



HAL
open science

Influence de la convection sur la taille de grains de solidification d'alliages industriels d'aluminium

Philippe Desnain

► **To cite this version:**

Philippe Desnain. Influence de la convection sur la taille de grains de solidification d'alliages industriels d'aluminium. Electromagnétisme. INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE, 1989. Français. NNT: . tel-01338778

HAL Id: tel-01338778

<https://hal.science/tel-01338778v1>

Submitted on 29 Jun 2016

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.

THESE

présentée par

Philippe DESNAIN

Pour obtenir le titre de

**DOCTEUR
DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE**

(Arrêté ministériel de 5 juillet 1984)

Spécialité :

**INFLUENCE DE LA CONVECTION
SUR LA TAILLE DE GRAINS DE SOLIDIFICATION D'ALLIAGES
INDUSTRIELS D'ALUMINIUM**

Date de soutenance : 9 janvier 1989

Composition du Jury :

M. P. GUYOT	Président
M. P. DESRE	Rapporteur
M. W. KURZ	Rapporteur
M. J. L MEYER	Rapporteur
M. F. DURAND	Examineur
M. Y. FAUTRELLE	Examineur

SOMMAIRE

	Page
CHAPITRE 1 - POSITION DU PROBLEME	1
CHAPITRE 2 - TECHNIQUES EXPERIMENTALES	5
2.1 - Dispositif expérimental	5
2.1.1 - Introduction	5
2.1.2 - Description du dispositif	7
2.1.2.1 - Caractéristiques de la lingotière	7
2.1.2.2 - Technique du brassage	7
2.2 - Le système d'acquisition de température	8
2.2.1 - Les thermocouples	9
2.2.2 - Le système d'acquisition	11
2.2.3 - Calibrage et étalonnage des thermocouples	11
2.2.3.1 - Procédure de calibrage	11
2.2.3.2 - Etalonnage des thermocouples	13
2.3 - Techniques macrographiques et micrographiques	14
2.3.1 - Macrographies	15
2.3.2 - Micrographies	16
2.3.3 - Mesures de la taille de grains par la méthode des intercepts	17
2.3.4 - Mesure de la taille de grain par l'analyse d'images	17
2.4 - Alliages étudiés	17
2.5 - Procédure expérimentale	17
2.6 - Observations sur la surface libre en cours de solidification	18
CHAPITRE 3 - MACRO ET MICRO STRUCTURES DE SOLIDIFICATION	23
3.1 - Description générale	23
3.2 - Structure du lingot 5182 brassé à 600 Ampères	23
3.3 - Lingot 5182 solidifié en convection naturelle	24
3.4 - Lingot 1050 brassé à 350 A	24

3.5 - Lingot 1050 brassé à 600 A	25
3.6 - La zone colonnaire	25
3.7 - Retassure - porosité	26
3.8 - Résultats concernant la taille de grains équiaxes	26
3.8.1 - Résultats obtenus par analyse d'image	27
3.8.2 - Influence du brassage d'après les résultats d'analyse d'image	35
3.8.3 - Influence du brassage d'après les résultats de la méthode des intercepts	36
3.8.4 - Comparaison des deux méthodes	38
3.8.5 - Influence de la composition sur la taille de grain	38
CHAPITRE 4 - COURBES DE REFROIDISSEMENT	39
4.1 - Allure générale d'un thermogramme	39
4.2 - Analyse d'une courbe typique de refroidissement du métal liquide brassé	41
4.3 - Courbes de refroidissement d'un lingot 5182 brassé à 600 A	45
4.4 - Courbes de refroidissement d'un lingot 5182 en convection naturelle	49
4.5 - Effet du brassage sur les courbes de refroidissement du liquide	49
4.5.1 - Cas de l'alliage 5182-2	49
4.5.2 - Les fluctuations de température	51
4.6 - Effet de la composition sur les courbes de refroidissement.....	51
4.7 - Les recalescences	52
4.8 - Le pseudo-plateau et le refroidissement du solide	59
4.8.1 - Le pseudo-plateau	59
4.8.2 - Comportement du pseudo-plateau	59
4.8.3 - Le refroidissement du solide	60
CHAPITRE 5 - MODELE DE NUCLEATION ET CROISSANCE DES GRAINS DANS LES ALLIAGES MULTICONSTITUES BRASSES	61
5.1 - Généralités	61

5.2 - Le modèle Maxwell-Hellawell	61
5.3 - Prise en compte de l'effet de brassage	64
5.3.1 - Relation entre l'intensité I et les grandeurs turbulentes du brassage	65
5.3.2 - Cinétique de refroidissement du métal liquide	69
5.4 - Croissance équiaxe d'un alliage multiconstitué brassé	70
5.4.1 - Représentation de l'équilibre solide-liquide	70
5.4.2 - Echanges de solutés résultant de la croissance	70
5.4.3 - Expression de la surfusion	72
5.4.4 - Fonctionnement de l'algorithme	74
5.5 - Evaluation de la température du liquidus des alliages	74
5.6 - Résultats généraux du modèle	75
5.7 - Influence et choix des paramètres principaux	78
5.7.1 - Influence et choix de l'angle θ	78
5.7.2 - Influence du pas de temps	78
5.7.3 - Influence et choix de Q_0	78
5.7.4 - Influence de $T_Q - T_{fr}$	79
5.8 - Influence de l'intensité de brassage	81
5.9 - Influence de la composition de l'alliage	81
5.10 - Influence d'additions de titane	82

**CHAPITRE 6 - DISCUSSION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX A L'AIDE
DE CEUX DU MODELE** 84

6.1 - Macrographie et recalescences de l'alliage 1050	84
6.2 - Comparaison entre les alliages 1050 et 5182 brassés à 350 A	84
6.3 - Existence du cone de sédimentation	86
6.4 - Forme du front solide-liquide à un instant donné	86
6.5 - Surface d'échanges thermiques au front solide-liquide	88
6.5.1 - Rugosité du front solide-liquide	90
6.5.2 - Arrachement et refusion de fragments dendritiques	90
6.5.3 - Nucléation, transport et refusion entre le front et le bain	91
6.6 - Recalescence et taille de grains	92
6.7 - Influence de la composition sur la taille de grains	93
6.8 - Influence d'addition de titane	95

CONCLUSION 96

ANNEXE A - Liste des symboles	98
ANNEXE B - Composition des alliages, paramètre FT_{MH} et température de liquidus	101
ANNEXE C - Pente du liquidus (m_j), coefficient de partition (k_j) et coefficient de diffusion des solutés j dans Al	102
ANNEXE D - Constantes physiques relatives à Al pur	103
ANNEXE E - Caractéristiques des thermogrammes	104
ANNEXE F - Effet de No pour différents alliages ($Teta = 7$ degrés)	115
ANNEXE G : Effet de Teta et No (Alliage 5182 - 600 A)	117
ANNEXE H - Liste des essais	118
REFERENCES	119

POSITION DU PROBLEME

L'aluminium est un métal jeune, puisqu'il est né industriellement en 1886. Il possède des qualités intrinsèques qui sont les atouts de son développement futur. Elles sont :

- sa légèreté (densité 2,7) qui associée à son excellente résistance à la corrosion en milieu oxydant, lui donne une place de premier plan dans les applications du domaine des transports où tout gain de poids est susceptible de se traduire par un gain d'énergie, ou permet le transport d'une quantité de produit plus grande,
- sa conductibilité électrique et thermique élevée,
- son excellent pouvoir réflecteur de la lumière et de la chaleur,
- son aptitude à se prêter à toute sorte de traitement de surface (satinage, brillantage, anodisation colorée ou non) permettant des effets décoratifs,
- sa bonne aptitude à la mise en forme à chaud et à froid,
- sa non-toxicité,
- son bon comportement aux basses températures sans risque de fragilisation,
- ses grandes possibilités de durcissement qui font que l'on dispose actuellement de toute une gamme d'alliages dont la résistance mécanique varie de 50 MPa, pour l'aluminium raffiné à l'état recuit, à plus de 700 MPa, pour certains alliages de la série 7000 à l'état revenu,
- enfin, ses grandes possibilités de recyclage qui, quoiqu'encore peu exploitées en France, permettent une valorisation particulièrement attractive des déchets. C'est ainsi que l'énergie nécessaire pour produire 1 kg d'aluminium à partir de déchets représente seulement 5 % de l'énergie qui aurait été consommée pour produire la même quantité d'aluminium par électrolyse.

Les utilisateurs étant de plus en plus exigeants sur les performances des produits d'aluminium, les transformateurs demandent un grain de fonderie uniforme et fin, limité à 300 µm environ, ce qui demande un contrôle particulier des conditions de solidification. Ces demi-produits appartiennent à des familles d'alliages industriels coulés classiquement en coulée verticale.

Le problème est donc d'avoir par coulée continue un grain suffisamment fin. Pour cela, différentes techniques sont utilisées. Nous les classerons en techniques chimiques et techniques dynamiques. Nous laissons de côté les techniques relevant essentiellement du contrôle de température, par exemple, la solidification rapide, car elles s'appliquent à des cas où le liquide possède au moins une dimension très faible (< 100 µm) couches minces, rubans et poudres. De même, nous laissons de côté les techniques de coulée semi-solide.

1) - L'affinage chimique :

La presque totalité des alliages industriels subissent l'affinage (à des teneurs d'environ 1 à 3 kg par tonne) par addition d'un alliage mère, généralement l'AT5B. Les expériences montrent que :

- il faut un excès de Ti vis à vis du rapport stoechiométrique Ti/B,
- l'efficacité est fonction du temps d'attente avant coulée,
- la taille du grain
 - . diminue avec l'augmentation des quantités d'affinant,
 - . est fonction de l'alliage,
 - . dépend de la vitesse de refroidissement.

Les résultats sont très satisfaisants, mais pour les alliages à haute résistance, les utilisateurs font remarquer que les particules de composés intermétalliques qui résultent de l'addition peuvent constituer des amorces de rupture d'où l'intérêt des méthodes dynamiques d'affinage.

Dans le même ordre d'idée, un certain affinage peut résulter de l'addition de certains éléments qui, sans former de phases intermétalliques, peuvent augmenter la surfusion constitutionnelle. C'est l'effet désigné par le terme "d'inhibiteur de croissance" (growth restrictor, HALL et JACKSON, 1967).

2) - L'affinage dynamique :

Les méthodes d'affinage dynamique mettent en jeu l'agitation du métal liquide en cours de solidification. Différentes techniques peuvent être mises en oeuvre :

1) Les ultra-sons sont très efficaces (CAMPBELL 1981-1983). Mais il se pose le problème de la tenue de la tête ultra-sonore.

Du point de vue des mécanismes, les auteurs supposent que les vibrations détachent des fragments dendritiques qui pour la plupart fondent dans le liquide mais dont une certaine partie servirait de germes. Toutefois, des expériences en solutions transparentes montrent un brassage très important du liquide par le faisceau d'ultrasons et aucune fracture de dendrites. Les mécanismes précis sont donc inconnus et aucune application industrielle ne se dessine.

2) Les vibrations mécaniques du moule, mais les informations sur ce sujet sont rares.

3) Le brassage mécanique est efficace mais pose le problème de la tenue de l'agitateur et de son retrait (MASCRE, 1962).

4) Le brassage électromagnétique a l'avantage de résulter d'une action à distance et donc ne provoque aucune pollution. Ce procédé est développé industriellement sous le nom de procédé CREM (RIQUET et MEYER 1987).

On sait que le brassage affine mais les mécanismes ne sont pas encore connus. Les idées couramment acceptées sur le sujet peuvent être résumées de la façon suivante :

Une idée préalable est que les cristaux équiaxes se forment dans un bain en surfusion, mais cette surfusion est une fraction seulement de la surfusion de ce bain qui existe le long de sa frontière froide. Compte tenu des surfusions observées, la nucléation homogène n'est pas possible. La nucléation équiaxe est donc hétérogène mais les opinions diffèrent sur l'origine des germes. En l'absence de particules dues à des agents nucléants, les cristaux équiaxes peuvent se former à partir de fragments dendritiques entraînés dans le liquide mais qui ont été formés ailleurs.

Une première hypothèse est que le liquide en contact avec la paroi froide lors de la coulée subit une surfusion très importante. Il peut donner naissance à de nombreux germes prédendritiques. Ils seront entraînés par les mouvements du liquide et peuvent refondre plus ou moins complètement (GENDERS, 1926). De ce point de vue les conditions de coulée en particulier la surchauffe comptent beaucoup.

Une seconde hypothèse est que ces fragments dendritiques ont été arrachés au front solide-liquide par les mouvements de convection du liquide (BOLLING 1971). Le brassage peut jouer beaucoup dans ce cas. Ce mécanisme a été étudié par TILLER et O'HARA (1968) d'un point de vue essentiellement théorique. Toutefois, les observations sur modèles transparents sont contradictoires.

Une autre hypothèse est l'ensemencement du liquide par des germes formés à sa surface qui s'en dégagent sous l'effet de la gravité (ROSENHAIN 1926 et SOUTHIN 1967). Ainsi, l'isolement thermique de la surface libre devrait supprimer cette source de cristaux. Toutefois, même dans ce cas, la cristallisation équiaxe existe. Une variante de ces mécanismes est la fragmentation des cristaux équiaxes. La notion de big-bang attribué à CHALMERS traduit l'idée, confirmée par les observations sur matériau transparent, que l'apparition des cristaux équiaxes s'effectue en très peu de secondes. Elle est presque instantanée. Si le mécanisme de fragmentation a lieu, il faut qu'il soit quasi instantané.

Le présent mémoire expose une série d'expériences et une modélisation théorique qui visent à élucider les mécanismes de l'affinage du grain par brassage électromagnétique. On étudie l'influence de l'intensité du brassage et de la composition sur la taille de grain équiaxe.

L'alliage que nous avons principalement étudié est le 5182 (Al-Mg). Il est utilisé pour le boîtage des boissons, notamment le couvercle tandis que l'alliage de type 3004 (Al-Mg-Mn) est utilisé pour le corps des boîtes.

Ces alliages demandent une plasticité suffisante pour permettre par exemple la déformation sur des lignes continues d'emboutissage-étirage à très haute productivité (jusqu'à 500 millions de boîtes par an). Cette caractéristique dépend notamment de la taille de grains, qui doit être inférieure à 300 μm . Par ailleurs des essais ont été fait sur le 6060, alliage utilisé pour faire des profilés en menuiserie métallique, ainsi que les alliages 2024 et 7010 typiques des utilisations aéronautiques. La composition des alliages étudiés est indiquée dans l'annexe B.

Finalement des essais de référence ont été faits sur de l'aluminium commercial 1050 (noté également A5). L'ensemble des essais est récapitulé dans l'annexe H.

Les techniques expérimentales sont détaillées dans le chapitre 2. Elles comportent une série de solidifications dans une lingotière à brassage électromagnétique. Elle est instrumentée d'un grand nombre de thermocouples. Les lingots sont caractérisés par macrographie. Les tailles de grains sont mesurées par micrographie. Le chapitre 3 détaille les observations macrographiques et micrographiques. Le chapitre 4 décrit et exploite les thermogrammes obtenus. Le chapitre 5 développe un modèle qui décrit la nucléation et la croissance des grains compte tenu du brassage. Enfin, dans le chapitre 6, les résultats expérimentaux sont analysés à partir des résultats du modèle.

CHAPITRE 2

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

2.1 DISPOSITIF EXPERIMENTAL

2.1.1 INTRODUCTION

L'installation expérimentale réalisée au laboratoire est conçue pour étudier les effets de divers paramètres, tels que la composition des alliages, la température ou l'influence du brassage électromagnétique sur la structure de grains de solidification.

Le contexte industriel de cette étude a imposé des dimensions relativement grandes pour une installation de laboratoire. Les conditions doivent être comparables à celles de production de l'aluminium par la coulée semi-continue, en particulier celle du procédé C.R.E.M.

Le dispositif expérimental est une évolution de celui caractérisé par MEYER et coll.(1984). Pour aider à la transposition aux cas industriels, et faciliter l'instrumentation de la lingotière, sa capacité est voisine de 15 kg. Sa forme, ainsi que les conditions aux limites imposées, que nous allons définir par la suite, font que le lingot coulé peut, avec une approximation raisonnable être assimilé à une "tranche verticale" d'une billette d'aluminium coulée en procédé semi-continu. Toutefois il n'y a pas ici de "tirage" de lingot par le fond.

Afin d'aider à la compréhension le montage est conçu de façon symétrique par rapport au plan médian vertical. Ainsi les phénomènes qui s'y déroulent sont bidimensionnels. Pour garder à l'écoulement ce caractère plan, le brassage est induit par un inducteur polyphasé à champ glissant. Il crée une recirculation du métal liquide semblable à celle existant sur l'installation industrielle.

Le refroidissement sur une des faces doit être de l'ordre de celui imposé par l'aspersion d'eau sur la coulée continue. Le dispositif réalisé ici permet d'atteindre cet objectif avec des flux thermiques évacués de l'ordre du mégaWatt par mètre carré. L'implantation de thermocouples dans le bain permet de suivre l'évolution du champ de température au cours de la solidification du métal.

La lingotière est démontable, permettant ainsi de récupérer facilement le lingot après solidification complète, et de faire son étude métallographique.

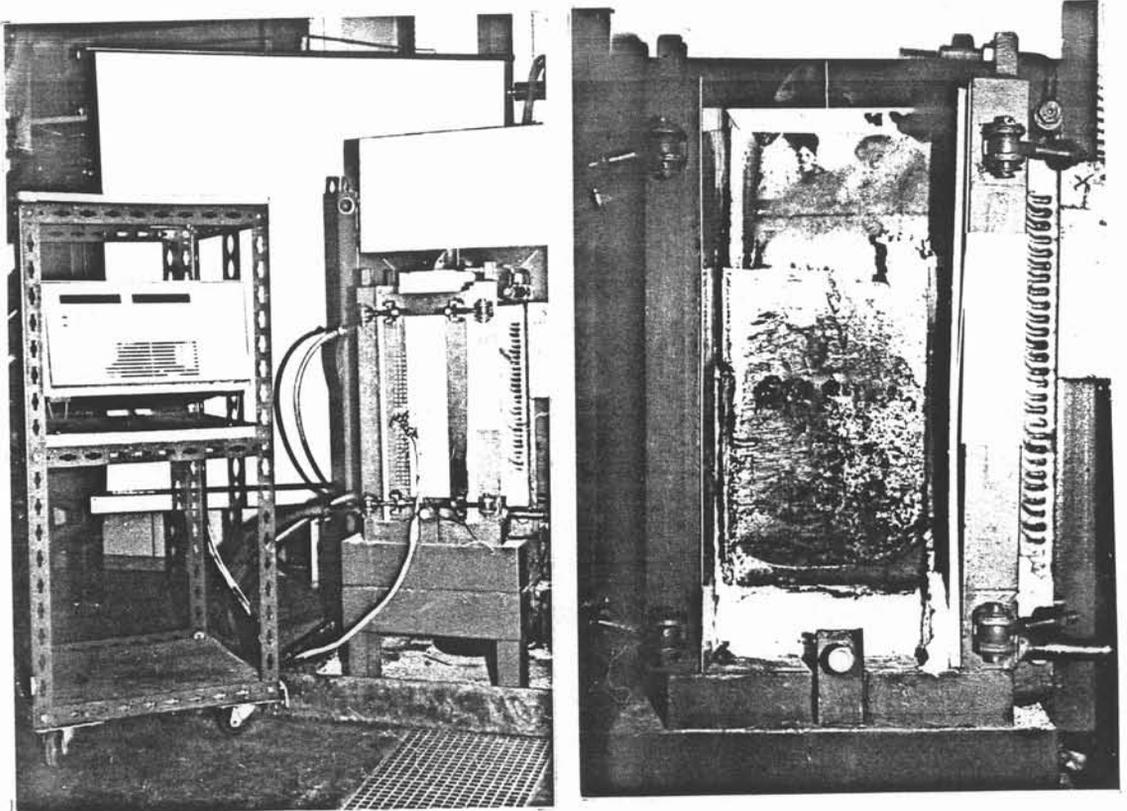


Figure 2.1 : Lingotière à brassage électromagnétique : à gauche, vue générale, avec la chaîne de mesure ; à droite, lingotière ouverte montrant le lingot en cours de démoulage.

2.1.2 DESCRIPTION DU DISPOSITIF

2.1.2.1 Caractéristiques de la lingotière

La lingotière est un parallélépipède dont une vue est présentée figure 2.1. Ses dimensions internes sont de 400 mm x 200 mm x 70 mm. Le moteur linéaire est appliqué sur l'une des petites faces latérales verticales. Il est séparé du métal par un panneau de fibres de céramiques et une plaque d'inox qui le protège. Il peut entraîner le métal liquide soit vers le haut, soit vers le bas.

Un dispositif de refroidissement est installé sur la face opposée. Il est constitué d'une série de tubes horizontaux en cuivre, régulièrement percés de trous, alimentés par de l'eau sous pression. Ces tubes sont disposés sur toute la hauteur de la lingotière. Lorsque la vanne d'alimentation est ouverte, une lame d'eau continue s'établit sur la plaque d'inox, qui est en contact avec le métal liquide lors de la solidification. L'eau est ensuite évacuée par des tuyaux situés dans la partie inférieure de la lingotière.

Pour avoir des conditions expérimentales reproductibles il faut que le refroidissement du métal liquide commence seulement quand la lingotière est pleine, et que le brassage induit par le moteur linéaire soit établi dans tout le volume. En effet le métal est préalablement fondu dans un four basculant, puis versé dans la lingotière. Cette dernière opération prend quelques secondes.

Si nous commençons à refroidir dès le début de la coulée, nous risquons de solidifier le métal au fur et à mesure de son arrivée dans la lingotière. C'est pourquoi un écran isolant escamotable a été mis au point. Cet écran se compose d'une fine tôle sur laquelle est fixée une plaque d'isolant thermique. Ainsi la paroi refroidissante est masquée au métal liquide pendant le remplissage de la lingotière et pendant l'étape d'amortissement de la quantité de mouvement induite par sa coulée.

Le fond de la lingotière est constitué de ciment réfractaire recouvert d'une nappe de fibres isolantes. Des déflecteurs isolants en arc de cercle permettent d'éviter la formation d'angles morts au fond de la lingotière, angles morts qui risqueraient de produire des recirculations parasites. Ils assurent ainsi la formation d'un seul vortex. L'étanchéité est assurée par des nappes de fibres isolantes. L'ensemble est serré par des tirants horizontaux.

2.1.2.2 Technique du brassage

La technique utilisée est la même que celle de MEYER (1983). Un moteur linéaire crée un champ glissant le long d'un plan vertical. Le métal liquide suit le déplacement du champ magnétique avec un glissement important. L'inducteur est alimenté en

courant triphasé avec une fréquence de 50 Hz. L'effet du chauffage par induction est négligeable à une fréquence aussi faible, seul domine l'effet du brassage. Un avantage de cette technique est que la vitesse du fluide le long de la paroi proche de l'inducteur peut être réglée indépendamment des gradients de température éventuellement présents dans le liquide. MEYER montre que la vitesse du liquide au voisinage de la paroi sur laquelle est fixé l'inducteur varie comme une fonction linéaire du courant dans l'inducteur.

2.2 LE SYSTEME D'ACQUISITION DE TEMPERATURE

La solidification d'un lingot est un phénomène transitoire. Pour étudier son déroulement, il est important de connaître à chaque instant la carte des températures dans le métal. Dans ce but, nous avons disposé des thermocouples de type K (Nickel-Chrome, Nickel allié) répartis sur la hauteur et la longueur de la lingotière. La disposition la plus souvent rencontrée est celle indiquée par la figure 2.2.

