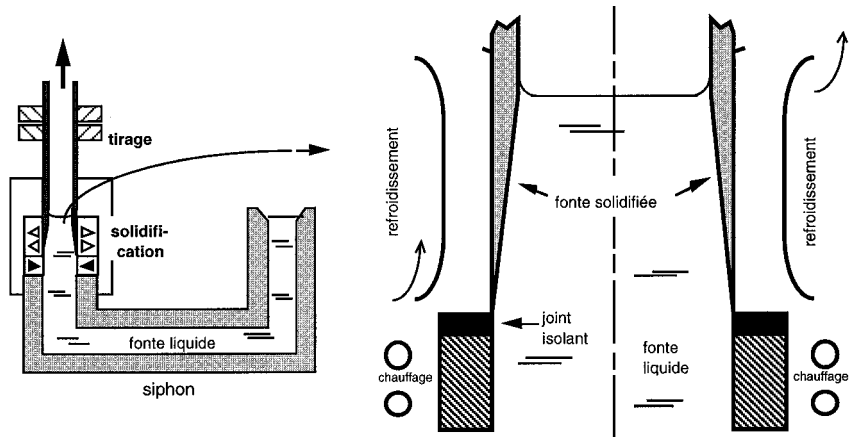
Dans le présent article, nous décrivons les dispositifs expérimentaux que nous avons utilisés. Nous présentons aussi les caractéristiques de surface des échantillons obtenus, dont la ressemblance avec les marques de coulée continue sans solidification au ménisque atteste de la représentativité de nos conditions opératoires. Dans un second article (14), nous exposons les résultats de l'observation directe de la solidification de la peau, nous précisons quantitativement la cinétique des phénomènes et enfin nous proposons un modèle qualitatif des mécanismes de solidification responsables de l'apparition et de la forme des marques en l'absence de solidification au ménisque.

■ DISPOSITIFS EXPÉRIMENTAUX

Pour cette étude, nous avons travaillé avec deux maquettes de simulation dans lesquelles nous reproduisons les conditions de formation de la peau dans un contexte de coulée continue avec un ménisque éloigné de la zone de début de

Figure 4. – Schéma général de la maquette « chaude » et vue détaillée de la zone où se solidifie le métal contre la paroi de la lingotière refroidie.

Figure 4. – Scheme of the « hot » experimental device and a detailed view of the location where the metal solidifies against the cold mold.



solidification. Ces maquettes sont caractérisées par un déplacement de la couche solidifiée dans le sens vertical ascendant, un choix qui nous a permis d'éviter certains problèmes, par exemple celui de l'étanchéité vis-à-vis de l'alliage liquide. La première, dite maquette « chaude », permet d'étudier le comportement d'un alliage métallique en coulée continue sans ménisque – pour différentes valeurs des paramètres du procédé – par l'examen, *a posteriori*, des échantillons solidifiés. Dans un premier temps, elle nous a aussi permis de vérifier que le changement de direction d'extraction par rapport aux procédés industriels concernés par cette étude n'avait pas dénaturé les phénomènes étudiés. La seconde, la maquette « froide », apporte en plus la possibilité d'observer directement les phénomènes dynamiques en jeu, en cours de solidification, sur des substances transparentes à bas point de fusion.

Maquette chaude

La maquette chaude se compose d'une lingotière cylindrique refroidie par circulation d'eau contre l'intérieur de laquelle l'alliage métallique se solidifie (diamètre intérieur de la lingotière : 100 mm). Elle repose sur une partie chauffante dont elle est séparée par un joint d'isolation thermique. L'alliage métallique liquide arrive par un siphon et un dispositif d'extraction assure le tirage de l'échantillon cylindrique solidifié (fig. 4).

Lors d'un essai, arrivé au contact de la paroi froide, l'alliage se solidifie contre elle et se solidarise avec une partie d'un dispositif d'extraction commandé par un automate. On déclenche alors une série de courtes tractions identiques régulièrement entrecoupées de phases d'arrêt permettant au solide de se consolider afin de pouvoir être entraîné d'un seul bloc dans le mouvement d'extraction suivant. L'extraction se fait selon une loi de mouvement qui débute par une phase d'accélération amenant le tube de l'arrêt à un déplacement à vitesse maximale stabilisée V_{max} . A l'issue de cette phase d'extraction uniforme commence la période de décélération qui conduit progressivement le produit solidifié à une nouvelle immobilisation à l'instant T_e de fin d'extraction. La période d'arrêt permet au solide venant de se former de se solidariser avec le solide précédemment formé. La durée totale du cycle est notée T_c (fig. 5). L'accélération, la vitesse de déplacement stabilisée, la décélération, la distance parcourue et le temps d'arrêt sont des paramètres dont l'opérateur peut maîtriser les valeurs en programmant l'automate.

A l'issue d'un essai, les échantillons de métal solidifiés sont extraits de la lingotière pour être examinés en surface à l'œil nu ou à l'aide d'un instrument optique à faible grossissement. Une préparation métallographique peut être faite pour examiner plus finement le profil de l'état de surface ainsi que la microstructure après une attaque appropriée. Pour cela,

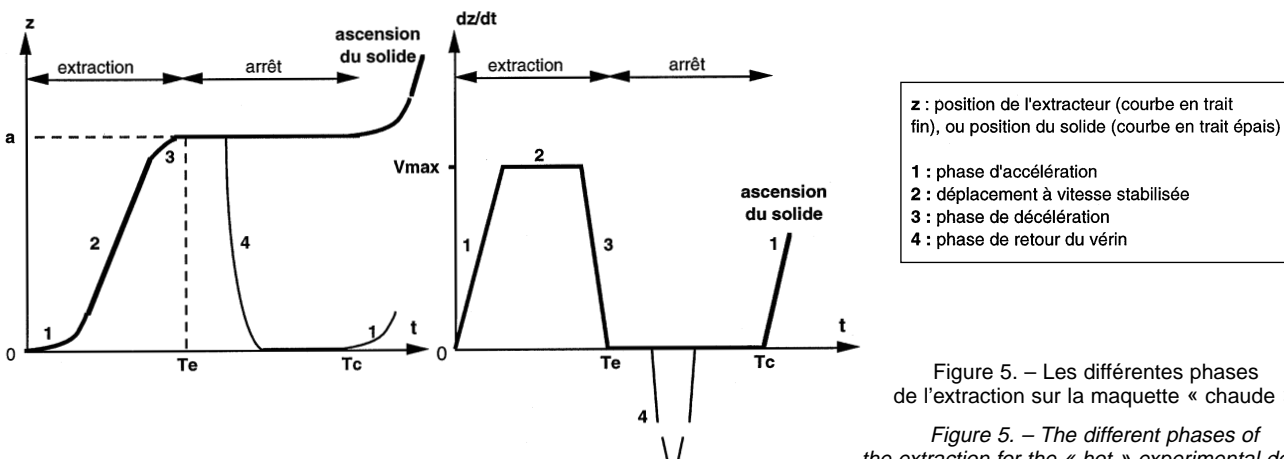


Figure 5. – Les différentes phases de l'extraction sur la maquette « chaude ».