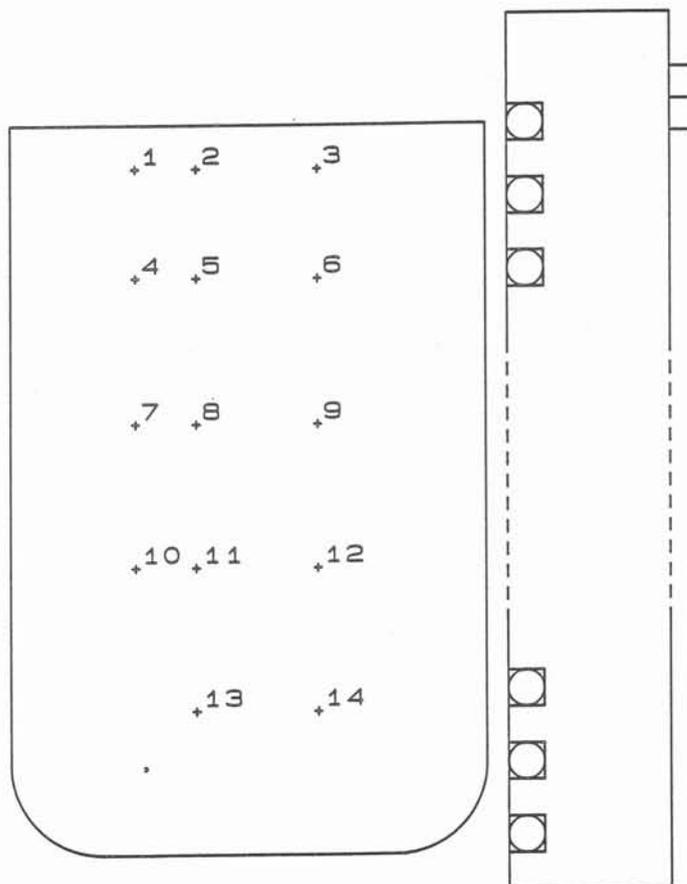


Fig 2.2- Schéma indiquant la position la plus courante des thermocouples.

2.2.1 Les thermocouples :

Pour obtenir des couples les qualités de justesse souhaitées, il faut prendre un certain nombre de précautions dans leur préparation. Les thermocouples utilisés pour une même expérience sont tous construits à partir d'une même bobine de qualité dite demi-norme. Les deux conducteurs ont un diamètre de 0,25 mm et sont gainés séparément par de la soie de verre. Une gaine du même isolant les protège. Le diamètre global est de 1 mm.

Les fils sont d'abord dénudés sur la longueur utile. Il faut éviter de les étirer car l'érouissage diminue leur pouvoir thermo-électrique. En effet on peut avoir un allongement supérieur au centimètre si certaines précautions ne sont pas prises. Un dégraissage des fils à l'acétone est ensuite effectué. Il faut éviter le contact des fils avec les doigts. L'expérience prouve que ce n'est pas toujours facile. De plus la résistance à la corrosion des alliages de nickel formant le couple est due à la formation d'une couche protectrice, il faut donc éviter de la détruire.

Les fils sont passés dans une gaine bifilaire en alumine, longue de 200 mm. Son diamètre externe est de 1,8 mm avec deux trous de 0,6 mm de diamètre interne. Les faibles dimensions du bifilaire sont voulues, pour limiter les perturbations de l'écoulement du métal liquide, et les fuites thermiques par conduction.

Les fils du thermocouple sont torsadés sur 5 mm environ, pour faciliter leur soudure. Celle-ci est faite par la technique T.I.G. (Tungstène Inerte Gaz) sous argon. Grâce à ces précautions les fluctuations des mesures sont faibles et permettent une bonne sensibilité. A titre de comparaison, les soudures effectuées au chalumeau à acétylène créent une pollution importante des thermocouples, qui provoque des fluctuations de plusieurs degrés comme le montre la figure 2.3.

La qualité des mesures dépend de la soudure. Elle doit être de petite taille et sphérique. On commence par fondre le bas de la torsade, et on remonte pour la faire disparaître complètement en formant une boule. Dans le cas où la torsade n'a pas complètement disparu la température mesurée sera plutôt celle du dernier point de contact entre les deux conducteurs du couples .

La centrale de mesures est placée près de la lingotière. Ceci permet d'éviter les câbles de compensation. En effet, la sélection opérée sur ces fils est moins sévère que celle réalisée sur le couple lui-même, ce qui peut considérablement diminuer la précision des mesures.

Le faisceau des thermocouples est enfilé dans une tresse en inox reliée au "guard" du multiplexeur où sont branchés les thermocouples. Ainsi ils sont blindés contre le rayonnement hertzien, qui peut perturber notablement les mesures.

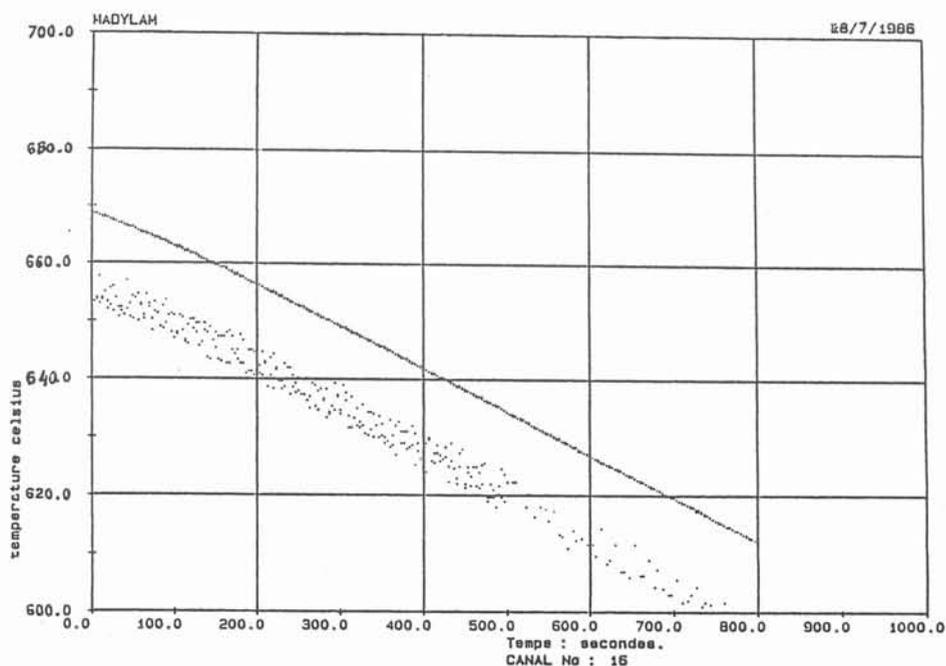


Fig 2.3 - Exemple d'enregistrement de température sur deux thermocouples l'un soudé au chalumeau à acétylène (a), l'autre par technique T.I.G.(b).

Après étalonnage (voir paragraphe 2.2.3.) les thermocouples sont positionnés dans la lingotière. Ils sont maintenus par le tube bifilaire d'alumine traversant l'une des grandes faces latérales. Les soudures des thermocouples sont nues et placées légèrement en retrait du plan vertical médian de la lingotière. A la fin de la solidification les thermocouples noyés dans le métal sont perdus : il faut donc les renouveler à chaque expérience. La préparation des thermocouples et leur calibrage sont les étapes fastidieuses. Dans le but d'alléger cette partie du travail, on a envisagé de protéger les thermocouples du métal liquide par une gaine en inox. Ceci devait permettre de les récupérer pour une expérience ultérieure. Mais, il a été constaté un écart important entre les températures mesurées par les thermocouples nus et ceux gainés d'inox. Ces derniers indiquaient généralement de 30° à 40° en moins. Nous avons donc abandonné cette solution. Dans l'annexe E, les mesures effectuées à partir des thermocouples gainés inox, ainsi que les résultats déduits de leurs thermogrammes sont en petits caractères.

2.2.2 Le système d'acquisition :

Le système d'acquisition est formé par une centrale de mesure, pilotée par un micro-ordinateur auquel elle transfère périodiquement ses mesures. Jusqu'en 1985 la centrale a été une HEWLETT PACKARD 3497 A, l'ordinateur un TEKTRONIX 4051. Les mesures étaient enregistrées sur cassette magnétique. Il fallait 4 secondes pour mesurer la température indiquée par les quatorze thermocouples. La cadence s'avérait insuffisante pour mettre en évidence les phénomènes qui nous intéressaient. Pour améliorer la sensibilité des mesures, la vitesse d'acquisition et l'exploitation des thermogrammes, un nouveau système a été acquis. Il est composé d'un micro-ordinateur HP VECTRA, muni d'un disque dur de 20 mégaoctets, et d'une centrale de mesures HP 3852 A. Celle-ci comporte un voltmètre électronique intégrateur, un convertisseur analogique-numérique, un multiplexeur, ainsi qu'un micro-processeur de commande. Les mesures sont réalisées en moins de 2 secondes.

Toujours pour améliorer la connaissance des phénomènes mis en jeu lors de la solidification, il faut augmenter la cadence d'acquisition des mesures. Dans les derniers essais nous avons muni la centrale d'une extension de mémoire vive de 256 ko permettant ainsi de faire toute l'acquisition sans transfert vers l'ordinateur qui est une perte importante de temps. Le logiciel permet de faire de l'acquisition pendant environ 1000 secondes sur 6 thermocouples. A la fin des mesures, le fichier de données est transféré sur le disque dur pour y être stocké puis exploité. Nous avons concilié vitesse d'acquisition et précision de la mesure en jouant sur le temps d'intégration du voltmètre. Nous avons gagné un facteur 4 sur la vitesse d'acquisition tout en gardant une précision meilleure que $0,15\text{ }^{\circ}\text{C}$.

2.2.3 Calibrage et étalonnage des thermocouples.

Les premières expériences ont vite démontré que pour pousser au maximum l'exploitation des thermogrammes, vu l'échelle à laquelle nous travaillions, il fallait pouvoir les comparer efficacement. C'est pour cela que nous avons mis en oeuvre d'abord une procédure de calibrage et dans un dernier temps une procédure d'étalonnage.

2.2.3.1 Procédure de calibrage.

Le calibrage consiste à déterminer les écarts de mesure entre les thermocouples et un thermocouple de référence choisi arbitrairement parmi eux. Les courbes expérimentales sont ensuite corrigées de cet écart, ce qui facilite les comparaisons, et la discussion des courbes de refroidissement.

Tous les thermocouples utilisés pour une même expérience de solidification sont placés dans un four, construit spécialement pour servir de corps noir, et homogène en

température. Il est isolé thermiquement de telle manière que son refroidissement soit lent (environ 60 °C/h). Nous coupons l'alimentation électrique du four quand la température est d'environ 780 °C. Mais par inertie, elle atteint 800 à 810 °C. Le calibrage se fait pendant le refroidissement à l'abandon du four, pour éviter les parasites électriques dus au régulateur tout ou rien, qui viennent perturber le signal enregistré. Nous obtenons pour chaque thermocouple une courbe (Fig. 2.4 b) dont

l'équation est déterminée par simple régression linéaire. Pour le thermocouple à calibrer elle s'écrit:

$$T_i(t) = A_i \cdot t + B_i \quad (2.01)$$

pour le thermocouple de référence :

$$T_{ref}(t) = A_{ref} \cdot t + B_{ref} \quad (2.02)$$

Lors de la solidification à l'instant t' , le thermocouple i donne une température T_{mi} en fonction du temps. La correction de calibrage consiste à trouver l'instant t' pour lequel (Fig 2.4):

$$T_{mi}(t') = T_i(t) \quad (2.03)$$

Lorsque t' est déterminé, on calcule $T_{ref}(t')$. La température corrigée T_i^* est alors :

$$T_i^* = T_{mi} + (T_{ref} - T_i) \quad (2.04)$$

soit :

$$T_i^* = T_i - (A_{ref} - A_i) \cdot t' + (B_{ref} - B_i) \quad (2.05)$$

Les corrections sont généralement faibles pour des thermocouples de la même série. Un essai de calibrage a été fait en gardant le même thermocouple de référence pour plusieurs expériences, en vue de les comparer. Soumis aux cycles thermiques, le thermocouple de référence vieillissait très rapidement, et sa réponse évoluait entre chaque calibrage, rendant la comparaison impossible.

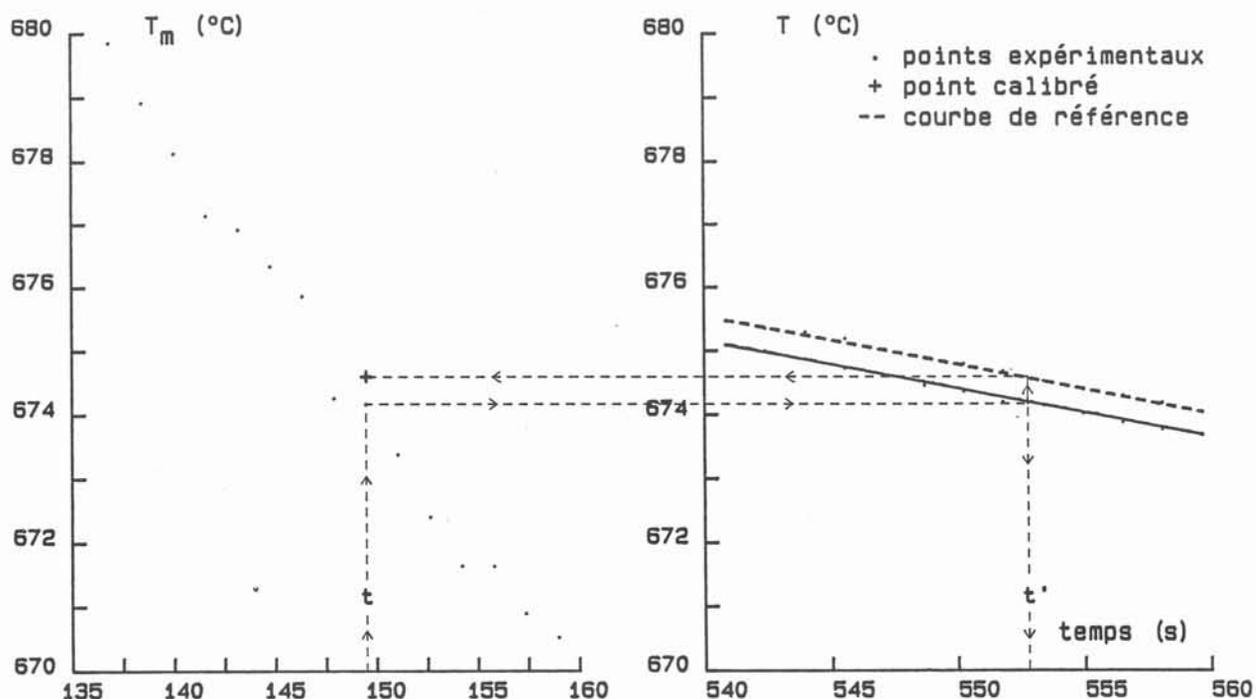


FIG. 2.4 - Méthode de calibrage des thermocouples: a) thermogrammes, b) courbes de calibrage

2.2.3.2 Etalonnage des thermocouples

Le simple calibrage se révèle insuffisant si l'on veut voir l'influence du brassage sur la température de début de solidification ou du plateau, par rapport à la température de liquidus de l'alliage. Pour répondre à ces questions il faut étalonner les thermocouples dans la gamme de 630 à 660 °C. Du fait de la température de liquidus des alliages étudiés, la méthode choisie est celle des étalons secondaires correspondant aux équilibres solide-liquide. Nous avons choisi comme référence la température d'équilibre solide-liquide de l'aluminium, 660,37 °C d'après SMITHELLS (1983). Nous utilisons un four électrique pour faire la fusion du métal dans un creuset en graphite pur, haut de 150 mm, diamètre 40 mm, contenant 1 kg de métal. Le métal utilisé a une pureté supérieure à 99,99%. Le métal fondu doit être porté à quelques degrés de surchauffe pour limiter le phénomène de recalescence qui perturbe le

plateau. On laisse refroidir lentement le métal liquide. On suit l'évolution de la température avec le couple à étalonner. Au moment de la solidification on observe un palier de plusieurs minutes, (fig. 2.5) qui a pour température moyenne la température de référence. Nous déterminons l'écart entre la valeur mesurée et la valeur vraie. Nous corrigeons de cet écart les températures déterminées sur les thermogrammes expérimentaux. Cette correction n'est valable que pour quelques dizaines de degrés autour du point de fusion de l'aluminium.

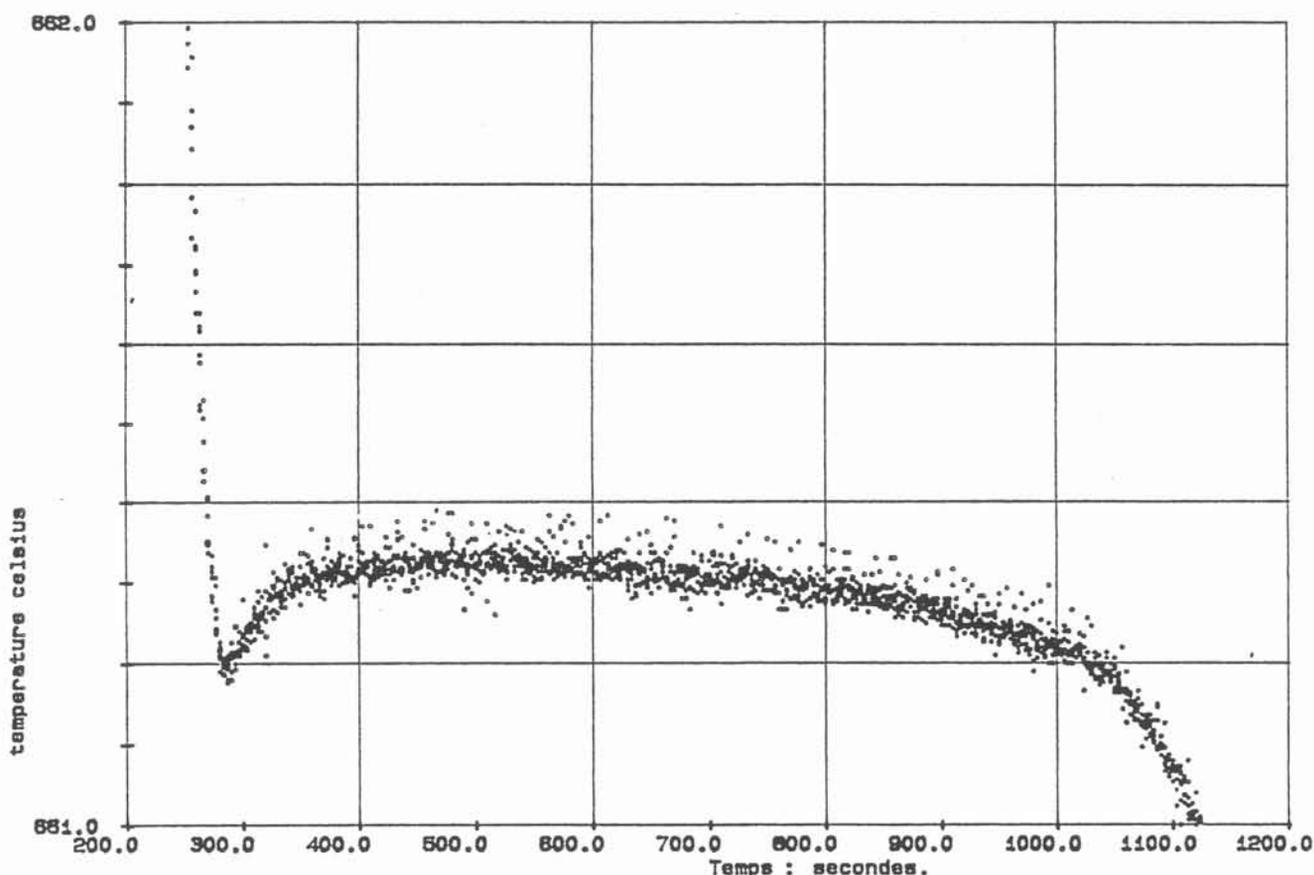


Fig. 2.5 - Thermogramme montrant le palier de solidification de l'aluminium pur utilisé pour l'étalonnage des thermocouples.

2.3 - TECHNIQUES MACROGRAPHIQUES ET MICROGRAPHIQUES

Les métaux et alliages gardent de la solidification des traces que l'on nomme structure de solidification. Ce terme recouvre des notions à deux échelles distinctes:

- à l'échelle de la pièce c'est la distribution des grains,
- à l'échelle de chaque grain, une distribution quasi périodique de la concentration des solutés résultant du mode dendritique de la solidification et que l'on nomme ségrégations dendritiques. Notre étude s'est axée sur la première notion, la meilleure approche en étant sans aucun doute l'examen macro ou micrographique.

2.3.1- Macrographies

Le lingot est découpé en deux à mi-épaisseur. Le côté pour l'analyse macrographique est celui ne contenant pas les thermocouples, ceci afin de faciliter le surfaçage.

L'examen macrographique permet d'avoir une vue d'ensemble de la structure de grains du lingot afin de savoir si le résultat escompté est atteint et de choisir la zone sur laquelle une analyse micrographique sera faite. Pour observer la structure de grains d'un lingot, il faut pratiquer sur celui-ci une attaque chimique révélant les grains à l'oeil nu. Avant d'appliquer un réactif sur l'échantillon, celui-ci a subi un surfaçage au tour, après le sciage, pour avoir un état de surface correct. Le principe de l'attaque métallographique est de faire en sorte que deux grains voisins, d'orientations différentes, aient des réflectivités différentes. La qualité de l'attaque réside dans le contraste qu'elle apporte entre grains voisins.

Le choix des réactifs d'attaque macrographique nécessite des essais préliminaires. Beaucoup de facteurs peuvent venir perturber la qualité de l'attaque :

- La taille des grains
- La composition des alliages
- La porosité
- La température des bains d'attaque
- L'expérimentateur
- La qualité du surfaçage
- Le temps d'attaque.

Pratiquement, la procédure opératoire est remise en question à chaque nouvel alliage. Il convient de distinguer deux familles d'alliages : ceux contenant du cuivre et ceux n'en contenant pas. Les premiers donnent généralement une révélation peu contrastée des grains. La formation de l'eutectique Al_2Cu , très stable chimiquement, diminue l'efficacité des réactifs. Ainsi l'attaque se fera préférentiellement au coeur du grain. Pour s'affranchir de ce problème il faudrait faire un recuit de l'échantillon en prenant des précautions sur les paramètres temps-température afin de ne pas affecter la taille de grain. Cette technique n'a pu être mise en pratique pour les échantillons macrographiques du fait de leur taille, nous ne disposons pas de bain de sel assez grand. Nous avons donc essayé différents réactifs. Les résultats sont regroupés dans le tableau 2.1. Pour les alliages 5182-2 et 1050 nous utilisons le réactif à base HF et l'eau régale . La différence de comportement entre

les deux séries d'alliages 5182 est certainement due à la taille des grains. L'alliage 5182-1 a une taille 2 fois plus faible que l'alliage 5182-2, de plus il est plus poreux. Ces porosités sont des points sensibles, où l'attaque est violente. Ainsi les réactions s'emballent et les grains sont trop attaqués. Le dernier réactif décrit donne de bons résultats pour les autres alliages.

2.3.2 Micrographies

La qualité du polissage conditionne la qualité des observations micrographiques. C'est pourquoi le polissage doit être effectué avec le plus grand soin, très progressivement en y passant le temps nécessaire. Les échantillons sont préalablement surfacés au tour, pour éliminer les stries profondes dues à la découpe. Ils subissent une série de polissages mécaniques aux papiers abrasifs 400, 600, 1000, 1200, puis à la poudre d'alumine fine et très fine. Le polissage est achevé à la pâte diamant cinq microns. Entre les trois dernières étapes les échantillons sont passés au bac à ultra-sons pour éliminer les particules d'Alumine ou de diamant emprisonnées dans les porosités. Si cette précaution n'est pas prise, les particules peuvent se libérer au polissage suivant et rayer la surface. Après le dernier polissage, la face polie de l'échantillon a alors l'aspect d'un miroir. Elle est lavée à l'eau puis à l'alcool, enfin séchée au sèche-cheveux, permettant d'éviter des traces de séchage localisé. Immédiatement après ce traitement, les échantillons sont soumis à une attaque. Nous avons essayé différentes techniques de révélation, attaques électrochimiques ou chimiques. Les meilleurs résultats sont obtenus avec l'attaque anodique électrolytique. Les conditions de cette attaque sont :

Réactif : 34 ml d'acide tétrafluoroborique + 966 ml d'eau.