Figure 5. – The different phases of the extraction for the « hot » experimental device.

les échantillons sont préparés en découpant une couronne cylindrique d'une hauteur de l'ordre de 6 ou 7 cm, c'est-à-dire contenant au minimum un pas entier : par exemple, un pas entier pour un essai réalisé avec une amplitude d'extraction de 45 mm ou 2 à 3 pas entiers pour une amplitude de 23,5 mm (fig. 6). Un morceau de cette couronne est ensuite prélevé, enrobé sous résine à froid et enfin poli tout d'abord à l'aide de disques abrasifs de granulométrie décroissante (180 à 1200), puis de feutres pulvérisés de poudre diamant (3 et 1 μm) pour la finition. Les échantillons ainsi préparés ont pu être examinés tels quels à l'œil nu ou au microscope optique (traces laissées par les défauts surfaciques) ou attaqués chimiquement (microstructure).

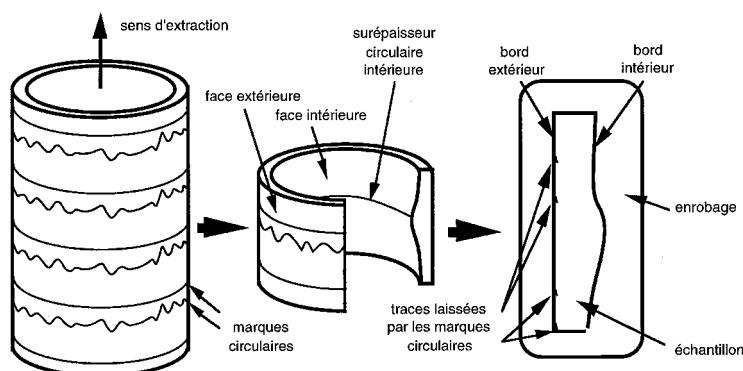


Figure 6. – Prélèvement et préparation métallographique des échantillons produits dans la maquette « chaude ».

Figure 6. – Sampling and metallographic preparation of the cast metal produced in the « hot » experimental device.

Les alliages solidifiés dans cette maquette chaude sont des fontes à base de fer. Dans la plupart des essais, nous avons utilisé une fonte de composition eutectique (4 % C - 1,8 % Si) traitée au magnésium pour obtenir une morphologie de graphite sphéroïdale (fonte GS). L'usage de la fonte permet de limiter le niveau de température du métal liquide ; l'obtention de la microstructure avec graphite sphéroïdal garantit une résistance mécanique suffisante de la peau solidifiée. Dans certains cas, nous n'avons pas inoculé cette fonte de façon à obtenir une structure eutectique lamellaire, dite de fonte blanche (eutectique austénite/cémentite), dont l'espacement interlamellaire peut fournir des indications sur les vitesses de solidification locales et instantanées. Pour les observations micrographiques, on a utilisé les réactifs suivants, classiques pour les fontes :

- Nital 4, solution aqueuse d'acide nitrique (4 %),
- Klemm, obtenu par dissolution de 1 à 2 g de métabisulfite de potassium dans 100 cm³ d'une solution aqueuse saturée de thiosulfate de sodium.

Le premier noircit la perlite, la ferrite et la cémentite massives restant blanches ; le second colore la ferrite, mettant ainsi en évidence les carbures Fe_3C après une première attaque au Nital.

Au cours de chaque essai, il est possible de procéder à une série de plusieurs mouvements successifs puisque le solide formé contre la paroi froide durant un cycle de tirage résiste suffisamment à l'effort de traction appliqué durant le cycle de tirage suivant. Les séries de tirages élémentaires ont été réalisées avec des vitesses instantanées de déplacement comprises entre 20 et 200 mm/s, sur une distance comprise entre 10 et 50 mm, suivant les cas.

Maquette froide

La maquette froide est composée d'une armature d'aluminium en forme de U enserrée entre deux parois transparentes parallèles en plexiglas, le tout constituant un récipient destiné à contenir l'alliage transparent liquide. A l'intérieur se trouve un patin plat mobile en acier qui peut être mis en mouvement au moyen d'un vérin piloté par un automate programmable (fig. 7).

L'armature en U est formée de deux parties creuses à section rectangulaire. L'une, refroidie par la circulation de glycol dont la température peut être descendue à -25°C , joue le rôle de la lingotière d'une machine de coulée continue. L'autre est parcourue par de l'eau chauffée à 60°C environ pour maintenir la substance transparente à l'état liquide. Les parois transparentes, disposées pour une observation latérale, sont chacune composées de deux vitres parallèles

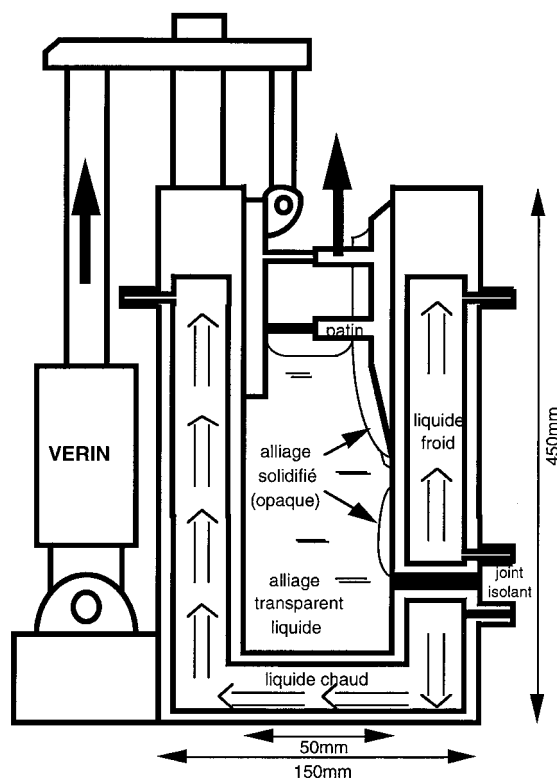


Figure 7. – Schéma de principe de la maquette « froide ».

Figure 7. – Scheme of the « cold » experimental device.

entre lesquelles circule de l'eau à une température d'environ 60°C également. Cette température, de quelques degrés supérieure au point de fusion de la substance utilisée, permet d'éviter une cristallisation de cette dernière contre les vitres intérieures qui serait préjudiciable à la bonne vision des phénomènes. La circulation et le maintien à une température prédéterminée de l'eau et du liquide de refroidissement sont assurés par deux thermo-cryostats Lauda, respectivement RCS (-30°C < T < 150°C) et RUK50 (-50°C < T < 100°C). Le patin, qui sépare initialement la paroi refroidissante de l'alliage transparent, sert en premier lieu à éviter le collage prématuré de ce dernier sur la paroi avant le tirage, pendant l'établissement des conditions initiales visées pour l'expérience proprement dite. Sa seconde fonction est d'assurer le déplacement, par rapport à la paroi refroidissante, du solide en cours de formation. Pour cela, il est mis en mouvement vers le haut sous l'action d'un vérin piloté par un automate programmable. Ce dernier permet de choisir la valeur de la vitesse stabilisée de déplacement (de 0,1 à 8 mm/s) et la distance parcourue à chaque tirage (de 1 à 200 mm).

Au début d'un essai, le patin mobile recouvre complètement la paroi refroidissante depuis le joint isolant (qui la sépare de la partie chauffée) jusqu'au-dessus du niveau du bain liquide prévu. Après remplissage de la lingotière, le liquide se solidifie sur toute la surface immergée du patin. Au bout de 5 min environ, l'épaississement de la croûte solide se ralentit considérablement. On procède alors à l'extraction, après avoir provoqué éventuellement un bref recul manuel pour décoller, sans le casser, le solide formé. Le vérin entraîne le patin vers le haut à la vitesse programmée et celui-ci découvre progressivement la paroi refroidie de la lingotière, l'exposant ainsi au contact du liquide qui se solidifie instantanément à sa surface. Les premiers essais ont montré que le solide formé au cours du premier cycle de tirage restait collé à la paroi froide et cassait au début du tirage suivant à cause de la mauvaise résistance à la traction des substances utilisées. Nous n'avons donc pas procédé à une série d'extractions mais à un seul tirage à chaque fois ; les expériences ont été faites sur une distance parcourue de 100 ou 150 mm, ce qui s'est révélé suffisant pour suivre assez longtemps le déroulement de la solidification en cours de tirage.

A la fin du tirage, plusieurs minutes sont nécessaires pour permettre une consolidation suffisante de la soudure par épaississement général. A l'issue de la vidange complète du liquide restant, il suffit de retirer une des deux plaques transparentes pour pouvoir extraire le morceau d'alliage solide. Celui-ci peut ensuite être observé à l'œil nu ou à la loupe binoculaire. Par contre, du fait de sa faible résistance mécanique, ce solide ne peut guère être manipulé, découpé et poli, par exemple pour un examen plus approfondi du profil extérieur.

Les corps dont on a étudié le comportement en solidification dans la maquette froide ont été du succinonitrile pur à 99 % (température de fusion $T_f = 58^\circ\text{C}$) et de l'acide stéarique ($T_f = 54^\circ\text{C}$). L'intérêt de ces substances réside dans le fait qu'elles sont transparentes à l'état liquide et deviennent opaques en passant à l'état solide, ce qui permet de suivre

visuellement le déroulement de la solidification *in situ*. Elles ont été utilisées par de nombreux chercheurs pour simuler la solidification des métaux. Le succinonitrile, pur ou allié, présente en sus l'avantage de se comporter de manière semblable à celle des alliages métalliques du point de vue de la cristallisation, avec notamment une microstructure de solidification de type dendritique (15).

Pour l'ensemble des expériences de simulation, nous avons fait varier la vitesse de tirage de 0,1 à 8 mm/s et la température du circuit de refroidissement de +5°C à -25°C. Pendant les expériences, le déroulement de la solidification sur la paroi froide a été suivi à l'œil nu et photographié. Après les expériences, les morceaux d'alliage organique ont été recueillis pour examen à l'œil nu et à la loupe binoculaire.

■ ÉTAT DE SURFACE DES ÉCHANTILLONS SOLIDIFIÉS

Maquette chaude

Les échantillons présentent des marques circulaires sur leur surface externe (fig. 8). Celles-ci sont de deux types différents :

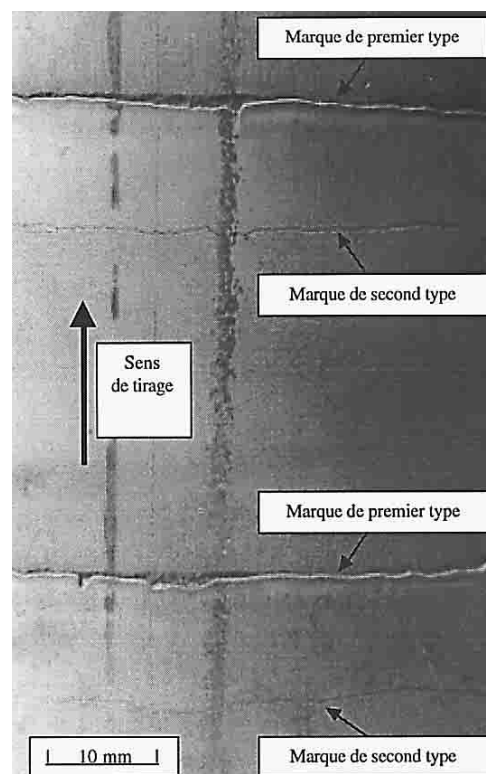


Figure 8. – Les deux types de marques observées à la surface d'un morceau de fonte solidifiée dans la maquette « chaude » à une vitesse de tirage supérieure à 50 mm/s.

Figure 8. – The two different types of mark on the outer surface of a cast iron sample obtained with an extraction speed higher than 50 mm/s.

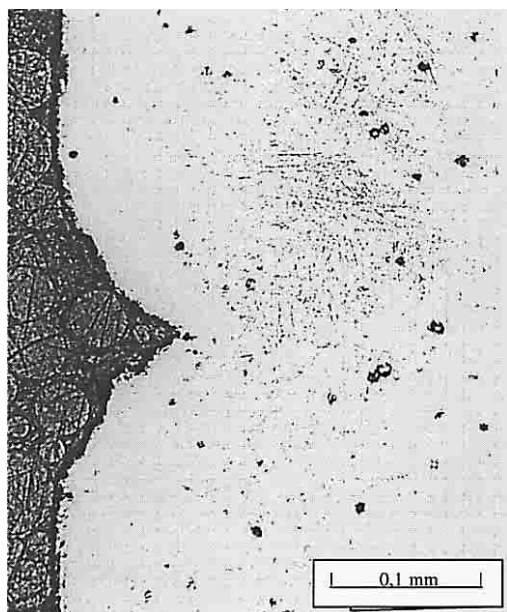


Figure 9. – Profil de la marque de second type (ou ride principale) le plus courant.

Figure 9. – The most frequent profile for the mark of the second type (or main corrugation).

- celles du premier type sont assez marquées et tracent un cercle régulier autour du tube ;
- celles du second type sont plus discrètes mais aussi plus accidentées ; leur profil en dents de scie se répète de marque en marque le long d'une même génératrice du tube.

L'espacement entre deux marques consécutives d'un même type correspondant à l'amplitude programmée pour l'essai considéré, il est vite apparu que deux marques voisines de

type différent se formaient pendant un même cycle d'extraction, les suivantes se formant de la même façon au cours des cycles suivants. Les marques d'un même type devaient résulter alors de la répétition de cycle en cycle d'un même phénomène. Pour ce qui est de la position relative de deux marques successives de type différent, il est apparu que, dans ces essais où l'extraction se fait du bas vers le haut, la marque du second type était généralement plus proche de la marque de premier type située au-dessus que de celle située au-dessous (fig. 6 et 8). L'allure des marques du premier type laisse à penser qu'il s'agit des marques laissées par le joint d'isolation thermique de la maquette chaude, et nous les nommerons aussi « marques de joint ».