Anode : l'échantillon, Cathode : aluminium pur

Tension : 25 volts

Intensité : 2 ampères

Durée de l'attaque : une à deux minutes.

Le dispositif est muni d'un système de refroidissement afin d'éviter que la réaction s'emballent. La solution d'attaque est homogénéisée à l'aide d'un agitateur magnétique. Cette attaque convient parfaitement pour l'alliage 5182. En revanche pour les alliages 6060, 7010, les dendrites sont attaquées plus facilement que les joints de grain et gênent donc l'analyse. Plus l'intensité est proche des deux ampères, meilleure est la qualité de l'attaque et des contrastes.

Aucun autre réactif d'attaque essayé ne s'est révélé d'un grand intérêt par rapport à l'attaque électrolytique (Tableau 2.2). C'est la seule attaque permettant l'obtention avec le polariseur de grains de différentes couleurs. Les images sont photographiées en couleurs en vue de la mesure de la taille de grains.

2.3.3. - Mesures de la taille de grain par la méthode des intercepts.

La mesure de la taille de grains est opérée à partir des photographies couleurs tirées sur papier. Le contraste n'étant pas suffisant, nous sommes obligés de décalquer les contours des grains. Le grossissement G est donné par la photographie d'une mire prise pour chaque nouvelle série.

La méthode consiste à superposer sur le décalque une grille de 50 mm par 50 mm composée d'un quadrillage formé de 2 fois 9 lignes équidistantes. La grille est posée au hasard sur le décalque, et on compte pour chaque ligne le nombre de grains coupés. La norme NF A04-503 prévoit que le total des grains coupés pour chaque direction doit être supérieure à 50 grains. La longueur interceptée L est donnée par la formule :

$$L = \frac{2 * 9 * 50}{N * G}$$

avec N nombre total de grains coupés pour l'ensemble des deux directions.

2.3.4 - Mesure de la taille de grains par l'analyse d'images.

L'image du décalque est digitalisée. L'analyseur d'images mesure la surface de chaque grain il en déduit le diamètre du cercle ayant la même surface (diamètre équivalent Deq.). Il présente le résultat sous forme d'un histogramme, qui donne le nombre de grains en fonction du diamètre ou de son logarithme. Lorsque plusieurs plages d'un même échantillon ont été explorées, nous faisons le cumul des résultats. Le logiciel donne le diamètre moyen, le diamètre équivalent du plus petit grain mesuré, le diamètre équivalent du plus gros grain mesuré et l'écart type.

2.4 - Alliages étudiés

L'expérimentation a porté sur une série d'alliages industriels produits par coulée semi-continue. L'annexe B donne leur liste ainsi que les fourchettes de compositions données par PECHINEY. Les alliages étaient livrés en lingots de 10 kg ou 4 kg. Toutefois pour l'alliage 5182, deux lots d'alliages ont servi pour les expériences, l'un livré en 1985 l'autre en 1986.

2.5 Procédure expérimentale

Environ 17 kg d'alliage sont fondus dans le creuset d'un four à induction. Le métal fondu est porté à 750 ° C pendant quelques instants. Il est coulé par basculement du creuset. Il s'écoule dans une goulotte jusque dans la lingotière. Celle-ci est préchauffée à environ 300° C par un décapeur thermique. La paroi froide est masquée par l'écran thermique amovible.

Le moteur linéaire est mis en fonctionnement avant de couler l'alliage. Ainsi le liquide reste homogène pendant le remplissage de la lingotière. L'intensité est mesurée par une pince ampèrométrique sur chaque phase. Lorsque la lingotière est pleine, l'acquisition de température est lancée et nous retirons l'écran thermique. La solidification commence, ainsi que les mesures.

2.6 - Observations sur la surface libre en cours de solidification

Rapidement une peau d'alumine se forme sur une quinzaine de centimètres, à partir de la paroi froide. Cette peau ondule, avec les mouvements du métal liquide. Elle s'immobilise progressivement à partir de la paroi froide, ceci étant lié au développement du front solide dans le lingot. Du côté du moteur linéaire un dôme de métal liquide avec une surface lisse se forme. Il peut atteindre 8 à 10 cm de haut pour un brassage de 600 A. A cette intensité il est cahotique et présente plusieurs "bosses". Aux intensités plus faibles il est stable. Après une dizaine de minutes, il apparaît des plissures sur sa surface, donnant l'apparence d'étoiles. Nous attribuons ce phénomène à des particules solides se déplaçant sous la fine couche d'oxyde formée en surface. Ces plissures deviennent de plus en plus nombreuses alors que le dôme s'affaisse jusqu'à solidification complète.

Tableau 2.1 : Conditions de l'attaque macrographique.

Réactif	Alliage	Attaque	Résultat
HF pur (1 mn) puis Eau régale (30s)	5182 et 1050	Passage au pinceau, rinçage à l'eau froide	Attaque donnant les meilleurs résultats.
(100 ml HCl 50 ml HNO ₃)	7010	Passage au pinceau blanchiment dans HNO ₃	Mauvais car la couche d'oxyde formée ne disparaît pas totalement avec HNO ₃
	6060	idem	Inintéressant, l'attaque semble trop agressive.
(Tucker, cité par SPERRY, 19..) 45 ml HCl 15 ml HNO ₃ 15 ml HF	7010	Immersion (10s)	Très mauvais
	6060 et 3004	Rinçage à l'eau chaude idem	 ne donne rien
(Poulton, cité par SPERRY, 19..) 12 ml HCl 6 ml HNO ₃ 1 ml HF 1 ml H ₂ O	6060 et 3004	Immersion Rinçage à l'eau	Peu intéressant
(RAWDON, 1920) 40 ml ac. ortho- phosphorique 10 ml HF 80 ml H ₂ O	7010	Immersion blanchiment dans HNO ₃ Rinçage à l'eau	Inintéressant

Tableau 2.1 : Suite

(SPERRY, 19..)			
60 ml HCL	6060	Immersion (3mn)	Très interessant
80 ml HNO ₃			
5 ml HF	3004.50A	Immersion (1 mn)	Très interessant
5 ml H ₂ O			
80 ml d'1 sol. à 30 % d'acide chromique	3004.350A	Immersion longue (15 mn)	Il reste une couche opaque génant la prise de photos mais la macrographie est meilleure que celles obtenues précédement
	7010 et 2024	Immersion (1 mn)	Très bonne macrographie.

Tableau 2.2 : Conditions de l'attaque micrographique

Réactif	Alliage	Attaque	Résultat
(SPERRY, 19..) 30 ml HCl 40 ml HNO ₃ 2,5 ml HF 2,5 ml H ₂ O 40 ml d'1 sol à 30 % d'acide chromique	1 050	Immersion sitôt après le polissage	Les grains sont visibles à l'oeil nu
		Immersion après l'attaque électrochimique (30 s)	Cette attaque peut être utilisée en complément de l'attaque électro- lytique mais ne s'avère pas indispensable
	2024	Immersion sitôt après le polissage Immersion après l'attaque électrochimique	Les grains sont visibles à l'oeil nu Inintéressant car les dendrites apparaissent trop foncées et gênent l'analyse
Flick 10 ml HF 15 ml HCL 90 ml H ₂ O	1 050 et 2024	Immersion	rien
(Keller, cité par ROOS, 1960) 2 ml HF 3 ml HCl 5 ml HNO ₃ 190 ml H ₂ O	1 050 et 2024	Immersion	Attaque donnant les mêmes résultats que l'attaque électro- lytique
(SPERRY, 19..) 10 ml HF 90 ml H ₂ O	1 050 et 2024	Immersion Immersion suivie d'une immersion dans Keller	Formation d'une couche permettant une vision plus aisée Le résultat est meilleur que celui obtenu avec une immersion dans Keller seul

Tableau 2.2 suite.

(SPERRY, 19..)	1050	Immersion	Mauvais car l'attaque est trop forte
50 ml HCl			
15 ml HNO ₃			
3 ml HF	2024	Immersion	L'échantillon devient tout noir
5 ml FeCl ₃			
<hr/>			
Villela, 1926			
50ml de sol	7010	Immersion (15 s)	Les grains ne sont pas visibles, on ne voit que les dendrites.
à 10 % d'acide chromique			
3 gouttes HCl			
<hr/>			
(VILLELA, 1926)			
3 ml H ₂ SO ₄	7010	Immersion 15 mn	Les dendrites n'apparaissent pas. On distingue uniquement le contour des petits grains.
60 ml H ₂ O ₂ à 3 %			
		Immersion suivie de l'attaque électrochimique	Les grains sont visibles avec le polariseur mais les dendrites sont encore gênantes.
<hr/>			

CHAPITRE 3

MACRO ET MICRO STRUCTURES DE SOLIDIFICATION

3.1 - DESCRIPTION GENERALE

La structure de solidification est habituellement décrite en trois types de grains : les grains de la zone de peau, fins, immédiatement placés contre la paroi et difficiles à discerner ; les grains colonnaires en continuité avec les précédents ; ils ont une forme allongée orientée dans le sens de l'écoulement de chaleur ; enfin les grains équiaxes qui ne présentent pas d'orientation préférentielle. Les proportions de ces différentes structures sont influencées par la composition de l'alliage et par l'intensité du brassage électromagnétique.

Dans le présent chapitre, nous allons détailler la structure d'un lingot type, celui de l'alliage 5182 brassé à 600 Ampères. Puis nous examinerons les effets du brassage et celui de la composition.

3.2 - STRUCTURE DU LINGOT 5182 BRASSE A 600 AMPERES

On distingue sur la macrographie quatre zones de structure de grains (Figure 3.1) :

- 1) La zone de peau est située contre la paroi refroidie. Elle fait en moyenne 5 mm d'épaisseur. Les grains sont fins, sans orientation discernable.
- 2) La zone colonnaire a ici une épaisseur pratiquement constante (35 mm). Elle est constituée de trois parties. Au voisinage de la paroi froide, les grains sont fins, larges de 1 mm environ, allongés sur 1 cm environ dans la direction perpendiculaire à la paroi. Puis il y a une plage de grains équiaxes très fins mélangés avec des grains ayant une orientation légèrement préférentielle. Cette plage fait environ 1 cm d'épaisseur. Puis le caractère colonnaire redevient prépondérant, les grains ont alors une largeur de 2 à 3 mm, et une longueur moyenne de 1 cm. Ces grains sont très faiblement déviés vers le haut du lingot.
- 3) Une zone de transition, dans laquelle le caractère colonnaire des grains s'estompe progressivement au profit du caractère équiaxe. Celle-ci est surtout présente dans le haut du lingot. Dans le bas du lingot, la transition équiaxe-colonnaire est plus nette.

4) La zone équiaxe occupe environ 70 % du lingot. La taille des grains y est pratiquement uniforme.

3.3 - LINGOT 5182 SOLIDIFIE EN CONVECTION NATURELLE

La distribution des grains est dans ce cas complexe. La forme et la taille des grains varient énormément d'une plage à l'autre (Figure 3.2).

La zone de peau présente des grains fins et non orientés seulement dans la demi-hauteur supérieure du lingot. La partie inférieure présente dès la paroi des grains orientés fins et longs de quelques millimètres, légèrement inclinés vers le haut du lingot. Des grains orientés de même type se retrouvent sur toute la hauteur au delà de la zone de peau. Ensuite ils deviennent de plus en plus grossiers. Leur grand axe dévie franchement de la normale à la paroi et s'oriente vers le haut.

L'épaisseur de la zone colonnaire n'est pas constante. Elle est de 30 mm en haut du lingot, passe graduellement à 60 mm au tiers supérieur du lingot. Dans cette partie, la transition colonnaire-équiaxe est nette. Les grains colonnaires sont brutalement interrompus par des grains équiaxes fins,. Ceux-ci deviennent de plus en plus grossiers quand on s'éloigne de la zone colonnaire.

Dans les deux tiers inférieurs, l'épaisseur de la zone colonnaire décroît, jusqu'à faire environ 1 cm en bas du lingot. La transition colonnaire-équiaxe est difficile à discerner. Une zone de grains équiaxes sédimentés se trouve au fond du lingot. Les grains situés le plus au fond sont grossiers, les autres sont fins ou même très fins. La zone équiaxe présente une stratification. Les grains du bas du lingot font 100 microns environ, pour atteindre 1 cm en haut. La distribution des tailles de grains est très étalée.

3.4 - LINGOT 1050 BRASSE A 350 A

Des essais ont été effectués pour voir l'influence du brassage sur une nuance d'alliage très faiblement chargée, dénommée 1050 (Figure 3.3).

La zone de peau n'est pas discernable. Ceci semble être une caractéristique des alliages peu alliés.

La zone colonnaire est très étendue. Elle occupe environ 70 % de la surface de la macrographie, et n'a pas une épaisseur constante. Elle peut être décrite comme un ensemble de plusieurs parties :

D'abord les grains voisins de la paroi froide sont allongés,

perpendiculairement à celle-ci. Toutefois, en bas du lingot, des grains à la hauteur du sabot sont orientés en éventail et sont brutalement interrompus par le cône de sédimentation. Sur le reste de la hauteur à 3 cm de la paroi, on remarque un changement de la structure de grains, sur une bande qui fait 2 à 3 cm. Une proportion non négligeable de grains équiaxes apparaissent au milieu des grains colonnaires. Puis le caractère colonnaire redevient prédominant, les grains s'orientent vers le haut. Dans ce cas, la transition colonnaire-équiaxe est franche, et la zone équiaxe correspond à un quart de cercle ayant comme centre la retassure.

Par conséquent, il y a 3 types de grains équiaxes. Ceux qui sont prisonniers de la zone colonnaire, ceux de fin de solidification, et ceux du cône de sédimentation. Il est remarquable que le cône de sédimentation soit surmonté par la plage de grains colonnaires orientés vers le haut du lingot.

3.5 - LINGOT 1050 BRASSE A 600 A

Comme dans le cas du brassage à 350 A, la zone de peau n'est pas décelable (Fig. 3.4). La zone colonnaire reste importante. La courbure des joints de grains est beaucoup moins marquée que dans le cas précédent. La transition colonnaire-équiaxe s'effectue après un affinement des grains colonnaires. La zone équiaxe est continue sur toute la hauteur du lingot. Les remarques sur le cône de sédimentation sont similaires au cas brassé à 350 A.

3.6 - LA ZONE COLONNAIRE

Les quelques exemples ci-dessus montrent que la macrostructure de nos lingots peut être décrite en termes simples uniquement dans le cas du fort brassage sur des alliages connus pour donner un grain fin. Sur d'autres, la description est parfois compliquée. En particulier, il n'est pas possible de caractériser la transition colonnaire équiaxe par un paramètre général par exemple une fraction de surface. Dans certains cas la frontière est bien définie (par exemple sur l'alliage 1050), dans d'autres, il y a une transition progressive (par exemple alliage 5182).

Les caractéristiques de la zone colonnaire dépendent beaucoup de l'alliage d'abord, du brassage dans une moindre mesure. L'augmentation du brassage réduit l'extension de la zone colonnaire dans les alliages à grains "naturellement" fins. Mais il n'y a pas d'effet net sur le 1050. Dans certains alliages, on peut distinguer des grains équiaxes enrobés à l'intérieur d'une plage de grains allongés orientés, donc colonnaires. Ces phénomènes manifestent une compétition dynamique entre la croissance des grains colonnaires et celle des grains équiaxes.

Dans les cas de brassage, la zone colonnaire, quand elle existe, est formée de grains fins, alors qu'ils sont grossiers en convection naturelle. Par ailleurs, ces grains sont allongés avec des joints obliques par rapport à la paroi froide, traduisant l'orientation due à la convection naturelle. Par contre, les joints colonnaires sont approximativement perpendiculaires à la paroi dans le cas du brassage, ce qui est paradoxal.

3.7 - RETASSURE - POROSITE

La retassure est bien individualisée seulement en convection naturelle. Par contre, dans le cas brassé, il apparait une multitude de porosités située en fin de solidification sur toute la hauteur et aussi dans la partie supérieure du lingot sur toute la largeur.

3.8 - RESULTATS CONCERNANT LA TAILLE DE GRAINS EQUIAXES

Compte tenu de l'orientation du programme, une attention particulière a été portée à la taille des grains équiaxes. Celle-ci a été mesurée par les méthodes indiquées au chapitre 2 sur des échantillons prélevés à mi-hauteur du lingot, au coeur de la zone équiaxe. Les résultats sont reportés dans le tableau 3.1. Nous avons ajouté les résultats obtenus par BLOCH /Rapport interne/.

Le tableau 3.1 comporte des résultats obtenus par analyse d'images et par la méthode des intercepts. En ce qui concerne ces derniers, les deux colonnes correspondent à des expériences réalisées à deux périodes différentes. Notons d'abord que les deux séries d'expériences donnent la même tendance. Le grain s'affine avec le brassage, mais les résultats sur les tailles de grains sont sensiblement différents.

La première hypothèse est une différence de composition entre les deux livraisons distinctes d'alliages 5182. Toutefois l'analyse chimique montre des compositions conformes aux fourchettes indiquées dans l'annexe B sauf pour le manganèse dont la teneur est très basse. Mais cet écart ne justifie pas une telle variation de la taille des grains.

Cependant la taille de grains peut être influencée par l'histoire thermique des lingots, par exemple si le métal liquide a été soumis à une surchauffe importante. Nous n'avons pas eu plus d'information à ce sujet.

La deuxième hypothèse porte sur la procédure opératoire. Il faut remarquer à ce propos que sur la première série d'expériences deux opérateurs ont produit des résultats concordants. Toutefois le four a été reconstruit, et le creuset changé. Mais la température du bain était suivie de la même façon, d'ailleurs les enregistrements donnent des températures de coulée similaires.

3.8.1 - Résultats obtenus par analyse d'image

La figure 3.5b montre le décalque des contours de grains d'une micrographie de l'alliage 5182-2 brassé à 600 A (fig 3.5a). La figure 3.5 c met en évidence que la taille des grains n'est pas unique. Sur cette figure, la flèche indique la valeur moyenne. Il existe un petit nombre de grains de grande taille. L'ordinateur indique la valeur du diamètre équivalent du plus grand grain qu'il rencontre. Par ailleurs, le nombre de grains plus petits que la valeur moyenne est très élevé. Toutefois, la taille minimum indiquée n'est pas significative. Elle reflète la limite des plus petits grains décalqués. Pour un essai donné, des échantillons ont été prélevés à différents endroits du lingot. La figure 3.6. indique leur emplacement. Le tableau 3.2 rassemble les différents résultats. Les écarts des diamètres entre les différentes positions sont faibles car tous les échantillons proviennent de la zone équiaxe d'un lingot brassé.

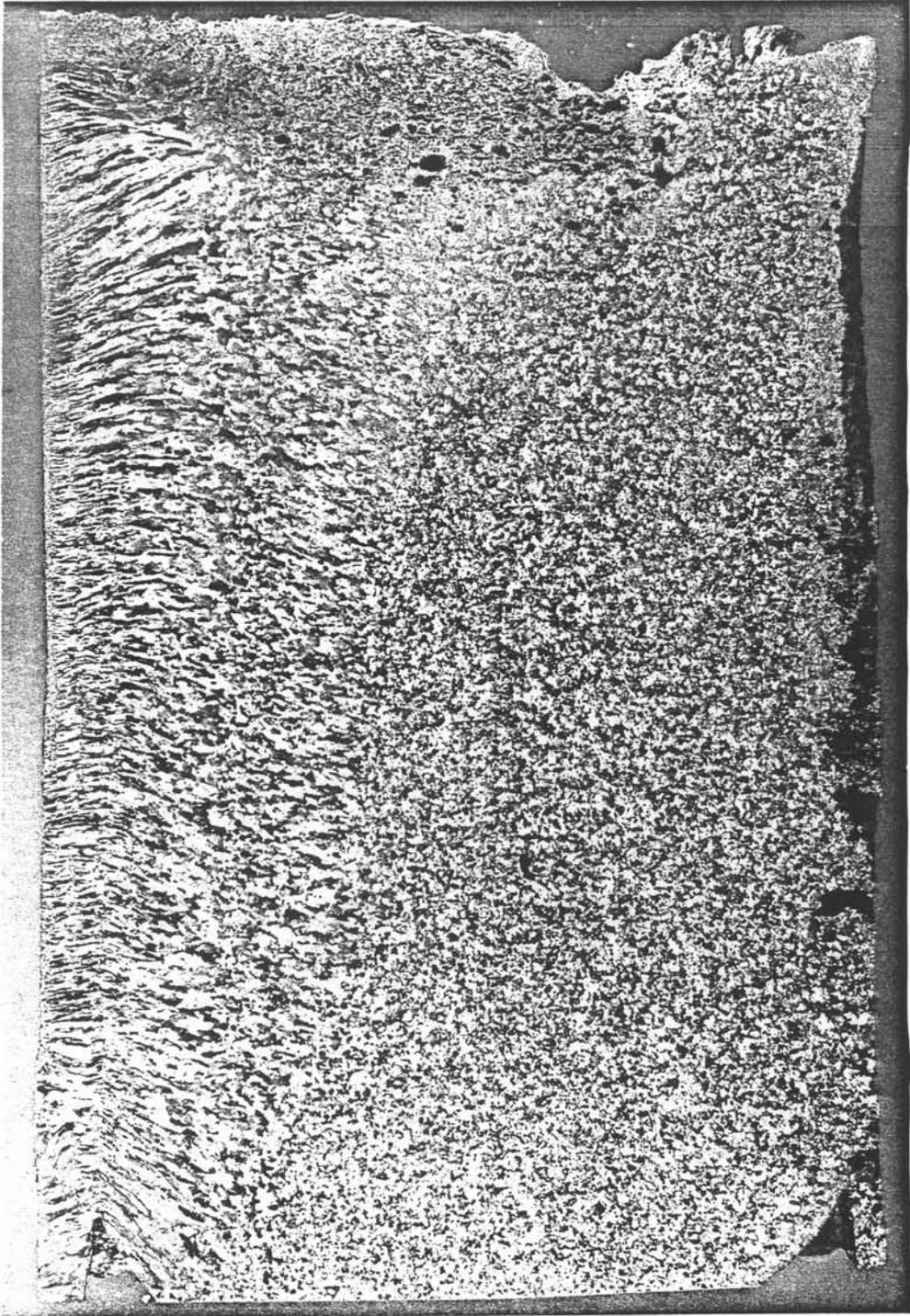


FIGURE 3.1 - *Lingot 5182 brassé à 600 A.
Hauteur 30 cm, largeur 20 cm - Attaque macrographique,
Réactif HF puis eau régale.*

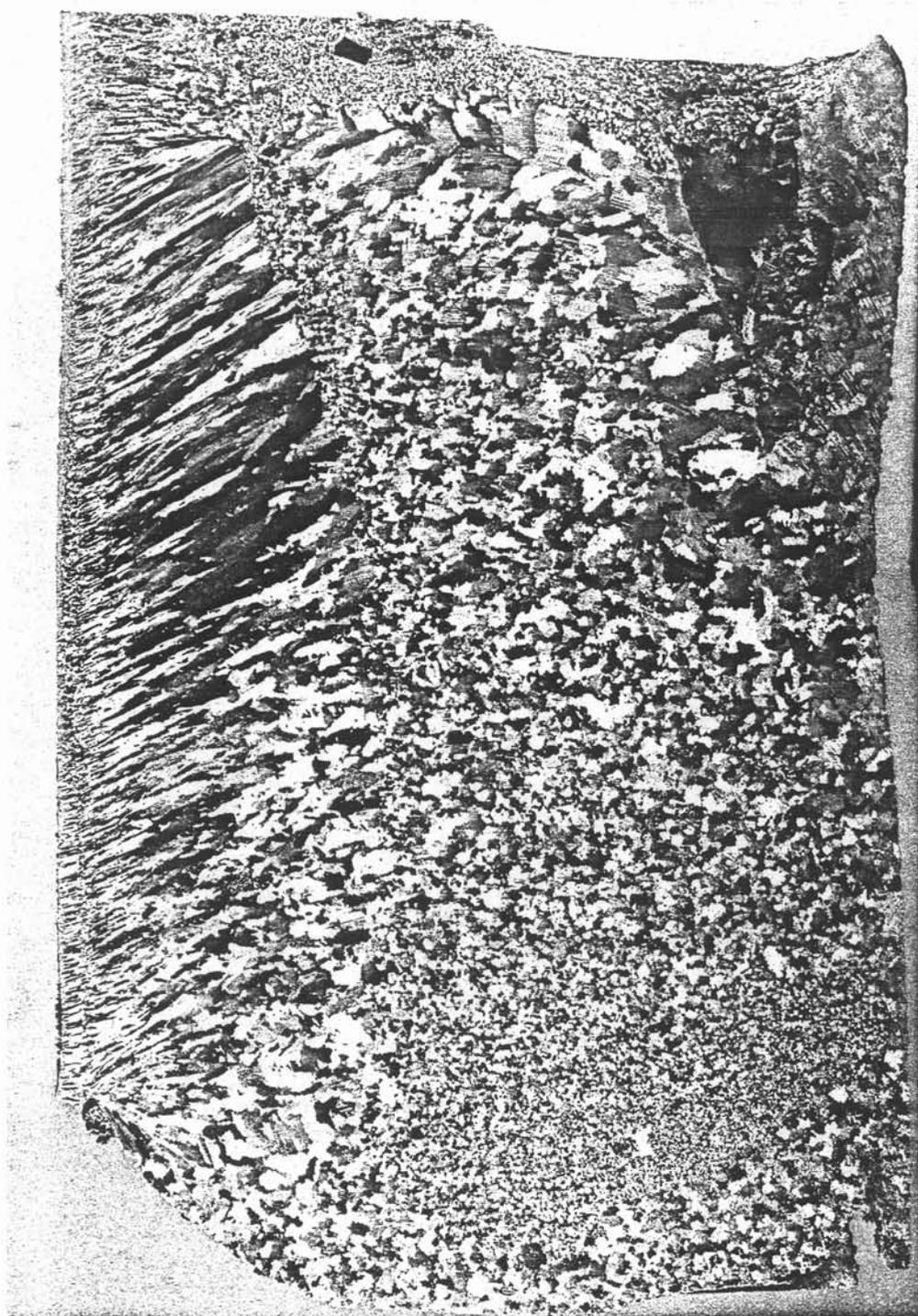


FIGURE 3.2 - Lingot 5182 solidifié en convection naturelle
Hauteur 30 cm, largeur 20 cm, attaque macrographique,
Réactif HF puis eau régale.