Sur le bord externe des échantillons préparés, les marques circulaires se présentent comme des petites traces, la plupart du temps visibles à l'œil nu. Celles-ci peuvent être également facilement observées au microscope optique. L'examen en coupe des échantillons de fonte permet de voir le profil des marques. Les marques de premier type (les « marques de joint ») ont généralement une allure de voûte et peuvent s'étendre verticalement jusqu'au millimètre, pour des profondeurs de l'ordre de la centaine de micromètres. Les profils des marques de second type sont très divers, le plus fréquemment observé étant celui illustré par la figure 9. La profondeur d'une marque présentant un tel profil peut varier dans l'intervalle 50-300 μm pour les échantillons observés, tout comme la hauteur sur laquelle elle s'étend.

La description précédente vaut pour les échantillons obtenus avec une vitesse de tirage supérieure à 50 mm/s. Pour des vitesses de tirage plus faibles, les reliefs de surface sont différents. On commence à deviner un fin réseau de marques légères, appelées aussi « rides », couvrant la surface extérieure de l'échantillon (fig. 10a). Celles-ci paraissent d'autant plus marquées et espacées que la vitesse de tirage est lente. Par exemple, si la vitesse de tirage est réduite de 40 à 20 mm/s, leur profondeur augmente de 10 à

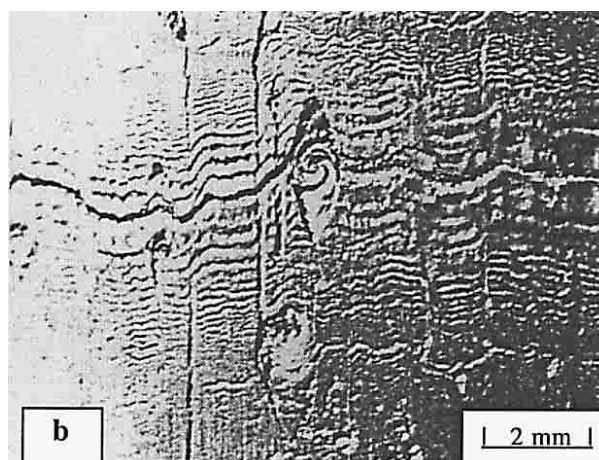
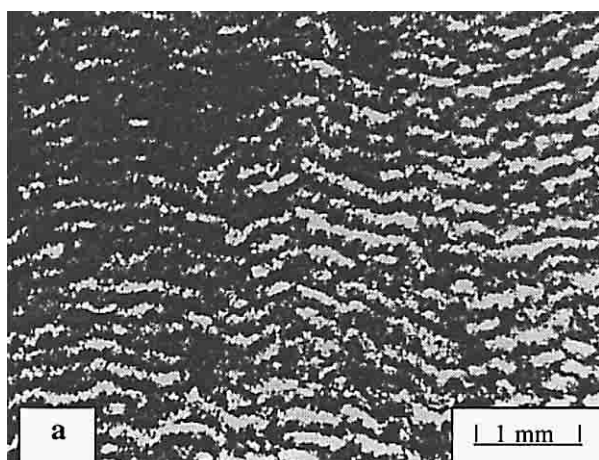


Figure 10. – Rides (a) et vortex (b) observés à la surface de certains morceaux de fonte obtenus avec des vitesses de tirage inférieures à 50 mm/s.

Figure 10. – Corrugations (a) and vortices (b) on the outer surface of a cast iron sample obtained with an extraction speed smaller than 50 mm/s.

20 µm. Parmi ces rides, il en existe une particulièrement prononcée située à mi-distance des deux marques de joint qui l'encadrent. Par ses caractéristiques géométriques, cette « ride principale » semble de même nature que la marque de second type précédemment signalée. Aussi nommerons-nous aussi « ride principale » cette marque de second type, quelle que soit la vitesse de tirage, faible ou élevée.

On remarque également, à la surface des morceaux tirés à des vitesses inférieures à 50 mm/s, la présence de figures ressemblant à des tourbillons (fig. 10b). Ces figures, que nous avons nommées « vortex », ont une taille qui varie de moins d'un millimètre jusqu'au centimètre. Les vortex peuvent présenter plusieurs aspects au dos d'un même morceau de fonte. Ils peuvent rester entiers et chevauchent alors la ride principale. Ils peuvent aussi se décomposer en deux parties situées de part et d'autre de cette ride principale, en demeurant toutefois sur la même verticale. Il s'avère que le nombre et la régularité de ces curieuses déformations cutanées dépendent de la vitesse de tirage. Celles-ci se trouvent être en effet d'autant plus nombreuses et d'une forme d'autant plus pure que la vitesse de tirage est lente.

Maquette froide

L'examen visuel du dos des morceaux de succinonitrile solide révèle la présence de différents types de marques (fig. 11 et 12). Nous retrouvons des rides, plus ou moins régulières, profondes et espacées, qui recouvrent intégralement le dos des échantillons. L'une d'entre elles est plus accentuée que les autres, et comme elle est située à peu près au milieu du morceau solidifié, il est naturel de l'assimiler à la ride principale des échantillons de fonte obtenus avec la maquette chaude pour les plus basses vitesses de

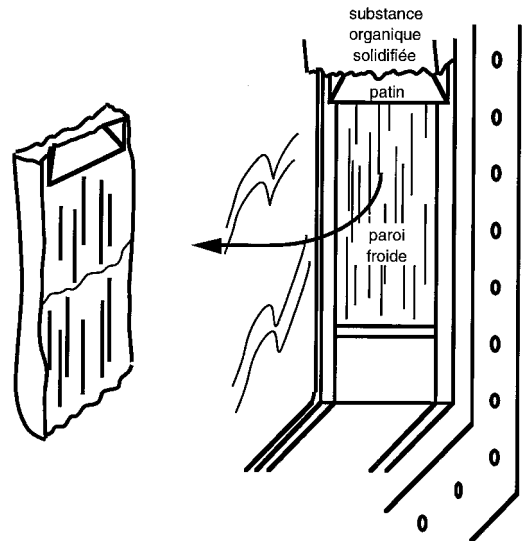


Figure 11. – Prélèvement d'un morceau de succinonitrile ou d'acide stéarique solidifié dans la maquette froide.

Figure 11. – Sampling a solidified organic compound skin in the « cold » experimental device.

tirage. Les rides situées d'un côté de la ride principale paraissent avoir les mêmes régularité, espacement et profondeur que celles situées de l'autre côté.

Nous pouvons aussi rencontrer un réseau de « stries », lignes verticales proéminentes alternant avec des lignes verticales creuses. Elles sont alors présentes des deux côtés de la ride principale, avec des caractéristiques de finesse et de profondeur similaires.