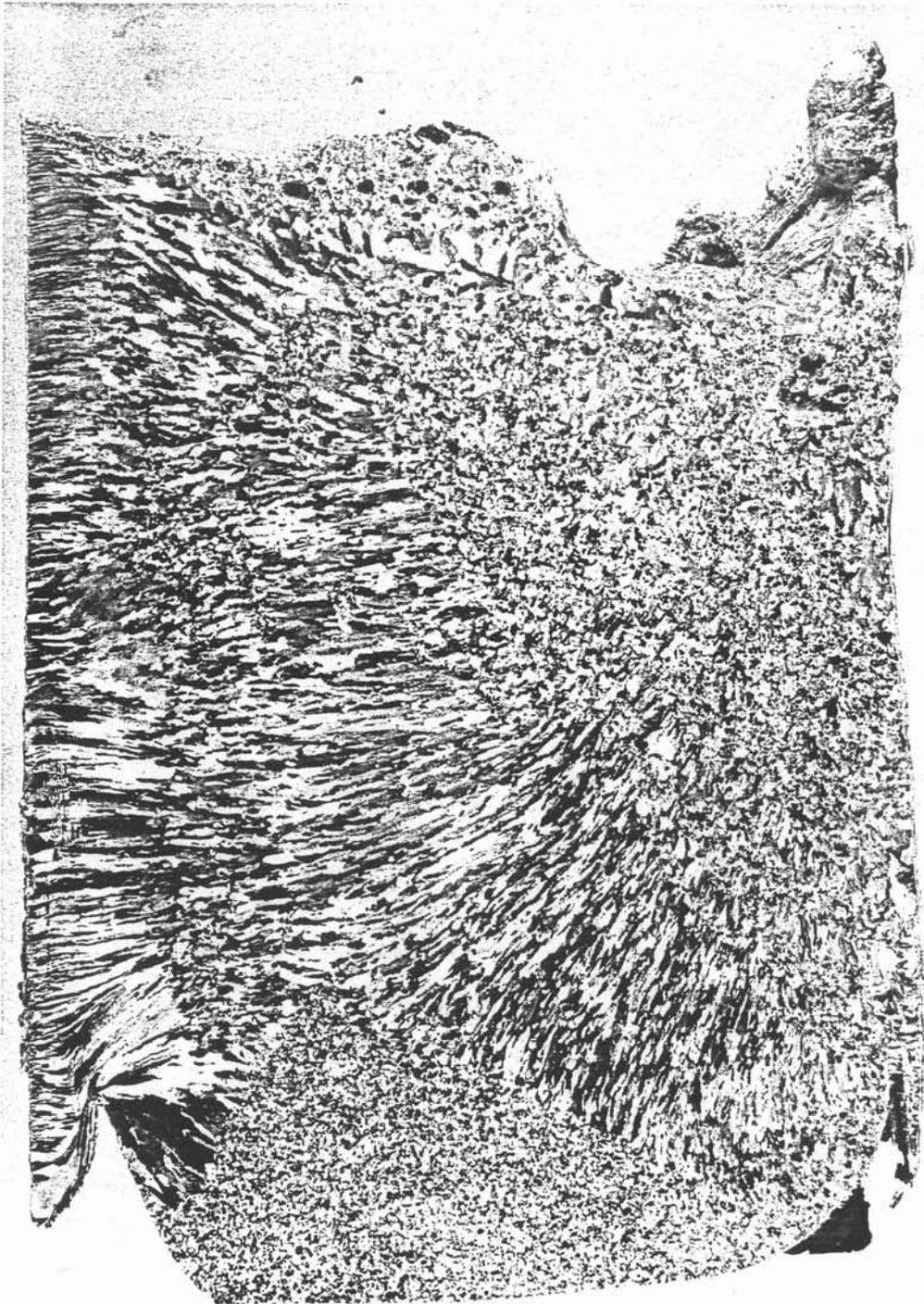


FIGURE 3.3 - Lingot 1050 brassé à 350 A.
Hauteur 30 cm, largeur 20 cm, attaque macrographique,
Réactif HF puis eau régale.

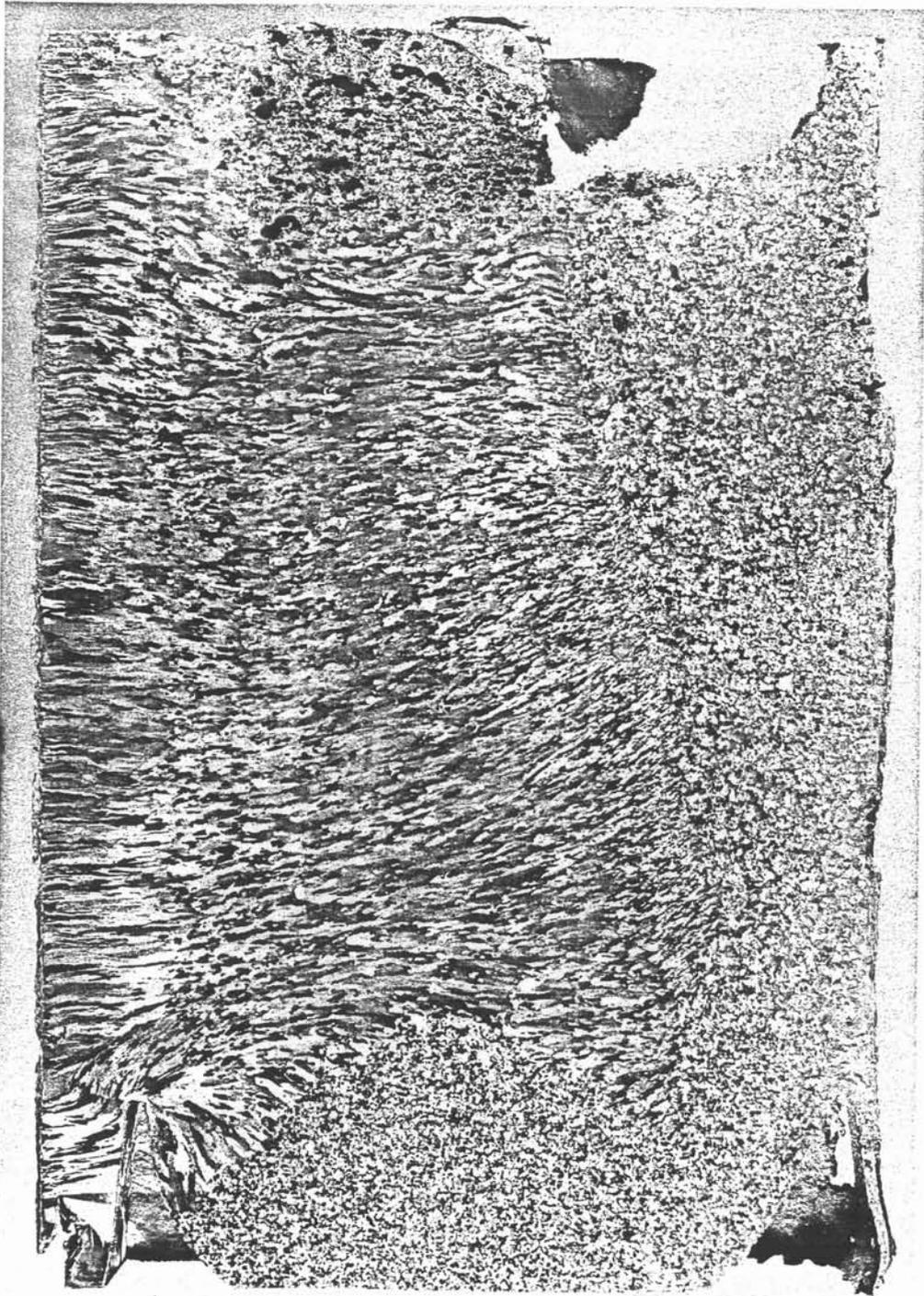


FIGURE 3.4 - Lingot 1050 brassé à 600 A.
Hauteur 30 cm, largeur 20 cm, attaque macrographique,
Réactif HF puis eau régale.

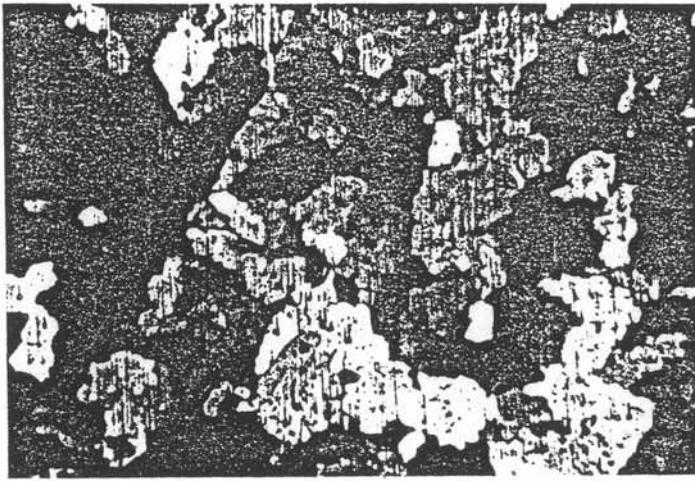
Tableau 3.1 - Tailles des grains équiaxes en fonction de l'intensité de brassage et de la composition (DB= mesures par Didier BLOCH,) L, longueur interceptée, D_{eq} , diamètre équivalent par analyse d'images. R brassage dans le sens inversé de celui de la convection naturelle, ZS cône de sédimentation.

Alliage	Intensité (A)	Taille de grains		
		L mm	L mm	D_{eq} mm
1050	600	-	(526)	526
	600	-	-	337 (ZS)
	350	-	(700)	566
	350	-	-	344 (ZS)
2024	400 (R)	300 (DB)		
	350	300 (DB)		
	245	350 (DB)		
2024 + Ti	350 (R)	300 (DB)		
3004	350 (R)	400 (DB)		
	350	360		
	50	420		
5182-1	600	-		
	450	250		
	350	200		
	350 (R)	242 (DB)		
	250	230		
	200	-		
	50	(540)		
CN	(830)			
5182-2	600		393	335
	350		387	340
	200		428	393
	CN		800	882
6060	350	480		
7010	350	340		
	350 (R)	500 (DB)		
7010 + Zr	350 (R)	500 (DB)		

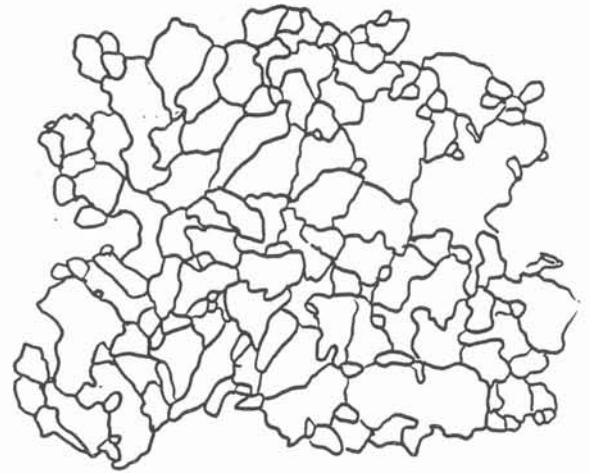
Remarque : Les valeurs entre parenthèses correspondent à des tailles de grains trop grossières par rapport à la norme. Elles doivent être considérées comme des estimations.

Tableau 3.2 - Influence de la position de l'échantillon sur les résultats des mesures par analyse d'image.

	Position	n° d'échantillon	D moy	D min	D max	Ecart type
			mm	mm	mm	mm
5182						
600 A	A	3.B	332	51	1182	204
	A	3.B	338	54	1309	238
	B	3.4	298	42	1256	186
	C	4.3	349	47	1433	262
350 A	C	1.21	316	50	1123	219
	A	2.4	340	41	1405	265
	C	1.2	379	53	1494	279
	D	3.21	270	52	1457	262
200 A	A	2.4	393	45	1546	275
	C	1.2	427	58	1584	320
	C	1.2	479	46	2534	381
	E	2.3	303	46	1514	194
CN	A	7.2	880	50	2503	650
1050						
350 A	A	2.4	566	78	1913	409
	Cone	Cone	344	54	1228	216
600 A	Cone	Cone 5.2	336	36	1192	200
	Cone	Cone 5	376	31	1461	200
	A	3.5	526	68	1509	296
	B	3.6	550	65	1510	309



a



b

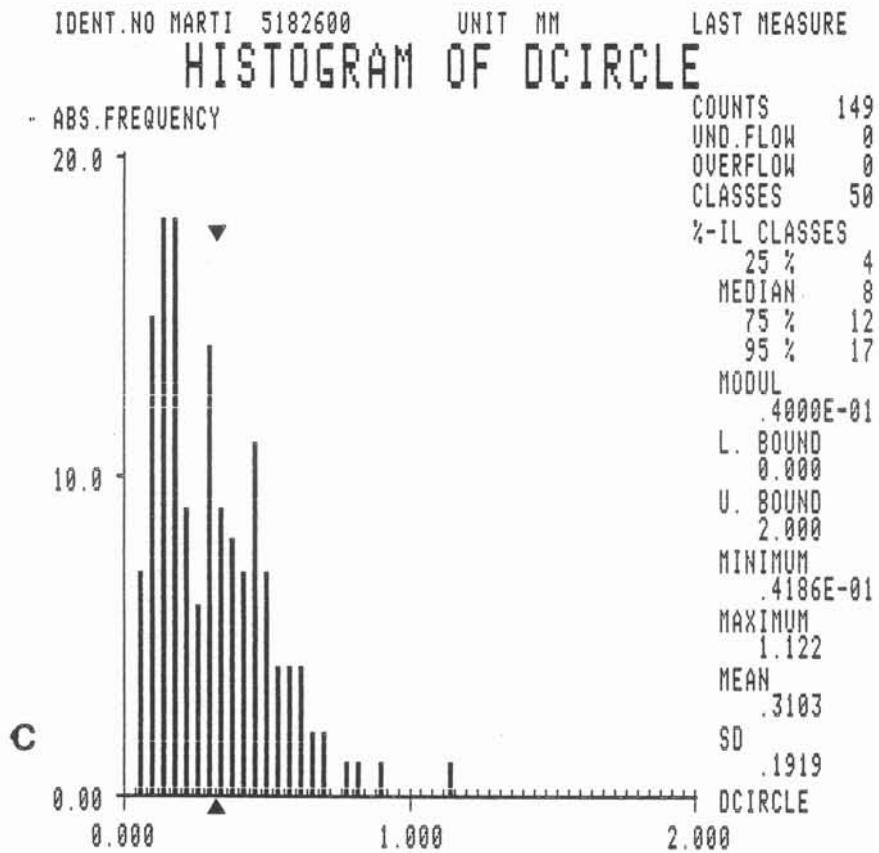


FIGURE 3.5 - Etude de la distribution de grains par analyse d'image sur l'alliage 5182 brassé à 600 A : a) Micrographie, b) Contours des grains obtenus par décalque c) Histogramme correspondant.

3.8.2 - Influence du brassage d'après les résultats d'analyse d'image

Sur une nuance d'alliage, le 5182, nous avons étudié l'influence du brassage sur la taille des grains équiaxes. Deux séries d'expériences ont été réalisées avec des intensités variant de 0 à 600 Ampères, sur deux lots d'alliage dans les conditions décrites dans le chapitre 2 (Tableau 3.2). Dans les deux cas, la taille de grains diminue lorsque le brassage augmente.

Pour appliquer l'analyse d'image, nous avons choisi des plages situées à une même position dans le lingot. La figure 3.7 montre que le brassage influe sur la taille moyenne et sur la taille des gros grains. L'effet est très marqué lorsque l'on passe de la convection naturelle à un brassage à 200 A et il s'affaiblit pour les fortes intensités.

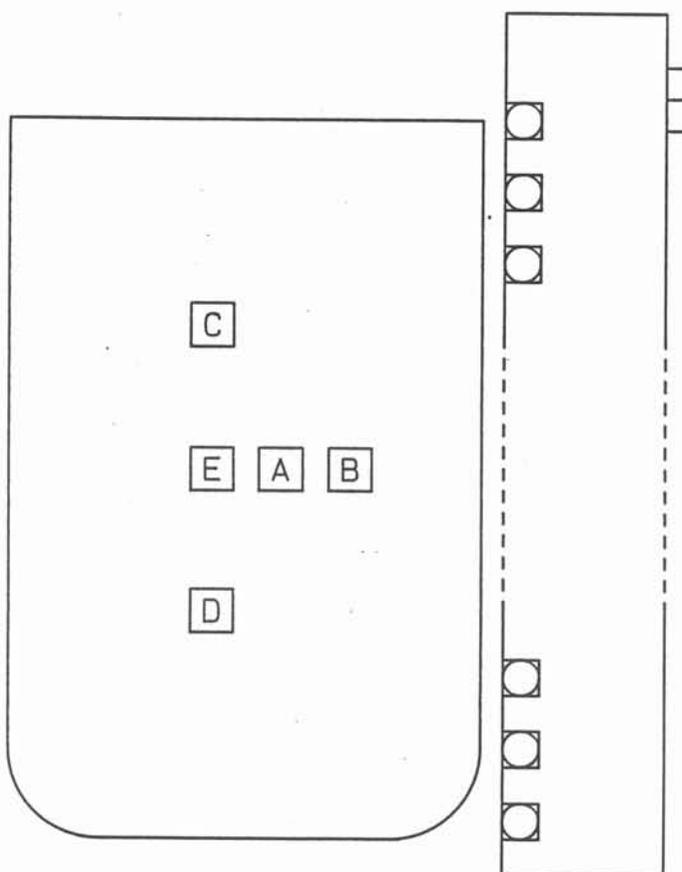


Figure 3.6 - Schéma du lingot indiquant l'emplacement des échantillons pour l'analyse d'image

3.8.3 - Influence du brassage d'après les résultats de la méthode des intercepts

Cette technique donne une longueur moyenne L de segments interceptés. Les spécialistes admettent qu'il existe une corrélation statistique entre L et Deq , mais celle-ci n'est pas assez serrée pour que le rapport entre ces grandeurs mesurées sur une même plage soit constant. En général, L est inférieur à Deq d'environ 15 %. Il est vraisemblable que l'écart est d'autant plus fort que les grains sont grossiers. La figure 3.8 comme la figure 3.7 montrent que la taille de grain diminue jusqu'à un "plateau" vers $230 \mu\text{m}$. Pour une même méthode de mesure (longueur L) nous constatons un écart d'environ $150 \mu\text{m}$, entre 5282-1 et 5282-2 mais la tendance générale est la même.

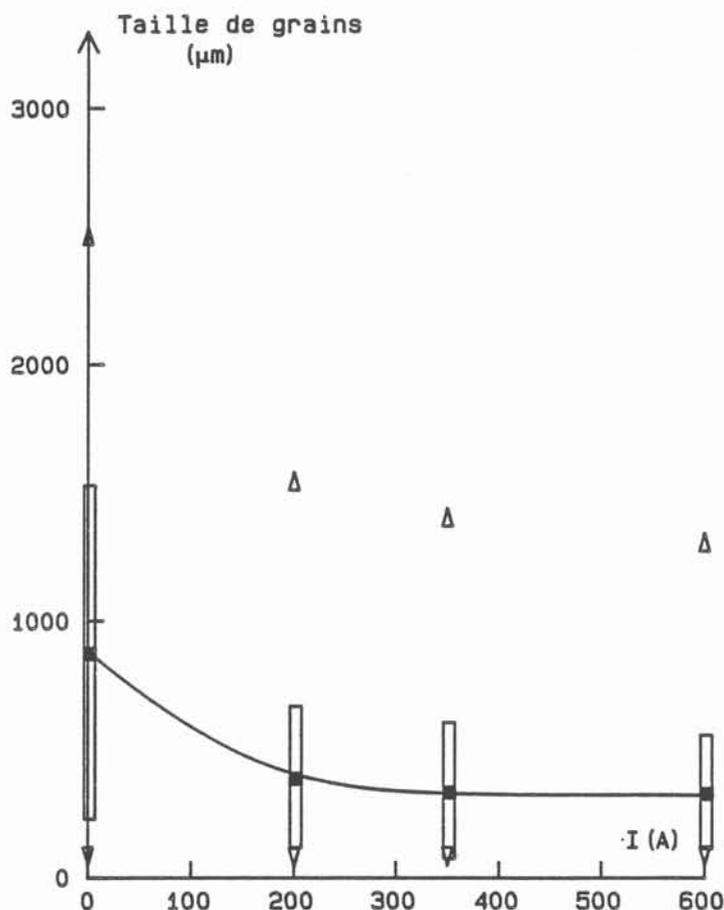


Figure 3.7 - Diamètre équivalent pour l'alliage 5182-2 à différents niveaux de brassage
 Δ , diamètre maximum, ∇ diamètre minimum, \square valeur moyenne, le rectangle représente l'écart quadratique moyen.