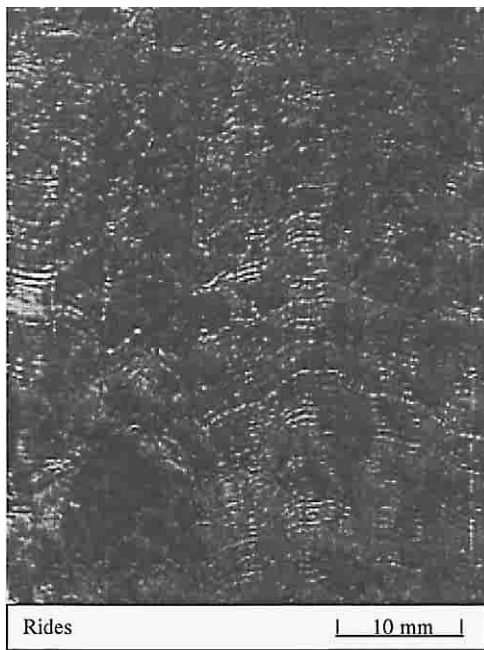


Figure 12. – Succinonitrile : rides (à gauche), stries et vortex (à droite).

Figure 12. – Succinonitrile : corrugations (on the left), fibres and vortices (on the right).

Enfin, nous avons aussi observé des reliefs analogues aux « vortex » décrits à propos de la fonte. Ils sont en moyenne de plus grande taille que dans le cas des échantillons de fonte, leur diamètre pouvant varier de 3 à 15 mm au dos d'un même morceau de succinonitrile solide. Ces vortex se situent généralement en dessous de la ride principale, en regard d'une trace correspondante laissée sur la même génératrice au-dessus de cette même ride principale. Il peut arriver aussi qu'un vortex se trouve centré sur la ride principale.

Très rarement les rides, stries et vortex précédemment décrits se trouvent réunis au dos d'un même morceau de succinonitrile solide. On peut, à quelques exceptions près, partager l'ensemble des solides obtenus en deux populations :

- ceux dont la surface est recouverte de stries verticales avec ou non présence de vortex ;
- ceux dont la surface est exempte des défauts précédents et présente au contraire une succession de rides horizontales à intervalles réguliers.

L'influence de la vitesse de tirage a été étudiée dans le cas du succinonitrile, la température du glycol parcourant le circuit de refroidissement étant maintenue à -25°C . Huit vitesses de tirage différentes ont été pratiquées. Elles couvrent la totalité de l'intervalle des valeurs permises par l'automate : de 0,1 à 8 mm/s. A 0,1 mm/s, le bord extérieur du solide est d'un aspect très rugueux qui lui est conféré par des stries longitudinales particulièrement grossières (caractère fibreux très marqué), avec présence d'un vortex bien formé. Si la vitesse de tirage est plus grande, les stries s'affinent tandis que les vortex – toujours présents – sont moins réguliers. Stries et vortex ne sont plus visibles lorsque la

vitesse de tirage atteint ou excède 4 mm/s. Ils sont alors remplacés par un réseau de rides transversales qui prennent forme et deviennent de plus en plus régulières, avec une profondeur et un espacement de plus en plus petits, ce dernier restant toutefois de l'ordre du demi-millimètre.

Dans le cas du succinonitrile, on a également étudié l'influence d'un deuxième paramètre opératoire : la température du circuit froid, que l'on a fait varier de -25°C à $+5^{\circ}\text{C}$ par incrément de 10°C , la vitesse de tirage étant maintenue égale à 1 mm/s. A -25°C , le solide obtenu avec une vitesse de 1 mm/s est dépourvu de rides, mais il est sillonné verticalement de stries assez fines parfois entrecoupées par un vortex bien formé. Lorsque la température est de plus en plus élevée, les stries disparaissent progressivement et les vortex deviennent difformes puis disparaissent aussi. Simultanément, des rides horizontales apparaissent dont l'espacement diminue lorsqu'on continue à augmenter la température de la paroi froide.

Les quelques coulées au cours desquelles on a utilisé de l'acide stéarique ont été effectuées avec quatre vitesses différentes : 1, 2, 4 et 8 mm/s. Si le comportement de solidification de cette substance en coulée paraît globalement analogue à celui du succinonitrile, le solide formé présente une surface d'aspect un peu différent (fig. 13). Les stries longitudinales – sensiblement plus grossières que pour le succinonitrile – sont toujours présentes et leur finesse, variable ici aussi, n'évolue pas de façon monotone avec la vitesse de tirage. Par ailleurs, aucun vortex n'a été observé au dos des différents morceaux d'acide stéarique solide, même dans le cas de ceux ne montrant que des stries. A 4 mm/s, les rides transverses commencent à apparaître ; elles deviennent plus visibles à 8 mm/s quoique toujours

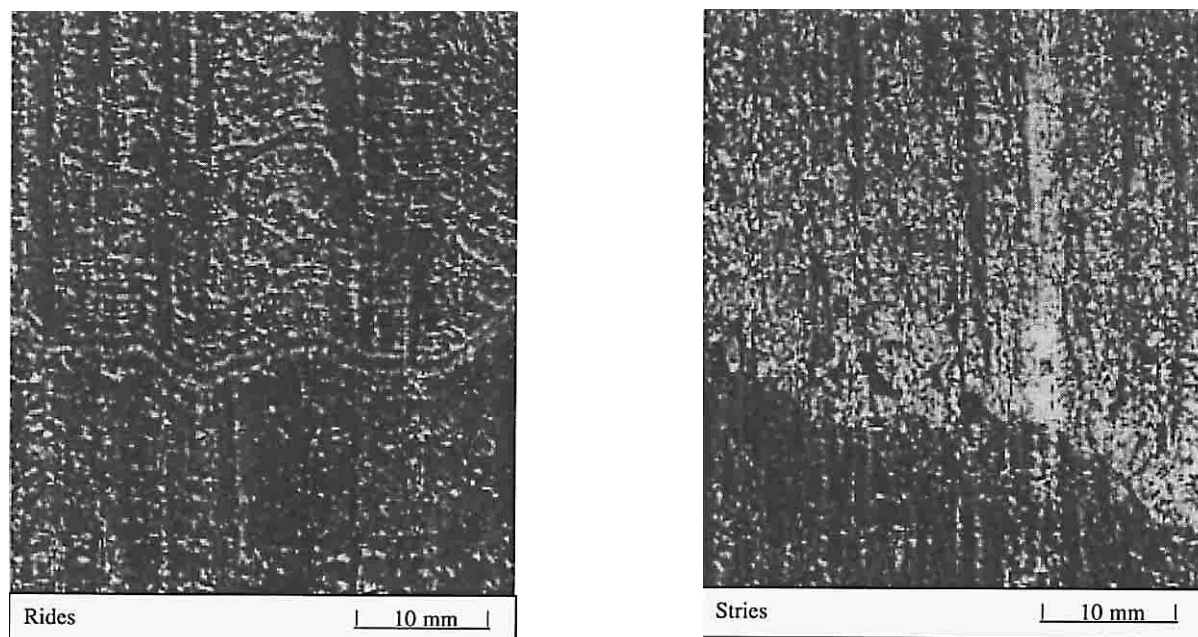


Figure 13. – Acide stéarique : rides et stries (ride principale visible à mi-hauteur).