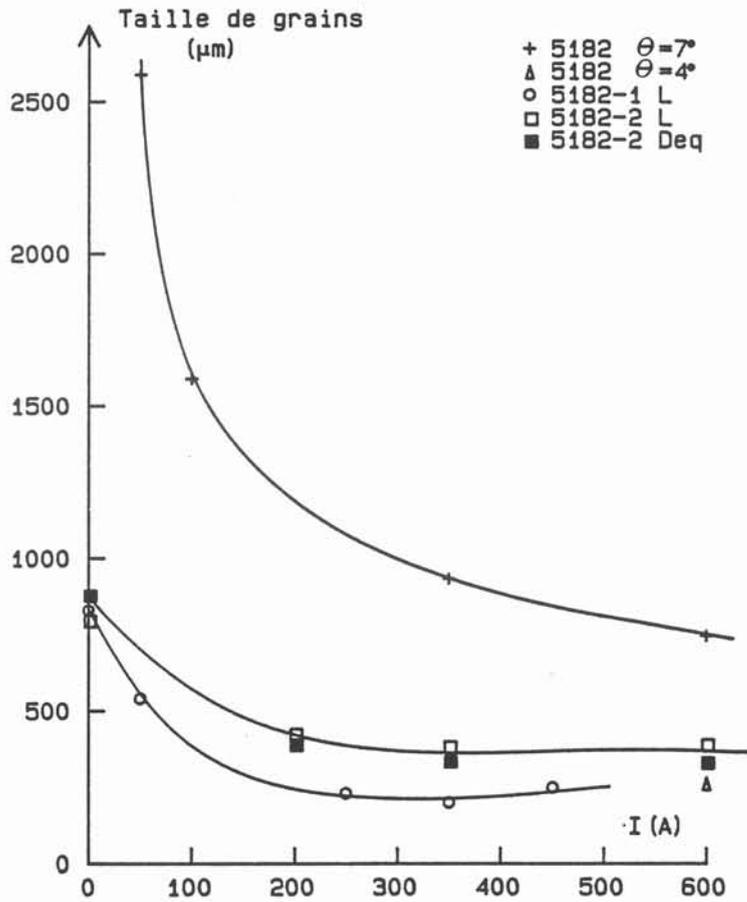


Figure 3.8 - Taille de grains équiaxes, évaluée par la longueur L, et par le diamètre Deq en fonction de l'intensité de brassage. Valeurs mesurées (carrés noirs, carrés blancs, ronds blancs), valeurs calculées avec $\theta = 7^\circ$ et 4° .

3.8.4 - Comparaison des deux méthodes

Nous venons d'examiner un certain nombre de résultats sur des échantillons, à l'aide des deux méthodes. Ceci permet de faire une comparaison entre elles. Aucune des deux n'évite les étapes fastidieuses de la préparation métallographique et du tracé du contour des grains. La méthode des longueurs interceptées donne uniquement une longueur moyenne d'interception. Par contre, l'analyse d'image fournit beaucoup plus d'informations. Elle renseigne sur la distribution, fait apparaître le grand nombre de petits grains et met en évidence les grains grossiers. Du point de vue des propriétés d'emplois, il est vraisemblable que le comportement de ces derniers sera singulier et pas du tout proportionnel à leur fraction volumique.

3.8.5 - Influence de la composition sur la taille de grain

Une première remarque concerne les grains équiaxes du cône de sédimentation, qui apparaît principalement pour les alliages peu chargés (1050 et 6060). Ces grains se distinguent par leur position et par leur taille. Ainsi dans l'alliage 1050 nous constatons un écart de 200 μm avec le grain de fin de solidification. Les grains sédimentés sont les plus fins.

A intensité de brassage équivalente, les alliages peu chargés présentent des grains beaucoup plus grossiers. Si on prend en compte uniquement le brassage à 350 A, le tableau 3.1 montre qu'il y a une différence significative entre la taille de grains des différents alliages. Le classement dans l'ordre de taille de grains croissante donne :

$$5182 < 7010 < 3004 < 6060 < 1050$$

Les résultats concernant le 2024 ayant été obtenus par un autre expérimentateur et dans des zones différentes, ils ne sont pas pris en compte dans ce classement. Le classement obtenu est similaire à celui de la coulée continue. Dans ce cas, le 2024 est plus fin que le 5182.

CHAPITRE 4

COURBES DE REFROIDISSEMENT

4.1 ALLURE GENERALE D'UN THERMOGRAMME

La figure 4.1 présente un thermogramme typique de ceux enregistrés lors d'une coulée d'un lingot. Il provient d'une expérience de solidification d'alliage 5182 avec une intensité de 600 A dans le moteur linéaire, correspondant à un brassage fort. D'après les changements de pente, on peut distinguer plusieurs étapes :

Etape AB : La lingotière est remplie. Le métal complètement liquide prend rapidement le mouvement de convection imposé par les forces électromagnétiques. Le refroidissement est lent : sa cinétique est imposée par les échanges, faibles, à partir de la surface libre et les pertes, encore plus faibles, à travers les parois isolées.

Etape BC : L'écran isolant masquant la plaque refroidissante est brusquement retiré. Le métal se trouve alors en contact avec une paroi froide, le refroidissement est nettement accéléré. Durant cette période, une couche de métal solide commence à se former et à se développer contre la paroi froide. Le reste de métal, encore liquide, continue d'être brassé. L'échelle de la figure ne convient pas pour déceler plus de détails.

Etape CD : Le thermogramme présente une pente très faible, voire nulle. Cette partie du thermogramme est nommée pseudo-palier. Nous verrons plus loin que la réduction de la vitesse de refroidissement correspond au dégagement de chaleur latente associé à la formation de solide. La durée de cette étape est corrélée à la position du thermocouple dans la lingotière. Elle augmente avec l'éloignement du thermocouple de la paroi froide. C'est dans cette étape que d'éventuelles recalescences peuvent être observées, à condition de choisir une échelle adaptée.

Etape DE : En D le thermogramme montre une augmentation de la vitesse de refroidissement. Nous verrons qu'elle peut être associée avec la fin du dégagement de chaleur latente au voisinage immédiat du thermocouple, du moins à une réduction du dégagement de chaleur, le thermocouple étant emprisonné dans du solide. Toutefois, la température lue étant bien supérieure à celle du solidus, il reste une proportion importante de liquide, qui circule par percolation à travers le squelette solide.

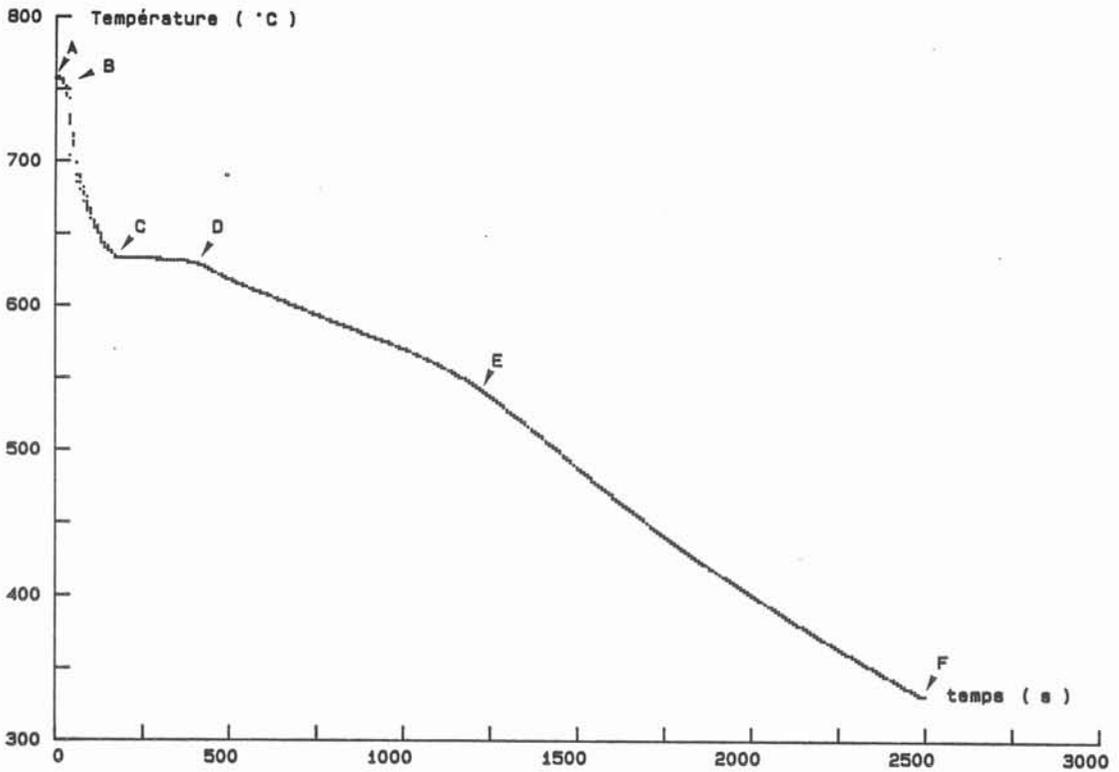


Fig. 4.1- Thermogramme global enregistré pendant la solidification d'un lingot d'alliage 5182 brassé à 600 A, thermocouple 8.

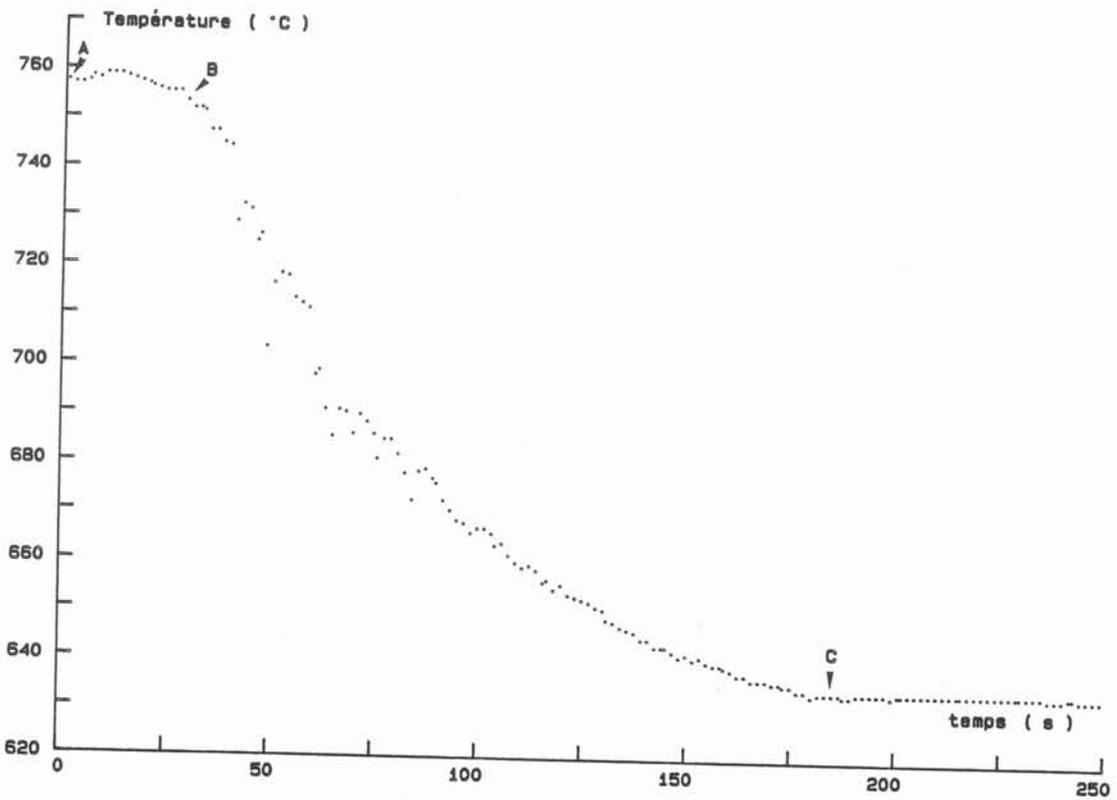


Fig. 4.2- Agrandissement du régime de refroidissement du liquide. Essai 5182-600 A, thermocouple 8.

Etape EF : Le thermogramme montre une nouvelle accélération de la vitesse de refroidissement. Nous l'associons avec l'arrêt du mouvement fluide dans le lingot, et donc du dégagement de chaleur latente. Le régime thermique se réduit au seul transfert par conduction à travers le solide.

En fait l'exploitation des thermogrammes nécessite de les examiner à une échelle appropriée. Celle-ci a été choisie de façon à regrouper un nombre de points significatifs, tout en mettant en évidence d'éventuels accidents ou fluctuations et à visualiser la tendance moyenne de l'étape considérée.

4.2 - ANALYSE D'UNE COURBE TYPIQUE DE REFROIDISSEMENT DU METAL LIQUIDE BRASSE

Comme le montre la figure 4.2, le régime de refroidissement du liquide se traduit par des courbes d'allure exponentielle. Les mesures sont une suite de points expérimentaux θ_i , température mesurée à l'instant u_i . Ces mesures fluctuent autour d'une valeur moyenne T_i , qui, nous le verrons au chapitre 5, peut être représentée par l'équation:

$$T_i = T_{fr} + (T_C - T_{fr}) \exp(-u_i/u_{ref}) \quad (4.01)$$

Cette équation met en jeu deux paramètres qui interviennent de façon non linéaire :

- T_{fr} , température du front à laquelle la chaleur du bain est transférée.
- u_{ref} , durée caractéristique du refroidissement, dont l'expression fait intervenir le coefficient d'échange entre le liquide et le front, h_T étant la valeur expérimentale :

$$u_{ref} = \frac{\rho C_p \nu}{h_T \mathcal{V}} \quad (4.02)$$

En ce qui concerne la taille de grains, le modèle présenté au chapitre 5 montre que le paramètre thermique significatif est la vitesse de refroidissement P :

$$P = - \frac{h_T \mathcal{V}}{\rho C_p \nu} (T - T_{fr}) \quad (4.03)$$

Pour déterminer les deux paramètres T_{fr} et u_{ref} représentant le mieux la courbe moyenne de refroidissement, nous appliquons une méthode de moindres carrés non linéaires:

$$F(T_{fr}, u_{ref}) = \sum_{i=0}^{i=n-1} (\theta_i - T_i)^2 \quad (4.04)$$

La fonction $F(T_{fr}, u_{ref})$ est rendue minimum par la méthode de Hooke et Jeeves. C'est une méthode de minimisation pas à pas. Un couple de valeurs (T_{ref}, u_{fr}) étant choisi,

le logiciel calcule la somme des carrés des écarts. Puis, il fait subir à u_{ref} et à T_{fr} des accroissements algébriques et il détermine de proche en proche le couple (u_{ref}, T_{fr}) qui rend minimum la somme des carrés des écarts. Pour des raisons pratiques liées à la modélisation (chapitre 5) nous avons travaillé avec les paramètres T_{fr} et h_T . Cette manière d'estimer les paramètres donne une bonne représentation des courbes moyennes expérimentales, comme le montre la figure 4.3.

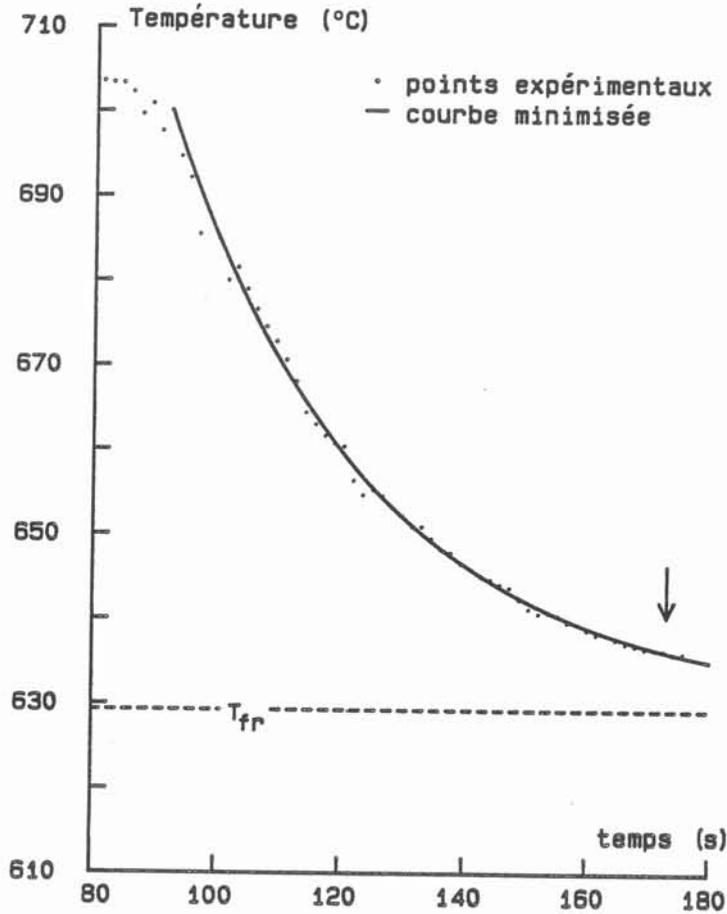


Figure 4.3 - Comparaison de la courbe calculée par minimisation avec les points expérimentaux. Alliage 5182 brassé à 200 A .
La flèche indique le minimum de recalescence.

Du fait des fluctuations de température, le résidu de la minimisation D_{min} n'est jamais nul. Il est la somme des carrés des écarts $(\theta_i - T_i)$. Nous le ramenons à un écart type par la formule :

$$\sigma = (D_{min} / n)^{1/2} \tag{4.05}$$

σ est une mesure des fluctuations de température, ainsi que de la qualité de la représentation par la loi (4.01).

Le Tableau 4.1 montre l'influence des valeurs initiales de h_T et T_{fr} , ainsi que celle du pas d'exploration autour de ces valeurs, sur les résultats de la minimisation. Celle-ci est appliquée à toute l'étape de refroidissement du liquide, c'est à dire de u_c à

u_{\min} . Les résultats restent groupés. Ils se montrent remarquablement peu sensibles aux paramètres de la méthode.

Vu la stabilité des résultats et la bonne superposition des courbes expérimentales et des courbes calculées à partir de T_{fr} et h_T , cette méthode donne une bonne estimation des paramètres expérimentaux moyens h_T et T_{fr} permettant une représentation correcte de la loi de refroidissement du liquide. Pour la suite de l'exploitation, les valeurs initiales utilisées pour toutes les minimisations sont :

$$h_0 = 4000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$$

$T_{fr} = T_Q$, valeur expérimentale de la température de liquidus de l'alliage.

Pour l'analyse des phénomènes de solidification, nous avons pris en compte les résultats de la minimisation effectués sur les 40 secondes avant le minimum de la recalescence. (annexe E)

Tableau 4.1 - Influence des paramètres de la minimisation sur les paramètres h_T et T_{fr}
Essai 5182 - 600 A, thermocouple 5, ($\sigma = 4.4$)

h_o (W m ⁻² K ⁻¹)	accrois h_T (W m ⁻² K ⁻¹)	T_{fro} (°C)	accrois T_{fr} (°C)	h_T (W m ⁻² K ⁻¹)	T_{fr} (°C)	iterat.
4000	1000	638	1	10969	630,94	25
5000	-	-	-	10984	631,00	16
7000	-	-	-	10984	631,00	15
10000	-	-	-	10969	630,94	21
15000	-	-	-	10969	630,94	22
3000	-	-	-	11000	631,07	16
1000	-	-	-	10953	630,88	25
4000	1000	640	-	10969	630,94	26
		650	-	10969	630,94	27
		600	-	10953	630,88	31
		630	-	10953	630,88	21
		620	-	10969	630,94	28
4000	500	638	-	10969	630,94	22
	300		-	10000	628,56	15
	100		-	10975	631,00	19
	2500		-	10953	630,88	26
	10		-	10940	630,88	27
4000	1000		0,5	10969	630,94	26
			1,5	10984	631,02	25
			2	10969	630,94	23
			2,5	10938	630,81	16
			5	10938	630,81	18

4.3 - COURBES DE REFROIDISSEMENT D'UN LINGOT 5182 BRASSE A 600 A

La figure 4.4 regroupe les thermogrammes correspondants au refroidissement du métal liquide, pour l'essai 5182 - 600 A. Ils ont tous la même allure générale. Il est possible de dégager quelques observations qualitatives de ces courbes :

1) Les fluctuations de températures sont importantes. Elles sont très marquées pour les thermocouples proches de la paroi froide et s'amortissent lorsqu'on s'éloigne de celle-ci. Ceci a surtout été mis en évidence pour une expérience de solidification sur du 5182 brassé à 350 A, avec une acquisition rapide . Nous remarquons, pour les deux colonnes de thermocouples proches de la paroi froide, que l'étalement dans le temps des fluctuations diminue quand on s'éloigne de la surface libre.

2) Les deux thermocouples au fond de la lingotière présentent des fluctuations de températures très importantes au début du refroidissement. Elles sont vraisemblablement causées par du métal liquide qui s'est trouvé en contact avec la paroi froide juste après le retrait de l'écran et qui a été entraîné par l'effet du brassage.

3) Les pentes moyennes des différents thermogrammes sont du même ordre de grandeur.

Il est difficile de faire une analyse plus détaillée en restant qualitatif. C'est pourquoi nous utilisons la loi de refroidissement (équation 4.01) ajustée sur les points expérimentaux (paragraphe 4.2) pour comparer les courbes des différents thermocouples pour les différents alliages et conditions de brassage. Les résultats sont regroupés dans des tableaux placés dans l'annexe E.

La minimisation a été effectuée sur deux durées différentes. La minimisation dite globale correspond à l'intervalle $u_{\min} - u_c$. L'autre minimisation a été effectuée sur les 40 secondes avant u_{\min} . La première renseigne sur l'ensemble du refroidissement du liquide, la seconde concerne plus particulièrement le refroidissement quand le bain entre en surfusion.

En général, la minimisation globale donne au paramètre des valeurs h_T plus faibles. En regardant les thermogrammes, nous voyons que l'exponentielle apparente n'est au mieux qu'une enveloppe supérieure des points. En effet, ceux-ci s'en écartent de façon aléatoire essentiellement vers le bas. Ces fluctuations s'atténuent dans le temps et n'apparaissent pas dans le refroidissement du solide. C'est pourquoi nous avons écarté l'hypothèse de parasites électriques. Nous admettons que ces écarts traduisent des phénomènes thermiques que nous nommons "paquets froids". Ces fluctuations de températures expliquent le fait que les valeurs de h_T soient plus faibles par la minimisation globale.

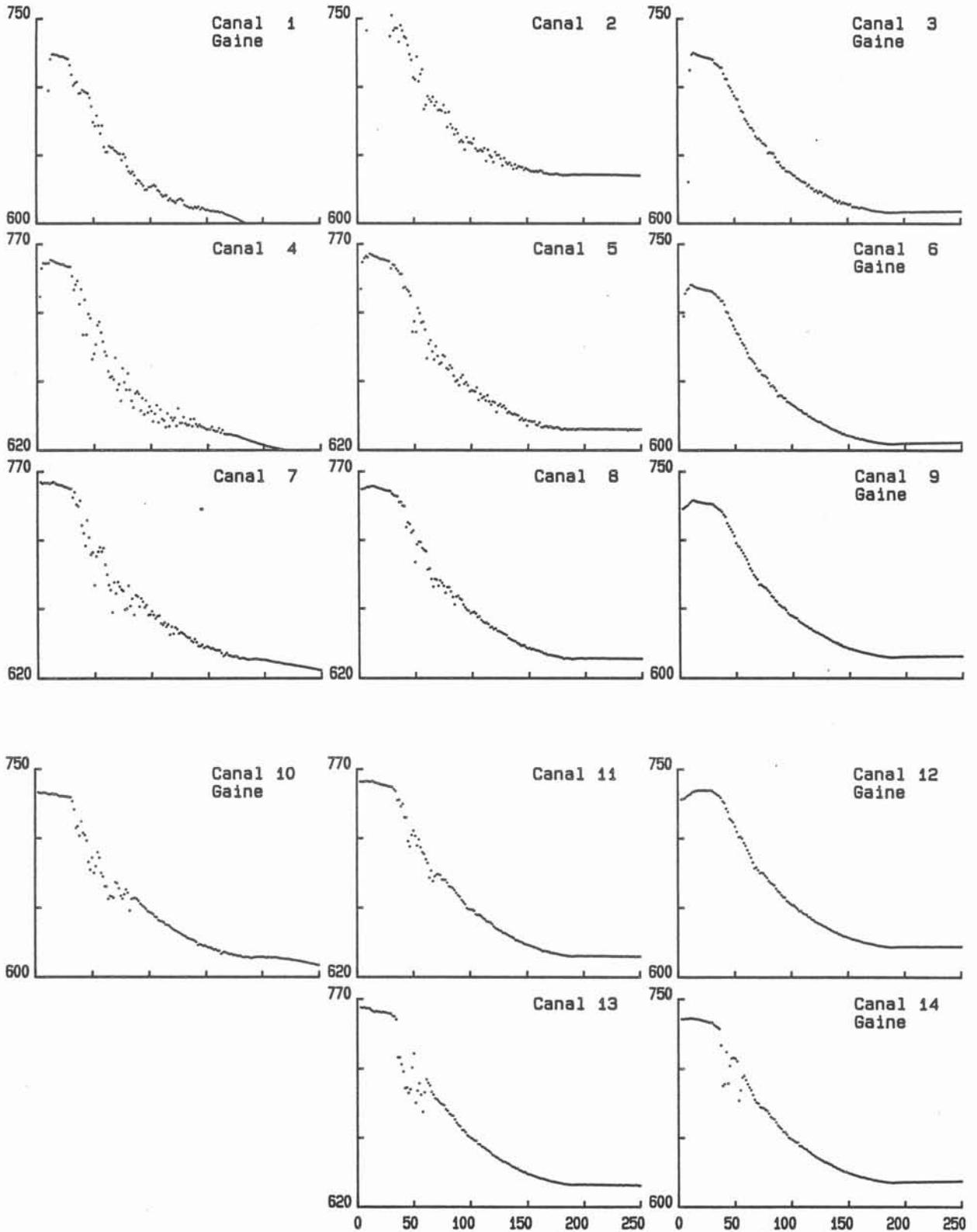


Figure 4.4 - Courbes de refroidissement du liquide - Lingot 5182 brassé à 600 A
En abscisse, temps en secondes. En ordonnée, température en ° C.

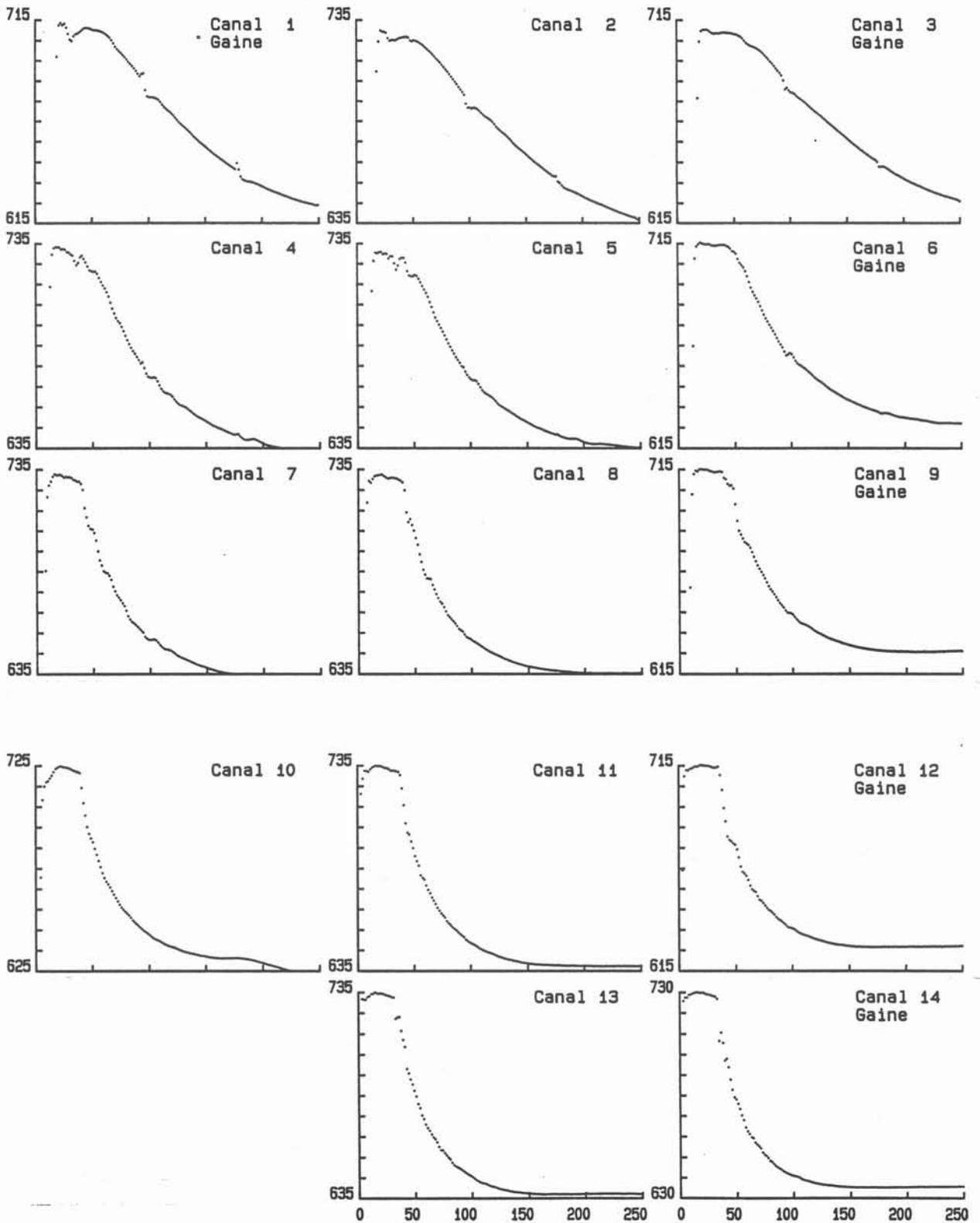


Figure 4.5 - Courbes de refroidissement du liquide - Lingot 5182
solidifié en convection naturelle
En abscisse, temps en secondes. En ordonnées, température en °C

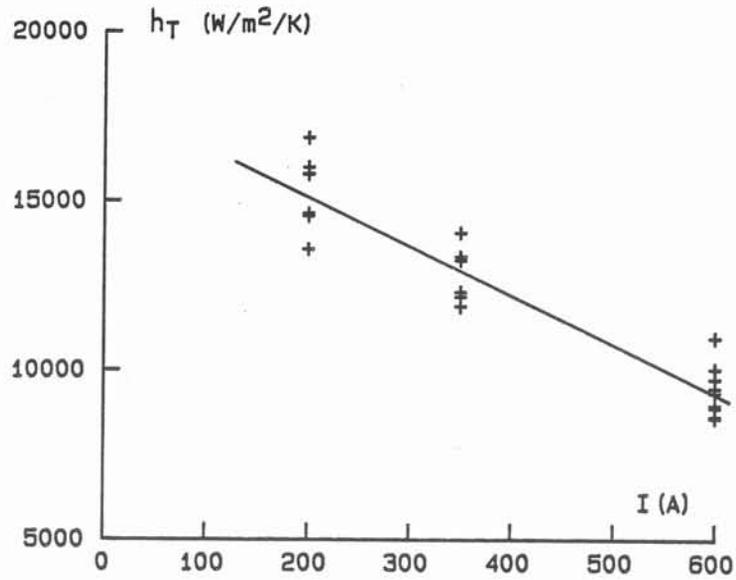


Figure 4.6 - Evolution du paramètre h_T en fonction de l'intensité circulant dans le moteur linéaire.

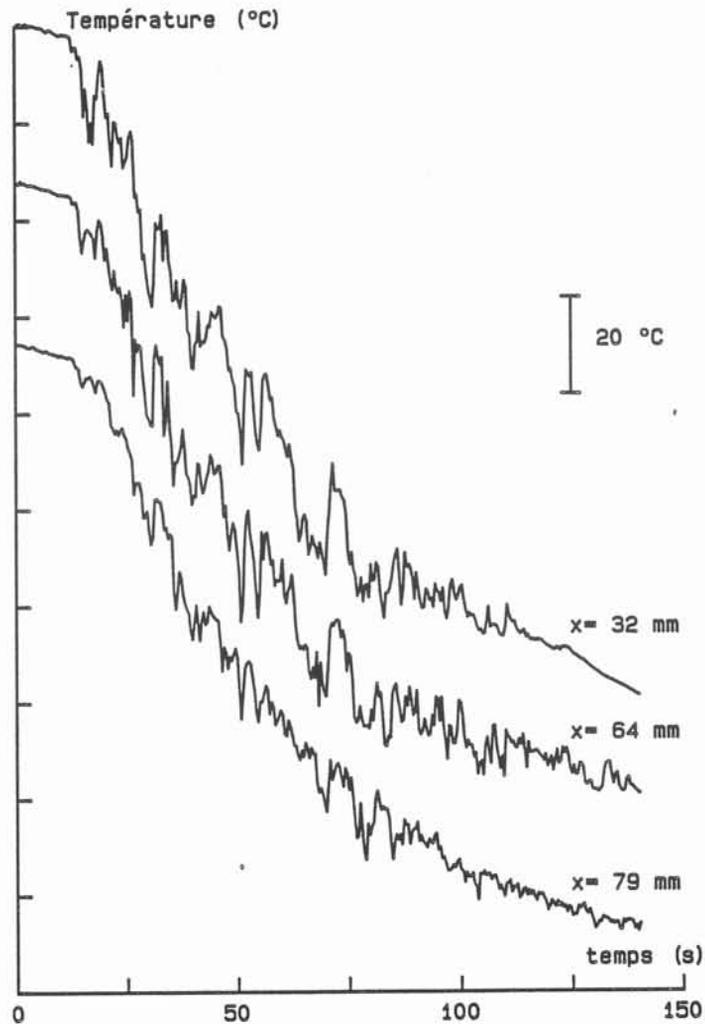


Figure 4.7 - Thermogrammes enregistrés sur un même plan horizontal (alliage 5182 - 350 A, acquisition rapide)

Quel que soit le type de la minimisation, nous remarquons que les valeurs de h_T présentent une uniformité. Il n'y a pas d'écart significatif entre les courbes correspondant à des thermocouples gainés inox et ceux nus dans le métal liquide.

Les valeurs de T_{fr} passent par un minimum au coeur du lingot. Les valeurs de σ décroissent quand on s'éloigne de la paroi froide. L'effet est surtout marqué dans la minimisation globale. L'explication est la même que pour le paramètre h_T .

Du point de vue de la taille de grains, le paramètre significatif est P_L , vitesse de refroidissement à la température de liquidus. Toutefois T_{fr} est calculée seulement par référence au thermocouple considéré. C'est pourquoi, pour le calcul de P_L nous avons remplacé $T_L - T_{fr}$ par $T_{max} + 5K - T_{fr}$ (annexe E).

4.4 - COURBES DE REFROIDISSEMENT D'UN LINGOT 5182 EN CONVECTION NATURELLE

Dans le cas de la convection naturelle, la circulation du métal liquide est directement liée aux écarts de température. De plus, le métal liquide circule près du front solide-liquide dans le même sens que dans les expériences avec brassage forcé.

Les courbes de refroidissement du liquide sont présentées dans la figure 4.5. Contrairement au cas brassé à 600 A, les fluctuations de température sont pratiquement inexistantes. Les pentes moyennes de refroidissement sont nettement dissemblables. Le liquide se refroidit beaucoup plus vite en bas du lingot qu'en haut.

4.5 - EFFET DU BRASSAGE SUR LES COURBES DE REFROIDISSEMENT DU LIQUIDE

4.5.1 - Cas de l'alliage 5182-2.

Sur cette nuance d'alliage, 4 expériences ont été faites à des intensités de brassage différentes (600 A, 350 A, 200 A, et 0 A (convection naturelle)). L'allure générale des courbes ne change pas. Les résultats de la minimisation sont donnés dans les tableaux de l'Annexe E. Les valeurs des paramètres h_T ont une dispersion faible pour les cas brassés. La convection naturelle donne un large éventail des valeurs de h_T . Dans la minimisation globale, nous avons un facteur d'environ 6 entre le haut du lingot et la bas, qui se ramène à un facteur 3 dans la minimisation partielle. Cette différence s'explique par la forte pente des thermogrammes pour les thermocouples du bas du lingot.

La figure 4.6 donne l'évolution de h_T avec l'intensité passant dans le moteur linéaire. Nous constatons que plus le brassage est fort, plus le paramètre h_T est faible, ce qui est paradoxal. En fait les courbes de refroidissement sont décrites par 2 paramètres, h_T et T_{fr} , qui ne sont pas indépendants. Les valeurs calculées pour P à $T_{max} - T_{fr} + 5K$ (Annexe E) montrent que l'effet principal du brassage est d'uniformiser la vitesse de refroidissement.

Lorsque le brassage augmente, P a tendance à décroître comme h_T .

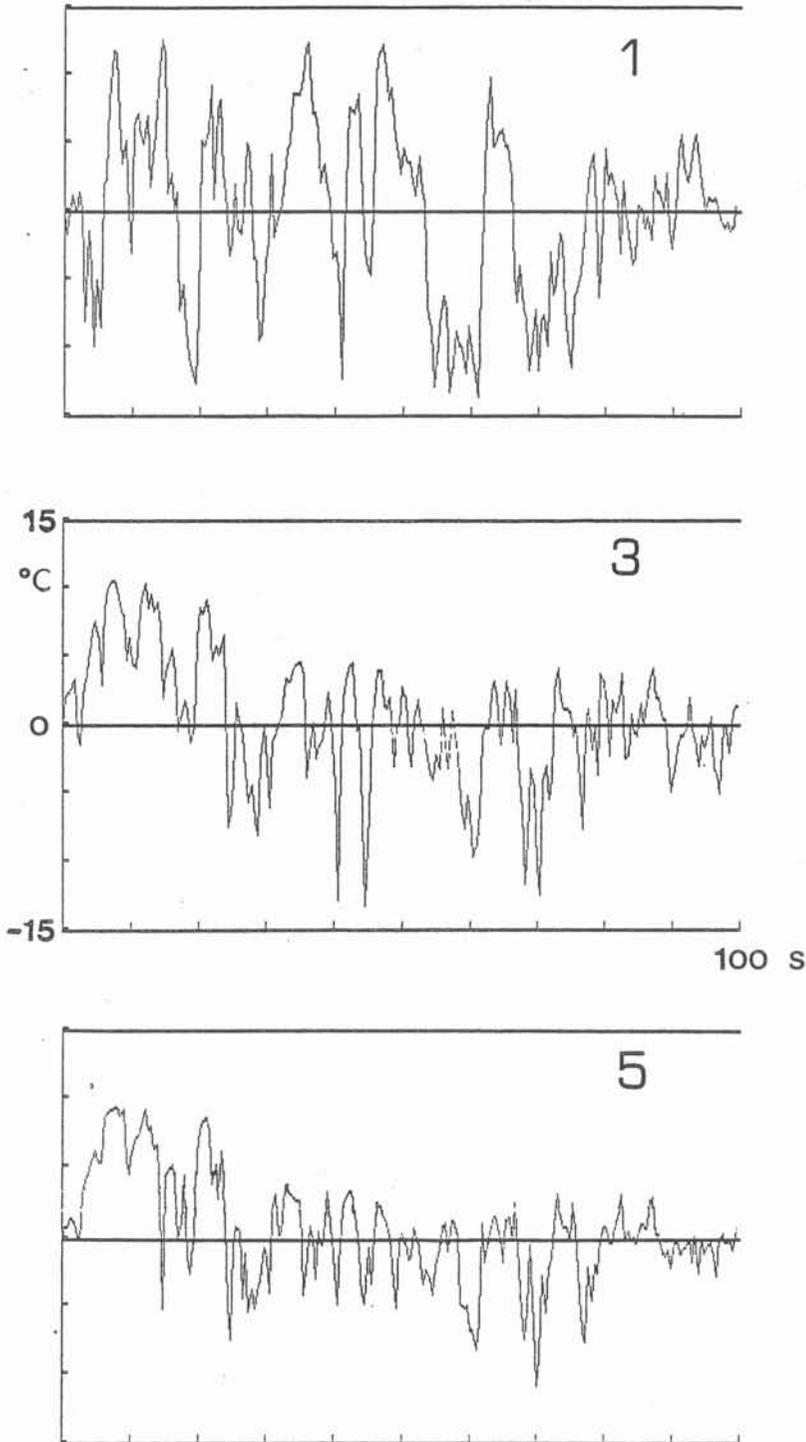


Figure 4.8 - Evolution des fluctuations de température en fonction du temps
et de la distance à la paroi froide
Essai 5182 - 350 A, thermocouples 1, 3 et 5

4.5.2 - Les fluctuations de température

Comme nous l'avons vu précédemment, le brassage du métal liquide en cours de solidification provoque des fluctuations de température pouvant atteindre une dizaine de degrés. Une manière de quantifier ces fluctuations est l'écart type s donné par la minimisation, car généralement la distorsion entre les points expérimentaux et la courbe minimisée est faible. Les remarques qui suivent sont tirées des résultats de la minimisation globale. L'écart type est beaucoup plus grand à 600 A qu'à 350 ou 200. Il diminue quand on s'éloigne de la paroi froide, et aussi, en général, de la surface libre. Les deux thermogrammes du fond du lingot ont un écart type plus fort.

Pour avoir plus de renseignements sur ces phénomènes, nous avons augmenté la vitesse d'acquisition. Cette expérience est faite avec 6 thermocouples dans un même plan horizontal à mi-hauteur du lingot. La figure 4.7 montre 3 thermogrammes décalés. La courbe supérieure est celle du thermocouple le plus près de la paroi froide. Nous voyons nettement que ces fluctuations sont corrélées, d'un thermocouple à l'autre. Cette corrélation peut être interprétée comme résultant de l'effet d'un tourbillon qui lèche le front solide-liquide et se refroidit à son contact. C'est un phénomène caractéristique de l'écoulement plutôt que de la solidification.

Nous avons tracé les écarts entre les températures mesurées et la valeur moyenne donnée par une minimisation globale. La figure 4.8 donne les résultats pour 3 courbes de refroidissement. Nous remarquons deux types de structures. L'une est aléatoire, l'autre a une période de 2 à 3 secondes, correspondant au temps de retournement du vortex dans la lingotière. Ces courbes montrent nettement que l'amplitude des fluctuations diminue avec le temps, et la distance à la paroi froide.

4.6 - EFFET DE LA COMPOSITION SUR LES COURBES DE REFROIDISSEMENT

L'annexe E résume les enregistrements de température. Pour chaque essai et pour chaque thermocouple, elle présente la valeur de h_T , de T_{fr} (notée T_f), de l'écart-type, de P , vitesse du refroidissement au liquidus, et de w_s qui sera défini au chapitre 6. Les valeurs présentées sont obtenues par minimisation sur les seules 40 secondes qui précèdent u_{min} . C'est dans ce cas que nous avons le moins de fluctuations de température, phénomène aléatoire qui perturbe les comparaisons.

A même niveau de brassage, l'allure des courbes de refroidissement est la même d'un alliage à l'autre. Cette conclusion qualitative est confirmée par les valeurs h_T pour les différents alliages brassés à 350 A.

Le fait que les alliages 3004 et 7010 présentent des valeurs de h_T légèrement plus élevées s'explique simplement. Les mesures pour ces expériences ont été faites avec l'ancien système ayant une vitesse d'acquisition beaucoup plus lente. Nous avons donc moins de points et donc moins de fluctuations de température qui ont tendance à diminuer le paramètre h_T .

La qualité des enregistrements numériques, en particulier la cadence élevée d'acquisition, permet des agrandissements significatifs. Il apparaît alors des phénomènes habituels dans les petits échantillons d'analyse thermique, mais qui n'avaient pas été signalés dans des lingots de la taille du nôtre. Le refroidissement du liquide s'achève par un minimum de température (T_{\min} , u_{\min} , point I sur Fig. 4.9) suivi par une remontée jusqu'à un maximum de température (T_{\max} , u_{\max} , point J). C'est la recalescence. Les figures 4.9 présentent les deux types principaux de recalescence rencontrées, l'étape du pseudo-plateau est analysée dans le paragraphe 4.8. Dans le premier cas, les caractéristiques sont faciles à déterminer. Pour le second, nous associons le maximum de la recalescence au premier changement de pente après u_{\min} . L'agrandissement pour mettre en évidence le changement de pente doit être choisi soigneusement. Ces caractéristiques sont plus difficiles à déterminer quand le brassage est faible, ou en convection naturelle.

La durée de la recalescence D_r est définie comme la différence $u_j - u_{j'}$, J' étant la projection parallèle au temps du point J sur la courbe de refroidissement du liquide. $T_{\max} - T_{\min}$ est appelé amplitude de la recalescence. Les caractéristiques de la recalescence dépendent des paramètres opératoires.

Les valeurs mesurées de u_{\min} , T_{\min} , T_{\max} , D_r , ainsi que D_{pp} défini au paragraphe suivant, sont rassemblées dans l'annexe E.

Sur l'alliage 5182 ou sur l'alliage 3004, et dans le cas d'un fort brassage, par exemple $I = 350$ ou 600 A, l'ensemble des courbes de refroidissement d'un lingot est facile à caractériser, car les courbes ont la même allure. (Fig. 4.10). Les recalescences démarrent toutes en même temps. Elles ont la même amplitude : 2 à 4 dixième de degré, et une durée d'environ vingt secondes. Le minimum de la recalescence est plus aigu que dans le cas du faible brassage. La recalescence se distingue bien du plateau de solidification.

Pour les cas de faible brassage (Fig. 4.11), les courbes sont très dissemblables. Elles dépendent de la position du thermocouple. Leurs amplitudes peuvent être très supérieures au degré, et avoir des durées de plusieurs dizaines de secondes. La distinction avec le pseudo-plateau est très difficile, car la remontée de température s'étale sur une durée importante.

Une des conséquences du brassage est d'homogénéiser le bain liquide. Ceci est mis en évidence quand nous regardons l'instant auquel se produit la recalescence, ou plus exactement le u_{\min} de la courbe de refroidissement. Dans les cas à fort brassage, cet instant est le même dans tout le liquide à la durée de l'acquisition près (1 à 2 secondes). Dans les cas à faible brassage, ou en convection naturelle, les temps sont très dispersés, les écarts pouvant atteindre plusieurs dizaines de secondes. En particulier, dans le cas de la convection naturelle, l'entrée en recalescence progresse à travers le lingot en suivant la stratification des isothermes caractéristiques de ce régime (MEYER 1983).