Figure 13. – Stearic acid : corrugations and fibres (with the main corrugation in the middle).

légèrement dissimulées par le réseau de stries. A l'œil nu, leur aspect est différent de celui des rides observées sur le succinonitrile. Ici les rides paraissent davantage saccadées.

■ MICROSTRUCTURE DES ÉCHANTILLONS DE FONTE

Dans la mesure où il est impossible d'observer *in situ* le déroulement de la solidification des fontes, il est très important de recueillir toutes les observations métallographiques *post mortem* susceptibles de permettre d'aider à reconstituer, à partir de l'examen du métal solidifié, les phénomènes élémentaires en jeu à petite échelle pendant la solidification.

L'examen à l'œil nu de la surface d'un échantillon métallographique préparé par coupe axiale, polissage et attaque au Nital 4 % (fig. 6), permet de se rendre compte qu'un échantillon obtenu avec la maquette chaude ne présente pas une structure homogène. On peut en effet deviner, sur la coupe métallographique, un réseau de lignes séparant des zones surfaciques de teintes de gris différentes. La ligne la plus

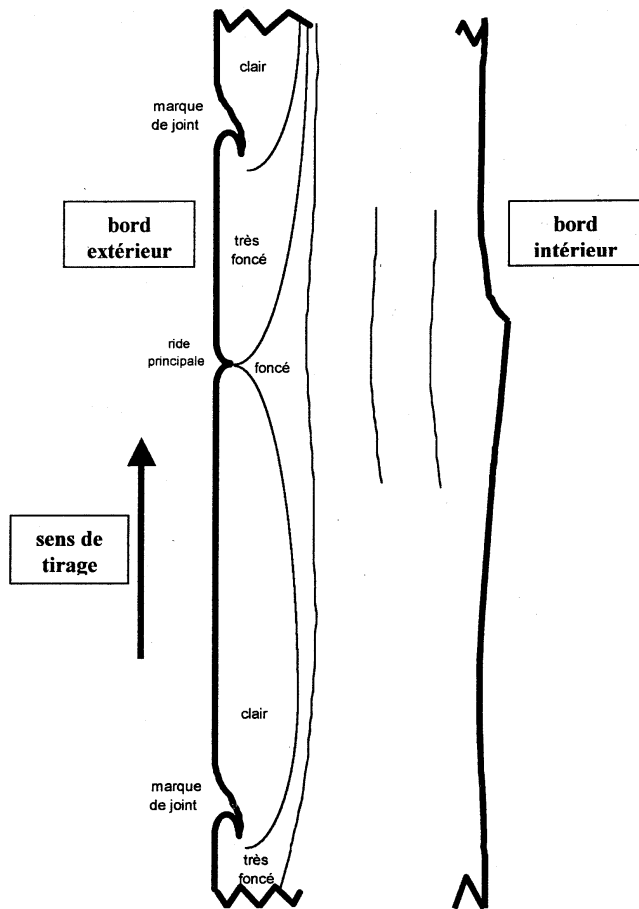


Figure 14. – Aspect macroscopique sur coupe métallographique après attaque au Nital à 4 % des échantillons de la maquette « chaude ».

Figure 14. – Macroscopic aspect of the longitudinal section of a cast iron sample after etching (Nital 4 %).

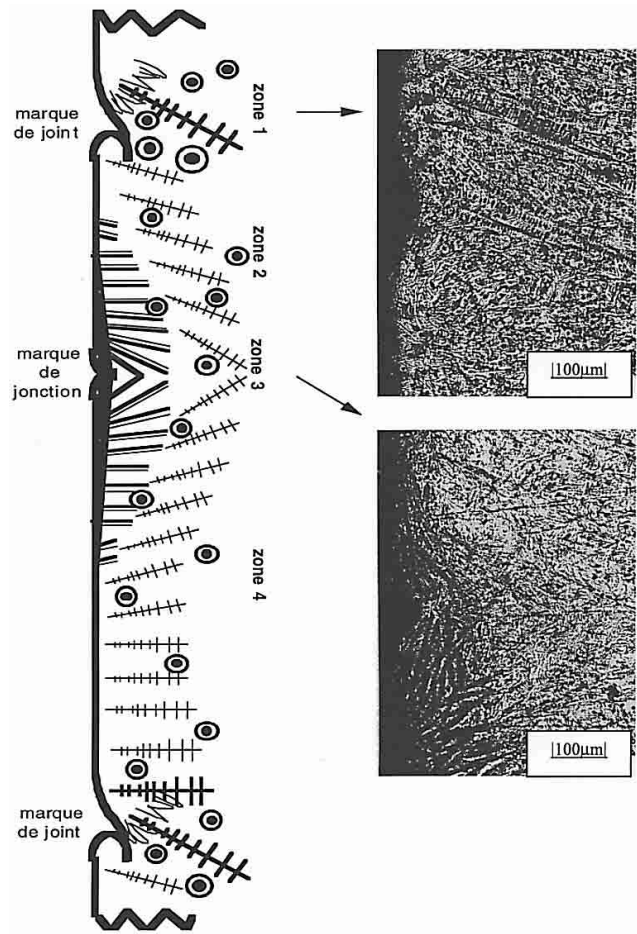


Figure 15. – Schéma et micrographies représentant l'évolution microstructurale de la peau dans la maquette chaude.

Figure 15. – Schematic drawing and photographs illustrating the microstructural evolution of the newly formed skin.

visible est une ligne partant de la trace laissée par la marque de premier type, ou marque de joint, et montant en s'éloignant progressivement du bord externe (fig. 14). Elle délimite une zone surfacique particulièrement claire, dont l'épaisseur laisse à penser qu'il s'agit de la première couche solidifiée, qui s'étend le long du bord externe à partir de chaque marque de joint. L'épaisseur en question est égale à l'épaisseur totale de l'échantillon divisée par le nombre de cycles d'extraction nécessaires pour le sortir du bain de fonte liquide. Dans le cas d'échantillons dont la microstructure est à dominante cémentite-lédéburite, il apparaît au microscope optique à faible grossissement que le contraste entre la première couche et le reste de l'épaisseur provient d'une différence de microstructure. La première couche est composée d'aiguilles de cémentite grossières, de fines dendrites d'austénite perlitisée et de petits nodules de graphite, tandis qu'on trouve, au-delà (en restant au voisinage de la marque de premier type), de grandes dendrites et de gros nodules enrobés d'une coquille de ferrite sur un fond de cémentite très fine.

A plus fort grossissement, en déplaçant le point d'observation le long du bord externe, la microstructure de la peau évolue pratiquement toujours de la même façon d'une marque de joint à la suivante, et ce indépendamment de la vitesse de tirage pratiquée. Nous pouvons la décrire en distinguant quatre zones principales (fig. 15) :

Zone 1 : au voisinage de la marque de joint supérieure, on trouve des aiguilles de cémentite et, plus loin, de gros nodules de graphite et des dendrites d'austénite perlitisée grossières, toutes inclinées vers le bas et se détachant sur un fond de cristaux de cémentite beaucoup plus fins ;

Zone 2 : vers le bas (c'est-à-dire en sens contraire du tirage), la microstructure devient assez brutalement plus fine ; elle est composée au départ de cémentite, de petits nodules et de fines dendrites légèrement penchées vers le bas. Plus loin, une couche superficielle de fine perlite apparaît dont l'épaisseur va en augmentant ; au même niveau apparaissent des épis lédéburitiques formant un réseau de plus en plus dense ; nodules et dendrites se retrouvent plus loin dans l'épaisseur ;

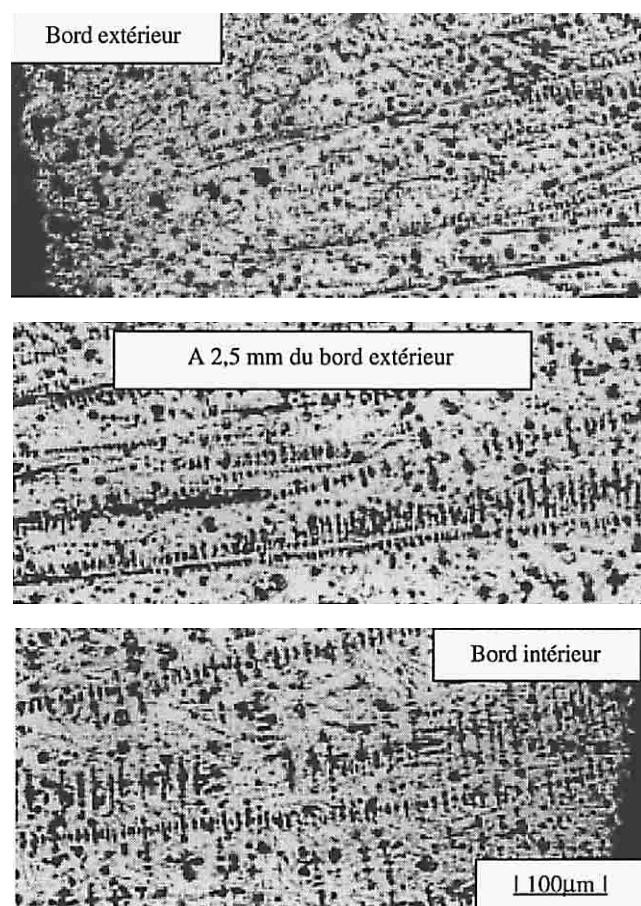


Figure 16. – Evolution de la taille des dendrites dans l'épaisseur : au bord extérieur (peau), à 2,5 mm du bord extérieur et au bord intérieur.

Figure 16. – Evolution of the dendrite size from the outer side (skin) to the inner side.

Zone 3 : à l'approche de la ride principale, l'inclinaison vers le bas des épis lédéburitiques et des dendrites est fortement accentuée ; au passage de la ride principale, l'orientation microstructurale s'inverse brusquement : épis lédéburitiques et dendrites se retrouvent alors nettement orientés vers le haut ;

Zone 4 : plus loin de la ride principale, épis et dendrites redeviennent horizontaux ; la couche de perlite fine superficielle et le domaine lédéburitique s'estompent puis disparaissent tandis que nodules et dendrites reviennent vers le bord externe ; à l'approche de la marque de joint inférieure, les dendrites grossissent et s'orientent nettement vers le bas.

Quand on déplace la ligne d'observation vers l'intérieur de l'échantillon de fonte, l'évolution longitudinale de la microstructure, précédemment décrite pour une ligne proche de la surface externe, devient de moins en moins nette. La microstructure n'évolue plus que dans l'épaisseur, c'est-à-dire dans la direction radiale. Dans le cas d'une fonte normalement inoculée, la taille des dendrites d'austénite et des sphères eutectiques augmente du bord externe au bord interne de l'échantillon de métal, traduisant un ralentissement progressif de la solidification (fig. 16). Dans le cas d'une fonte non inoculée, c'est l'eutectique blanc qui devient de plus en plus grossier, avec notamment un espacement lamellaire croissant des lamelles d'austénite et de cémentite (fig. 17), témoin lui aussi d'une solidification de plus en plus lente.

■ DISCUSSION - CONCLUSION

Dans le cas de la coulée continue verticale classique et de la coulée statique, on peut faire appel au concept de solidification partielle du ménisque de la surface libre du métal liquide pour expliquer la formation des marques superficielles sur les produits coulés. Dans le cas des demi-produits de coulée continue horizontale ou verticale en charge, la présence de certaines marques sur la surface externe n'a toujours pas trouvé d'explication simple et claire à ce jour. En effet, dans le cas de la coulée horizontale par exemple, la solidification initiale contre la lingotière refroidie conduisant à la formation de la peau se déroule loin de la surface libre du métal liquide, donc *a priori* loin de tout ménisque.

Pour aider à connaître les phénomènes élémentaires concourant à la formation de ces marques, nous avons conçu et utilisé deux dispositifs expérimentaux complémentaires : d'une part pour reproduire à volonté les marques en question sur des produits métalliques, d'autre part pour observer en cours de solidification le développement des phénomènes aboutissant à ces marques à l'aide d'alliages transparents à bas point de fusion.

Dans les conditions habituelles de production des procédés de coulée continue sans solidification au ménisque de type « coulée continue horizontale », la première marque (qualifiée de « marque de premier type » dans ce texte et sur la

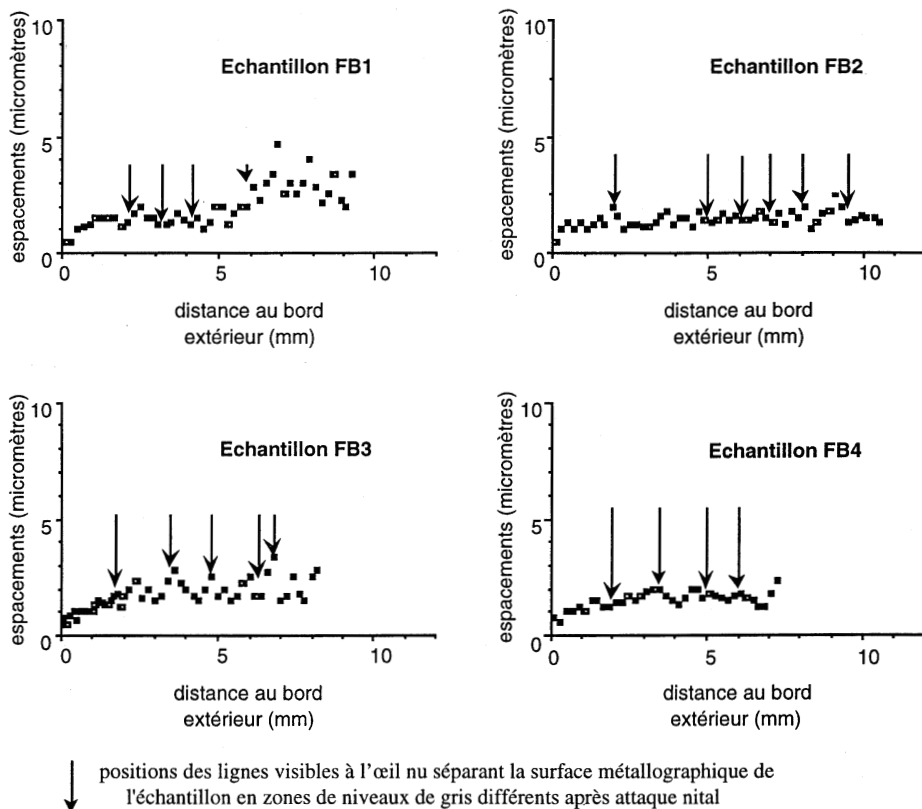


Figure 17. – Evolution de l'espacement interlamellaire de la lédéburite dans l'épaisseur.