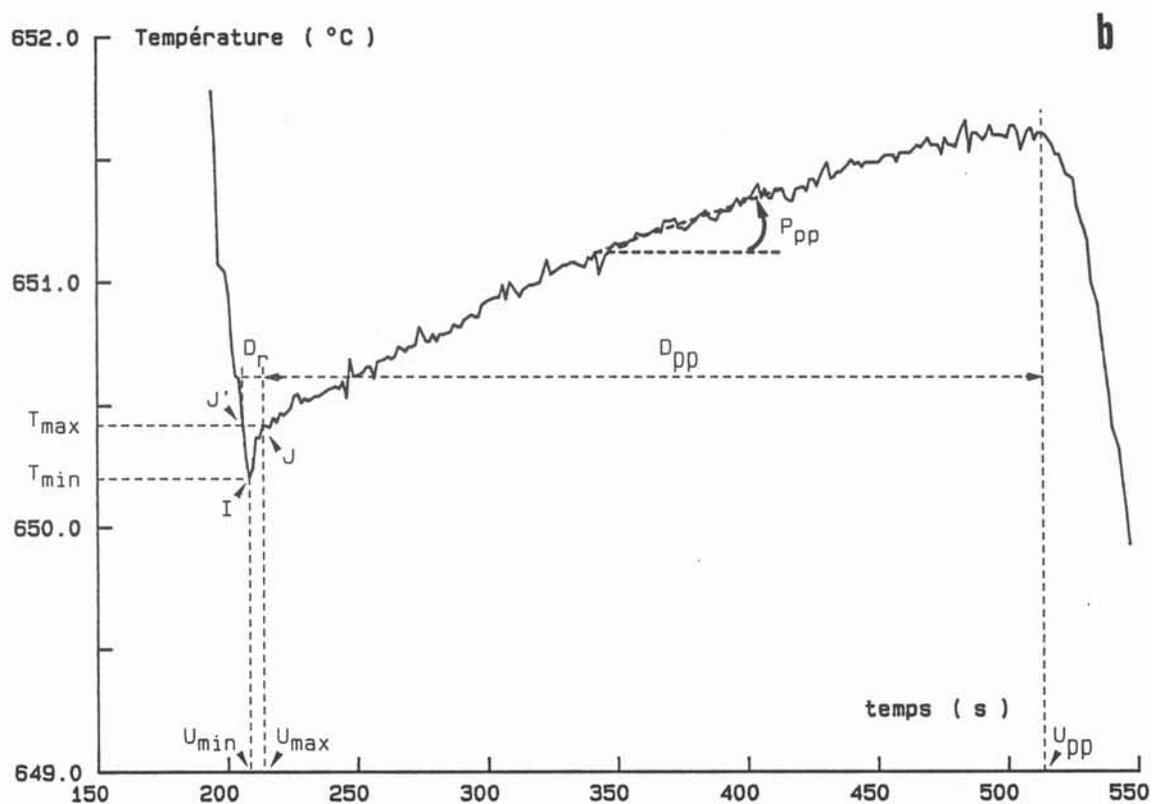
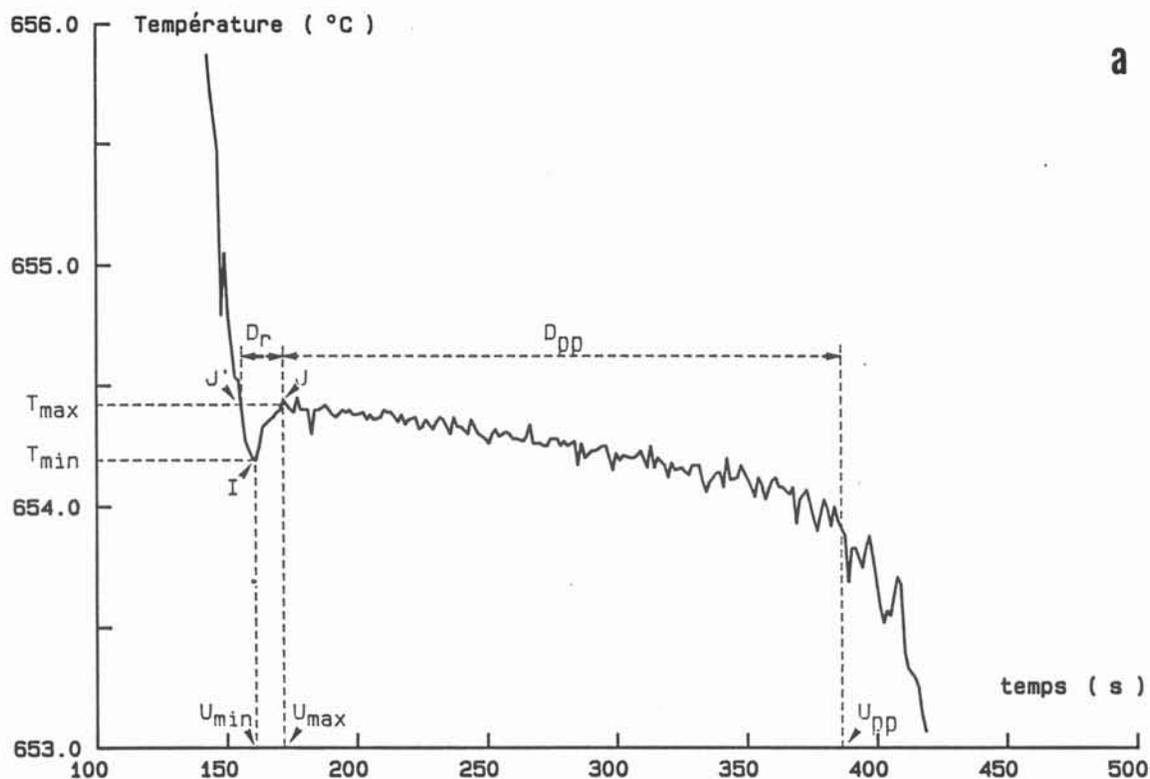


Figure 4.9 - Types principaux de recalescence
 a) Alliage 6060, brassé à 350 A, thermocouple 6
 b) Alliage 1050, brassé à 350 A, thermocouple 8

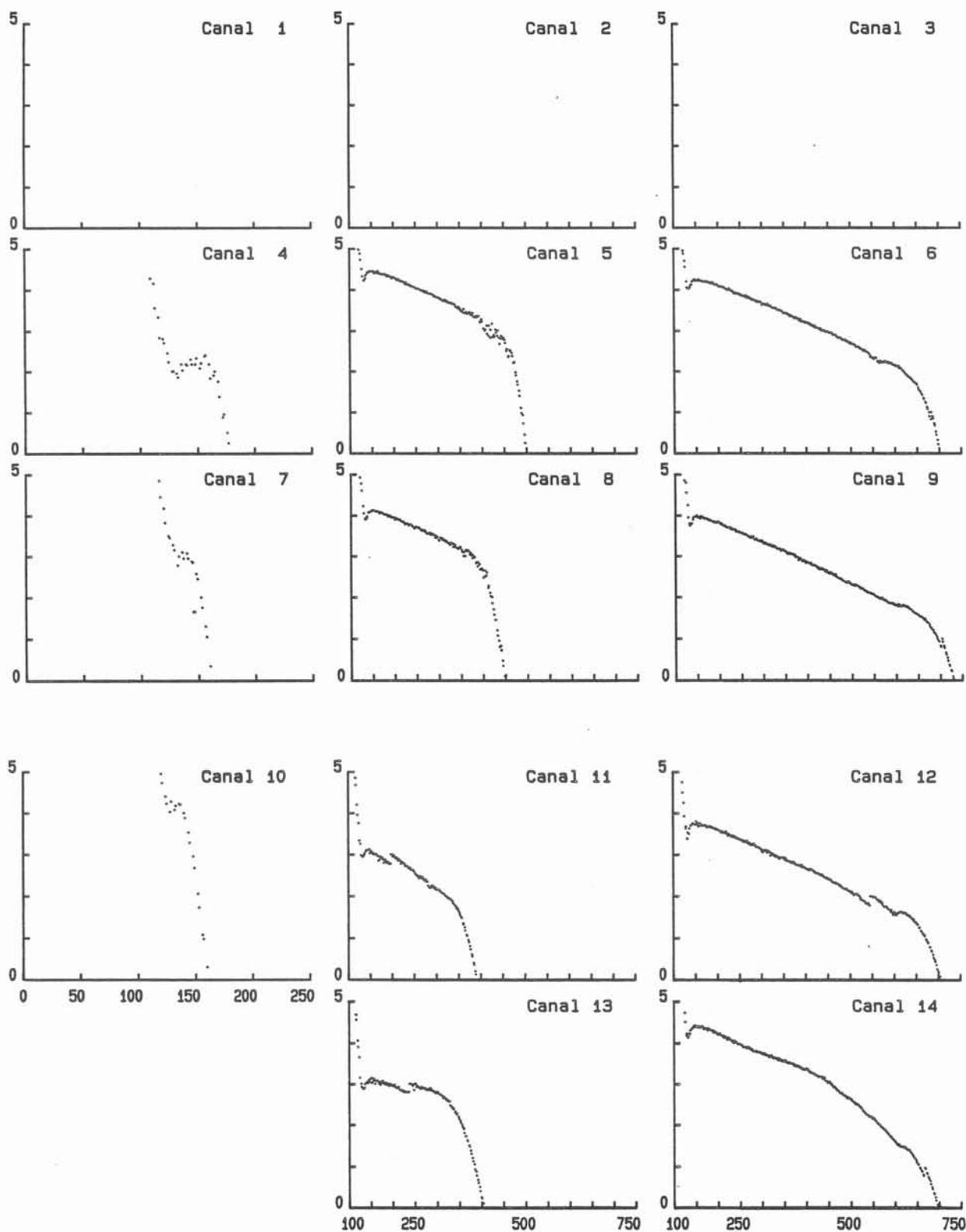


Fig. 4.10- Agrandissement du pseudo-plateau. Essai 3004-350 A. En abscisse, temps en secondes. En ordonnée température en ° C. Les mesures TK + VT comportant un décalage, l'échelle de température est seulement indicative.0

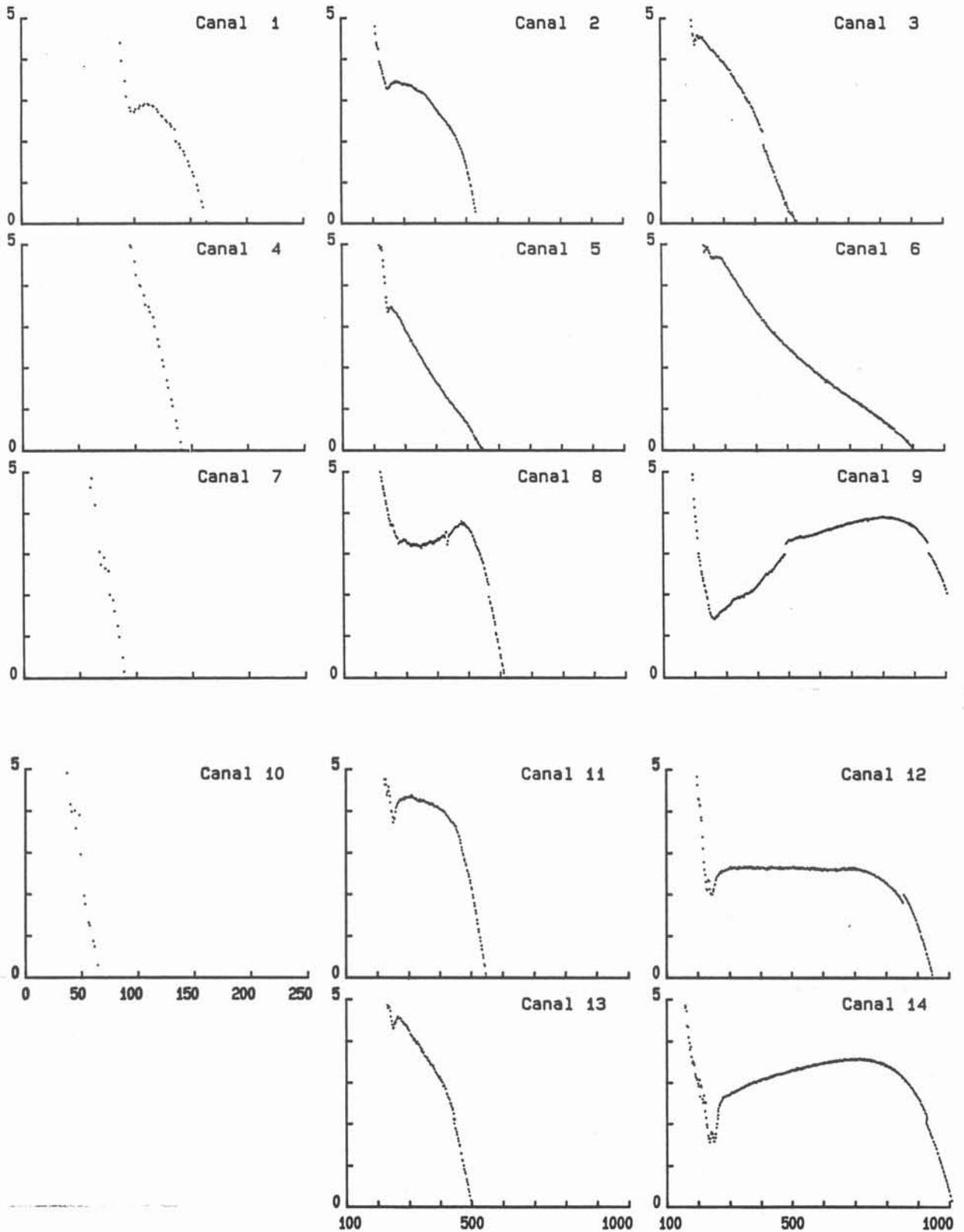


Fig. 4.11- Agrandissement du pseudo-plateau. Essai 3004-50 A. En abscisse, temps en secondes. En ordonnée température en ° C. Les mesures TK + VT comportant un décalage, l'échelle de température est seulement indicative.

sur sa pente, pour la série d'expériences sur l'alliage 5182. La figure 4.15 présente la courbe D_{pp} en fonction de l'intensité dans le moteur linéaire. Nous voyons que le brassage

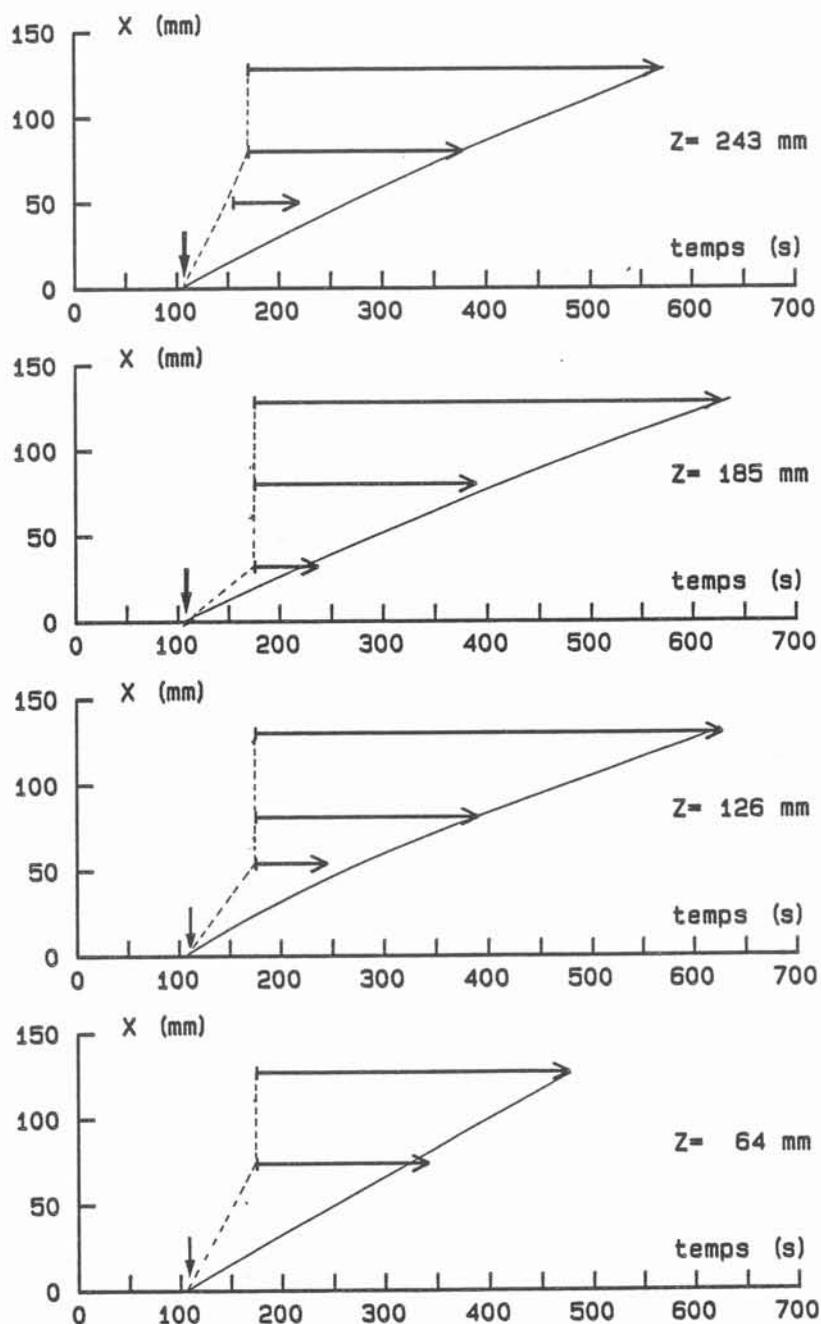


Fig. 4.12- Influence de la distance à la paroi froide (X) et de la hauteur dans le lingot (Z) sur la durée du pseudo-plateau (D_{pp}), représentée par une flèche.
Essai 5182-350 A. Le triangle noir représente le retrait de l'écran.

Fig. 4.14- Influence du niveau z sur la durée du pseudo-plateau.

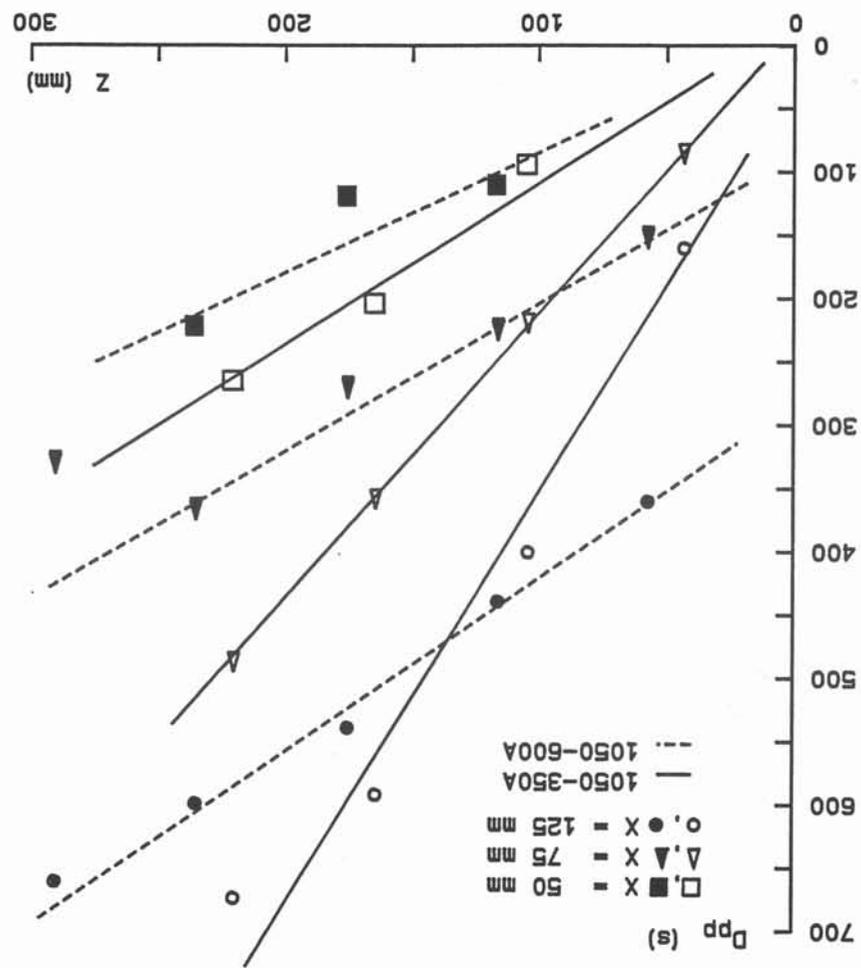
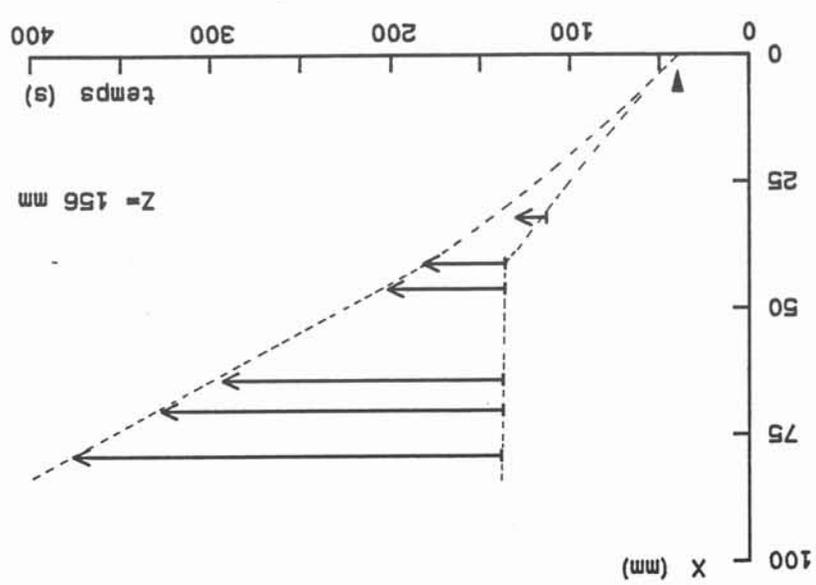


Fig. 4.13- Influence de la distance à la paroi froide sur la durée du pseudo-plateau. Essai 5182-350 A, acquisition rapide.



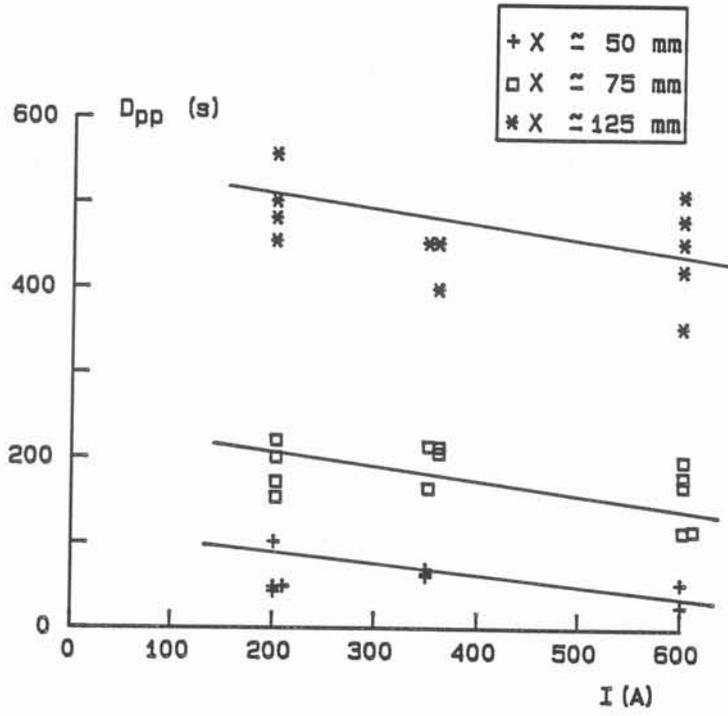


Fig. 4.15- Influence du brassage sur la durée du pseudo-plateau. Alliage 5182-2.

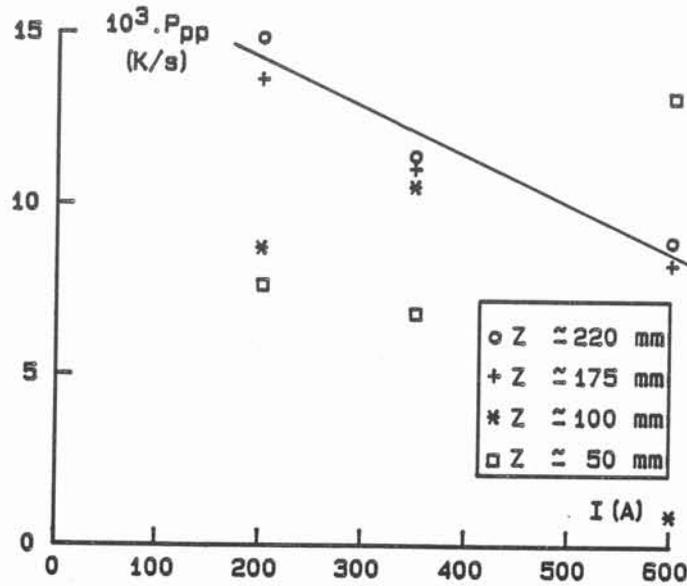


Fig. 4.16- Influence du brassage sur la pente du pseudo-plateau. Alliage 5182-2.

Nous n'avons pas pu établir de corrélation entre l'intensité du brassage et les caractéristiques de la recalescence (durée, amplitude...) , même dans le cas de l'alliage 5182 pour lequel plusieurs intensités de brassage ont été réalisées. L'explication pourrait être que, même à la cadence de nos mesures, la quantité de points mesurés n'était pas suffisante pour analyser ce phénomène fugace.