Figure 17. – Evolution of the interlamellar spacing of the white eutectic from the outer side (skin) to the inner side.

figure 1) est évidemment étroitement associée à des phénomènes localisés à la limite entre lingotière refroidie et joint thermiquement isolant. Les caractéristiques de cette marque sont donc liées en grande partie à la géométrie de la lingotière et du joint isolant. Les caractères de la marque dite « de second type » sont moins nettement définis et son origine moins bien connue ; c'est donc sur ce second type de marque que notre effort a porté.

Grâce à un dispositif de coulée verticale avec mouvement d'extraction du bas vers le haut, appelé « maquette chaude » parce qu'il permet de travailler avec de la fonte, il a été possible de trouver des conditions d'essai pour lesquelles l'état de surface des échantillons produits présentaient des marques semblables aux marques de second type des produits industriels : il s'agit de conditions d'essai à vitesse de tirage élevée, c'est-à-dire égale ou supérieure à 50 mm/s. Ces marques sont aussi appelées ici « rides principales » par référence à des observations faites pour des vitesses de tirage faible. En effet, quand la vitesse de tirage est suffisamment réduite, il est permis d'observer l'apparition de marques légères de part et d'autre de la marque de second type ; les marques légères ont été qualifiées de « rides » et la plus nette d'entre elles, la marque de second type, a donc été qualifiée de ride principale.

Il a été également possible d'observer la microstructure du métal brut de coulée sur des sections métallographiques longitudinales coupant la surface externe des échantillons produits. On note une plus grande proportion de perlite près des marques de second type que près des marques de premier type. De plus, on peut noter une nette et brutale modification de l'orientation des dendrites au passage des marques de second type. Toutes ces observations ont été exploitées pour proposer un mécanisme de formation de ces marques (14).

Le dispositif appelé « maquette froide » a permis de produire à volonté des échantillons de substance organique dont la surface extérieure présente les mêmes caractères que les échantillons de fonte autour de la marque de second type (ou ride principale) : des stries verticales avec quelques vortex à faible vitesse de tirage et des rides horizontales à grande vitesse de tirage. Il nous a permis, de plus, d'observer la formation de cette marque *in situ*, en cours de solidification.

La similitude des marques produites en laboratoire et des marques observées sur produit industriel étant ainsi établie, il a été possible d'étudier plus finement et quantitativement la formation des marques, en particulier des marques dites de second type sur produit industriel. Les résultats de l'étude fine sont présentés dans un deuxième article.

Remerciements

Les résultats présentés ici ont été obtenus au cours des travaux de thèse de Monsieur Patrice Berthod réalisés dans le cadre de la convention CIFRE N° 150/89 intitulée « Étude des mécanismes de solidification de pièces minces en fonte à graphite sphéroïdal obtenues par un processus de solidification pas à pas ». Les auteurs remercient la Société Pont-à-Mousson pour le financement de l'étude et l'autorisation de publication.

bibliographie

- (1) HEINKE (R.), HENTRICH (R.), BUCH (M.), ROLLER (E.). – Solidification phenomena during horizontal continuous casting with oscillating mould. *Trans. ISI*, 25 (1985), p. 142-148
- (2) SINGH (S.N.), BLAZEK (K.E.). – Heat transfer and skin formation in a continuous-casting mold as a function of steel carbon content. *J. Metals*, 26 (1974), p. 17-27.

- (3) THORNTON (D.R.). – An investigation of the function of ingot mould dressings. **J.I.S.I.** (1956), p. 300-315.
- (4) SAVAGE (J.). – A new reciprocating mould cycle to improve surface quality of continuously cast steel. **Iron & Coal**, 14 (April 1961), p. 787-795.
- (5) TOMONO (H.). – Elements of oscillation mark formation and their effect on transverse fine cracks in continuous casting of steel. Thèse n° 330, E.P.F.L., Lausanne (1979).
- (6) TOMONO (H.), KURZ (W.), HEINEMANN (W.). – The liquid steel meniscus in moulds and its relevance to the surface quality of castings. **Metall. Trans.**, 12B (1981), p. 965-971.
- (7) TOMONO (H.), ACKERMANN (P.), KURZ (W.), HEINEMANN (W.). – Elements of surface mark formation in continuous casting of steel. Solidification technology in the foundry and casthouse. The Metals Society, London (1983), p. 524-531.
- (8) RIBOUD (P.V.), LARRECQ (M.). – Lubrification et transferts de chaleur dans la lingotière de coulée continue. **Revue de Métallurgie-CIT**, 78, n° 1 (1981), p. 29-45.
- (9) SAUCEDO (I.), BEECH (J.), DAVIES (G.J.). – Heat transfer and solidification kinetics in meniscus zone during casting. **Metals Technology**, 9 (1982), p. 282-291.
- (10) LIMA (J.E.R.), BRIMACOMBE (J.K.), SAMARASEKARA (I.V.). – Mould heat transfer and solidification during horizontal continuous casting. **Ironmaking and Steelmaking**, 18, 2 (1991), p. 114-127.
- (11) M'HAMDI (M.), LESOULT (G.), PERRIN (E.), JOLIVET (J.M.). – Modelling of solidification in a meniscus free continuous casting. **ISIJ International**, 36 (1996), Supplement p. S197-S200.
- (12) COURBE (P.), NAVEAU (P.), WILMOTTE (S.), JOLIVET (J.M.), PERRIN (E.), SPIQUEL (J.), LESOULT (G.), M'HAMDI (M.). – Coulée continue avec solidification sous le ménisque : résultats métallurgiques et modélisation de la solidification. **La Revue de Métallurgie-CIT**, 93, n° 1 (1996), p. 75-82.
- (13) BERTHOD (P.). – Etude des mécanismes de solidification de pièces minces en fonte à graphite sphéroïdal obtenues par un processus de solidification pas à pas. Thèse de Doctorat INPL, Nancy (1993).
- (14) BERTHOD (P.), LESOULT (G.). – Etude de la formation de la peau en coulée continue sans solidification au ménisque. II. Mécanisme de formation des marques. Soumis pour publication à **Revue de Métallurgie-CIT/SGM** (2000).
- (15) JACKSON (K.A.), HUNT (J.D.). – Transparent compounds that freeze like metals. **Acta Met.**, 13 (1965), p. 1212-1215.