De même, nos expériences ne mettent pas en évidence une influence de la composition sur la recalescence.

4.8 - LE PSEUDO-PLATEAU ET LE REFROIDISSEMENT DU SOLIDE

4.8.1 - Le pseudo-plateau

Cette étape est habituellement désignée sous le terme de plateau. En effet, si les thermogrammes sont examinés de manière globale , la dénomination est appropriée. Mais après agrandissement nous constatons une grande diversité de comportement comme le montrait la figure 4.9. Pour cette raison, nous parlons de pseudo-plateau. Il correspond à une durée locale de solidification. Elle commence à partir de u_{\min} . L'instant u_{pp} correspondant à la fin du pseudo-plateau est difficile à caractériser. Nous le définissons comme l'instant correspondant au premier changement de pente traduisant une accélération du refroidissement. Il est déterminé graphiquement avec le cadrage 0-1000 s, 500-800 degrés pour toutes les expériences. Cette détermination se fait par repérage direct sur l'écran de l'ordinateur à l'aide d'une souris.

Dans le cas des forts brassages, le pseudo-plateau a une forme simple. Ceci permet de déterminer une pente moyenne P_{pp} par repérage direct à l'écran avec un cadrage adapté (Figure 4.9).

4.8.2 - Comportement du pseudo-plateau

Nous avons d'abord étudié l'évolution de u_{pp} en fonction du niveau z , mesuré à partir du fond du lingot, et de la distance x à la paroi froide . La figure 4.12 montre pour l'alliage 5182 brassé à 350 A, que u_{pp} est pratiquement une fonction linéaire de x . Elle dépend très peu du niveau pour les alliages présentant une faible zone colonnaire. Cette relation linéaire est vérifiée pour toutes les expériences. La figure 4.13 montre le résultat de l'acquisition rapide sur six thermocouples dans un même plan horizontal, $z=180$ mm.

Un comportement singulier a été constaté pour les expériences faites sur l'alliage 1050. La durée du pseudo-plateau $D_{pp} = u_{pp} - u_{\max}$ est non seulement une fonction de x mais aussi de z , comme le montre la figure 4.14.

Nous avons étudié l'influence du brassage sur la durée du pseudo-plateau et

a tendance à diminuer la durée du pseudo-plateau. Toujours pour les essais sur l'alliage 5182, nous avons constaté (Figure 4.16) que, lorsque l'intensité du brassage augmente, la pente du pseudo-plateau des thermogrammes du coeur du lingot devient de moins en moins négative.

4.8.3 - Le refroidissement du solide

Cette partie du thermogramme (Figure 4.17) présente le pseudo-plateau et le refroidissement du solide : les étapes CD à EF de la figure 4.1. La température de la fin du pseudo-plateau T_{pp} est inférieure, de 2°C en moyenne, à T_{max} . Nous sommes donc loin de la température de solidus de l'alliage. A la fin du pseudo-plateau, le thermocouple n'est pas complètement entouré par du solide, mais par un squelette de métal solide où circule du métal liquide. C'est le régime de percolation. La fin de cette étape se traduit par une accélération du refroidissement. Ce changement de régime se produit au même instant dans tout le lingot. De ce fait, nous attribuons cette accélération à l'arrêt du dégagement de chaleur latente dans tout le lingot. Ensuite, les thermogrammes tendent à se rejoindre. Ils traduisent simplement le refroidissement d'un bloc de métal solide.

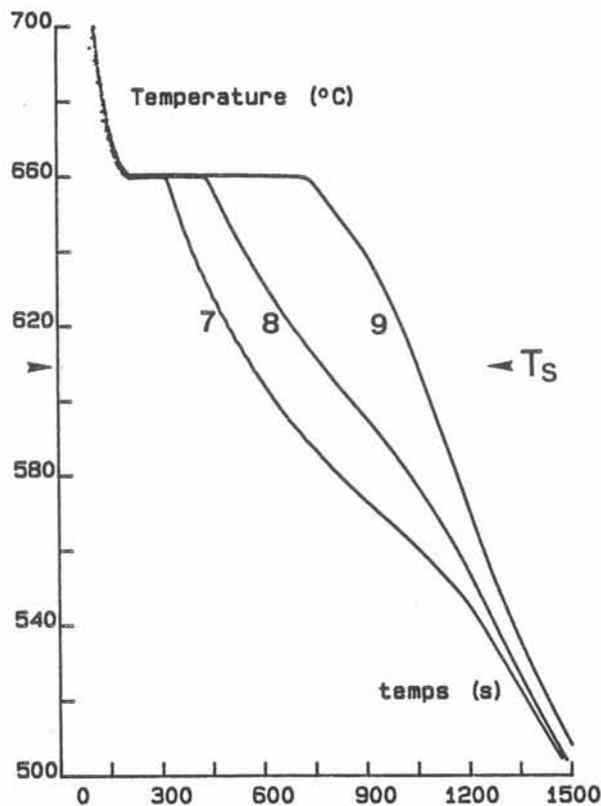


Figure 4. 17- Thermogramme dans un même plan horizontal ($z = 187\text{ mm}$), alliage 1050 brassé à 600 A. T_S : température de solidus.

Chapitre 5

MODELE DE NUCLEATION ET CROISSANCE DES GRAINS DANS LES ALLIAGES MULTICONSTITUES BRASSES

5.1- GENERALITES.

En vue d'interpréter les résultats présentés dans les chapitres précédents, nous avons établi un modèle théorique destiné à prédire la taille des grains des alliages d'aluminium en fonction de leur composition et des conditions de brassage. Or la plupart des modèles de solidification traitent la densité volumique de grains comme un paramètre imposé. Très peu prennent en compte l'étape de nucléation (MAXWELL et HELLAWELL 1975, DUSTIN et KURZ 1986). Or nous pensons que la croissance des grains interfère avec les nucléations postérieures. Ce phénomène est traité simplement dans le modèle MAXWELL-HELLAWELL. Nous nous en sommes inspirés. Nous avons d'abord pris en compte l'influence du brassage sur l'élimination de la chaleur en cours de solidification. Ensuite, nous avons exprimé l'influence de la composition sur la croissance des alliages multiconstitués.

5.2- LE MODELE MAXWELL-HELLAWELL.

Le modèle Maxwell-Hellawell est une simulation numérique de la nucléation et de la croissance de cristallites, dans un bain liquide à température uniforme qui se refroidit à la vitesse P . Le modèle est appliqué aux alliages Al-Ti, Al-Zr, Al-Cr, qui comportent tous un équilibre péritectique. La température de liquidus, que nous noterons T_q par la suite, est assimilée à celle de l'équilibre péritectique. La composition C_b du liquide loin des cristallites est celle du liquide en équilibre péritectique T_p . Le résultat est l'évolution de la température du bain en fonction du temps, ainsi que le nombre N_G de grains par unité de volume.

La nucléation est traitée par la loi phénoménologique classique (HOLLOMON et TURNBULL 1953). La vitesse de nucléation dN/dt est reliée à la surfusion $DT=T_q-T_b$ par:

$$\frac{dN}{dt} = Q_o (N_o - N) \exp \left(- \frac{F(\theta)}{DT^2 \cdot (T_q - DT)} \right) \quad (5.01)$$

$$F(\theta) = \frac{16}{3} \pi \frac{N_A \cdot \sigma^3 \cdot f(\theta)}{Rg \cdot (\Delta S_v)^2} \quad (5.02)$$

$f(\theta)$ représente le rapport entre le volume du germe hétérogène et celui de la sphère de même rayon de courbure, θ étant l'angle de contact entre le germe et le substrat. Il est traité comme un paramètre ajustable. Dans les cas considérés, il vaut entre 4 et 7 degrés, de sorte que $f(\theta)$ est très petit, de l'ordre de $1E-04$.

La cinétique de croissance des grains a une grande importance. C'est le dégagement de chaleur latente qui écarte le thermogramme de la courbe de refroidissement initiale, et produit la recalescence. La croissance est supposée contrôlée par la diffusion du soluté dans le liquide. Les auteurs appliquent le modèle approché de WHELAN (1969), dit de l'interface stationnaire (stationary interface, invariant size approximation). AARON et coll. (1970) ont montré que ce modèle donne un résultat très proche de la solution exacte (CARSLAW et JAEGER, 1959) tout en étant beaucoup plus facile à manier. Le champ de diffusion autour du cristallite de rayon R est décrit par une loi en erf :

$$\frac{C(r, t) - C_b}{C_L - C_b} = \frac{R}{r} \left[1 - \operatorname{erf} \left(\frac{r - R}{2D^{1/2} t^{1/2}} \right) \right] \quad (5.03)$$

Il doit satisfaire la conservation du flux à l'interface :

$$(C_L - C_S) \frac{dR}{dt} = -D \left(\frac{\partial C}{\partial r} \right)_R \quad (5.04)$$

AARON essaie une solution de la forme :

$$R = \lambda * D^{1/2} * t^{1/2}$$

La condition s'écrit alors :

$$(C_S - C_L) \lambda^2 + (2/\pi^{1/2})(C_L - C_b) \lambda + 2(C_L - C_b) = 0 \quad (5.06)$$

MAXWELL pose :

$$-\frac{S}{2} = \frac{C_L - C_b}{C_L - C_S} \quad (5.07)$$

Cette grandeur est identique à la sursaturation de LIPTON, GLICKSMAN et KURZ (1984). Elle vaut 1 en croissance permanente ($C_S = C_b$), elle vaut 0 en début de cristallisation ($C_L = C_b$). En fonction de S , l'équation 5.06 s'écrit :

$$\lambda^2 - \pi^{1/2} S \lambda + S = 0 \quad (5.08)$$

Cette équation relie la sursaturation et la vitesse en exprimant le bilan de flux à l'interface. A sursaturation donnée elle donne la vitesse par la relation utilisée par MAXWELL :

$$\lambda = -\frac{S}{2\pi^{1/2}} + \frac{1}{2} \left(\frac{S^2}{\pi} - 4S \right)^{1/2} \quad (5.09)$$

Explicitons la relation avec la vitesse de croissance $v = -dR/dt$:

$$v \cdot R = 1/2 \lambda^2 \cdot D \quad (5.10)$$

$$-\frac{S}{2} = \frac{\frac{v \cdot R}{D}}{1 + \left(\frac{2 v \cdot R}{\pi \cdot D} \right)^{1/2}} \quad (5.11)$$

Enfin la surfusion totale DT est la somme de la surfusion solutale et de la surfusion de courbure :

$$DT = DT_{sol} + 2\Gamma/R \quad (5.12)$$

Notre intermédiaire de raisonnement est la surfusion solutale :

$$DT_{sol} = m(C_b - C_L) \quad (5.13)$$

Or C_L s'exprime directement en fonction de S :

$$C_L = \frac{C_b}{1 - (1-k) \cdot (-S/2)} \quad (5.14)$$

La surfusion solutale s'exprime donc en fonction de S :

$$DT_{sol} = m C_b \left[1 - 1 / \left[1 - (1-k) \cdot (-S/2) \right] \right] \quad (5.15)$$

Notons que C_L étant positif ou nul, $(-S/2)$ se trouve bornée par $1/(1-k)$ (eq. 5.14).

Ceci introduit une borne pour le produit $v \cdot R$.

Le modèle est une simulation numérique. A chaque pas de temps (i), la nouvelle valeur de la surfusion $DT(i)$ est calculée par un bilan de chaleur tenant compte de la vitesse de refroidissement P , paramètre imposé, et de l'éventuel dégagement de chaleur latente :

$$C_p [DT(i) - DT(i-1)] = P \cdot dt - L_f \cdot df_s \quad (5.16)$$

Le nombre de germes formés $dN(i)$ est calculé par la relation 5.01. Pour toutes les classes de cristallites formées antérieurement, le nouveau rayon R est calculé par les relations 5.05, 5.9, 5.12 et 5.15. La quantité de solide formé df_s s'en déduit par cumul sur toutes les classes de cristallites. Ensuite l'équation 5.16 donne la nouvelle température, et ainsi de suite.

Les résultats sont l'évolution de la température T_b en fonction du temps, ainsi que le nombre de grains par unité de volume N_G , en fonction :

- du nombre de particules nucléantes N_0 ,
- de l'efficacité des agents nucléants, caractérisée par l'angle θ ,
- de la cinétique de refroidissement P ,
- et du rayon initial des germes R_0 .

Les courbes $\log(N_G) = f[\log(N_0)]$ ont toutes la même allure et font apparaître deux régimes :

- une droite telle que $\log(N_G) = \log(N_0)$. Tous les sites donnent naissance à un grain. Nous nommerons ce régime l'épuisement.
- un régime de quasi-plateau, $\log(N_G)$ variant très lentement lorsque $\log(N_0)$ croît. Nous parlerons de régime d'extinction. C'est le dégagement de chaleur latente qui arrête la nucléation.

Les auteurs ont traité le cas des alliages binaires Al-Ti, Al-Zr, Al-Cr. L'alliage considéré intervient par le paramètre $1/X$:

$$1/X = m C_b(k - 1) \quad (5.17)$$

Ce paramètre a les dimensions d'un intervalle de solidification, pour un alliage fictif dont la composition serait $k.C_b$. Il traduit l'influence de la composition de l'alliage.

5.3- PRISE EN COMPTE DE L'EFFET DE BRASSAGE.

L'écoulement induit par le moteur linéaire dans la lingotière a été caractérisé expérimentalement par MEYER (1984). L'écoulement consiste en un seul vortex avec une couche accélérée vers le haut le long du moteur linéaire, et un écoulement de recirculation dans le reste du bain. Il convient de noter que lorsque le courant électrique I dans l'inducteur varie, la configuration de l'écoulement demeure inchangée. Par contre les vitesses moyennes et turbulentes varient proportionnellement à I (TABERLET 1985).

En fait l'écoulement est turbulent. Il intervient par trois effets :

- 1°- l'homogénéisation de la température du bain et de sa cinétique de refroidissement : nous admettons que le bain est à température uniforme T_b , variant avec le temps.
- 2°- l'accélération du transfert de chaleur entre le liquide et le front solide-liquide. Nous le traitons sous forme d'un transfert convectif à travers une couche limite hydrodynamique le long du front solide-liquide (coefficient de transfert h_{fr}).
- 3°-l'accélération des échanges à l'interface du cristallite. Ces échanges sont également traités dans une approximation de couche limite (coefficient de transfert h_j pour chaque soluté j).

Les deux coefficients de transfert sont calculés à partir de deux grandeurs caractéristiques de l'écoulement turbulent , ϵ taux de dissipation turbulente, et k_{turb} énergie cinétique turbulente. La valeur de k_{turb} prise à proximité du front solide-liquide, notée k_{fr} , permet d'évaluer la vitesse de frottement pariétal u_{fr} qui détermine la valeur du coefficient de transfert h_{fr} entre le liquide et le front solide-liquide. u_{fr} est calculée à partir de la relation suivante (WHITE, 1974):

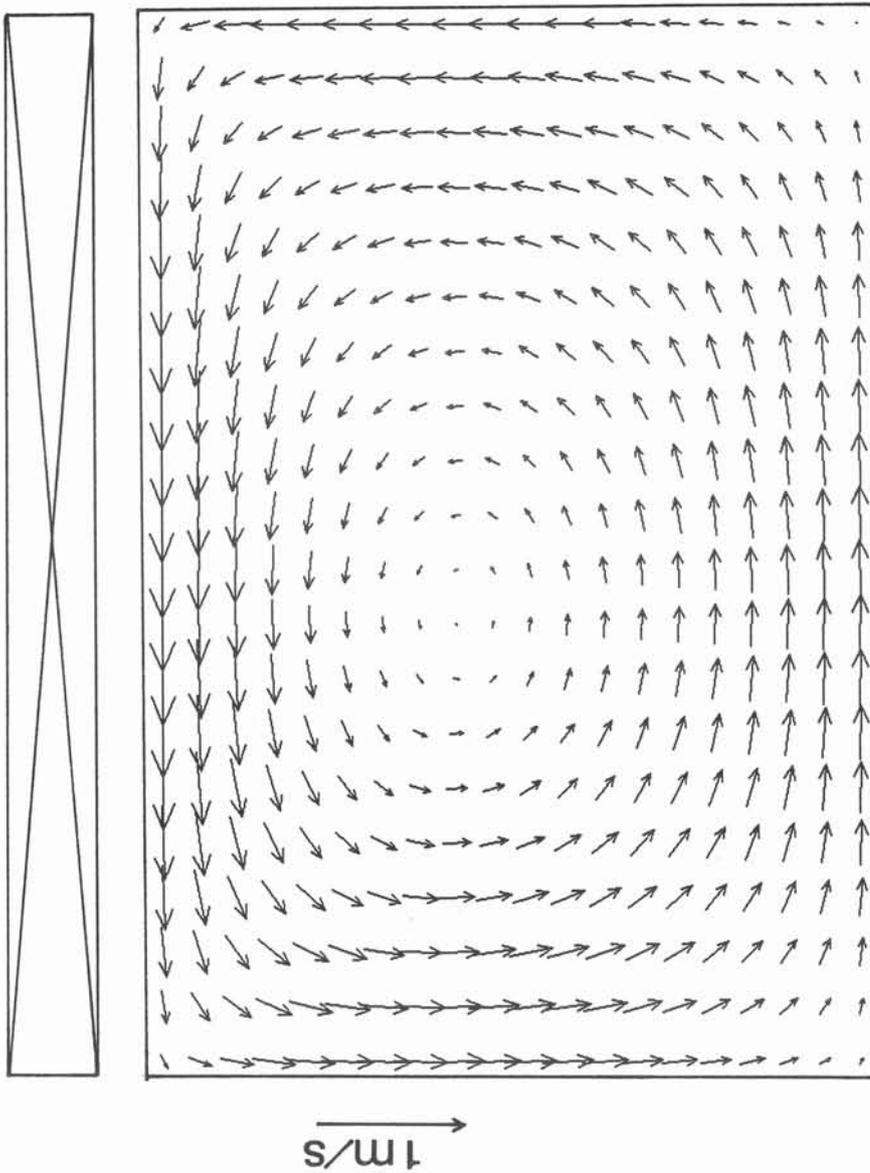
$$u_{fr} = (0.3 * k_{fr})^{1/2} \quad (5.18)$$

Il faut remarquer que les deux grandeurs jouent un rôle distinct sur les effets du brassage. ϵ est lié aux échanges à l'interface de chaque cristallite tandis que k_{fr} intervient par les échanges entre le liquide et le front solide-liquide.

5.3.1- Relation entre l'intensité I et les grandeurs turbulentes du brassage.

La procédure consiste en deux étapes successives. Dans la première, les expressions analytiques du champ magnétique et des courants induits créés par le brasseur (MEYER 1983) permettent le calcul des forces électromagnétiques dans le métal liquide. Ensuite, le calcul numérique de l'écoulement dans la lingotière à partir d'un modèle de turbulence du type k- ϵ (BARBIER, FAUTRELLE et COLL 1982) permet d'évaluer les grandeurs caractéristiques de la turbulence. Le calcul effectué pour une intensité dans le moteur linéaire de 545 A (fig 5.01) confirme les résultats de MEYER (1983). La configuration du mouvement consiste en un seul vortex, avec une couche accélérée vers le haut le long du moteur linéaire, puis un écoulement de recirculation dans le reste du bain. Les figures 5.02 et 5.03 montrent les cartes des valeurs de k_{turb} et ϵ calculées toujours pour 545 A. Pour les deux grandeurs, les gradients se concentrent dans l'angle supérieur droit qui dans les essais correspond au dôme en surface libre.

Figure 5.01 - Carte des vitesses calculées pour 545 A.



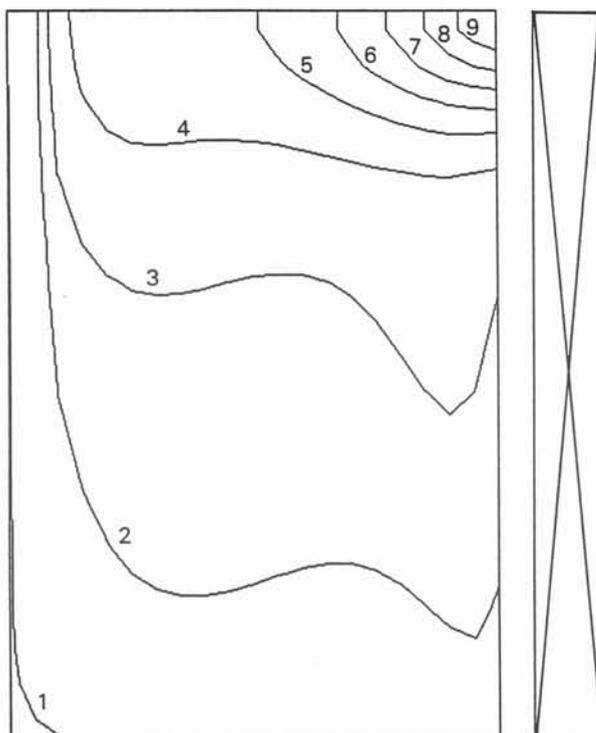


Figure 5.02 - Carte d'isovaleurs de k_{turb} , calculée pour 545 A.

Pour chaque valeur i , $k_{turb} = (i + 1) * 0.016 \text{ m}^2 \text{ s}^{-2}$

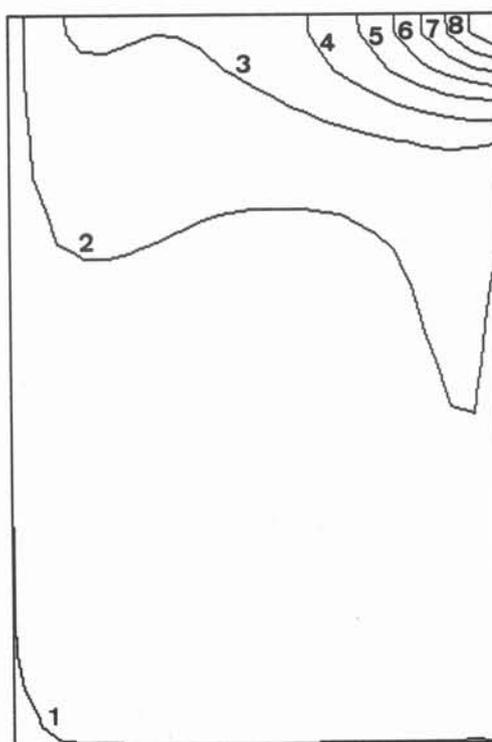


Figure 5.03 - Carte d'isovaleurs de ϵ , calculée pour 545 A.

Pour chaque valeur i , $\epsilon = (i + 1) * 0.042 \text{ W kg}^{-1}$

Dans les deux tiers inférieurs du volume liquide, ε a une valeur comprise entre 0.08 et 0.13 W/Kg, la valeur maximum atteignant 0.42 W/kg dans l'angle supérieur droit. Nous avons retenu la valeur $\varepsilon = 2.6 \text{ E } - 02 \text{ W/kg}$. En ce qui concerne k_{turb} , la valeur k_p qui sert à calculer l'échange de chaleur au front solide-liquide est une moyenne des 3 noeuds les plus proches du front. Nous avons retenu la valeur $k_{\text{fr}} = 2,9 \text{ E } -02 \text{ W/kg}$.

Un résultat du modèle est que ε est proportionnel à I^3 , et que k_{turb} est proportionnel à I^2 . Ces relations sont utilisées pour extrapoler à toute intensité les valeurs déterminées à 545 A.

5.3.2- Cinétique de refroidissement du métal liquide.

MAXWELL et HELLAWELL ont montré que le nombre de germes dépend beaucoup de la vitesse de refroidissement du bain liquide. L'évolution de la température T_b de ce dernier dépend:

- des échanges thermiques entre le bain (température T_b) et le front de solidification (température T_{fr}), de surface \mathcal{S} , à travers la couche limite, suivant un coefficient de transferts h_{Fr} ,

- du dégagement de chaleur latente dû à la croissance des cristallites :

$$\rho C_p \mathcal{V} \frac{dT_b}{dt} = - \mathcal{S} \cdot h_{Fr} (T_b - T_{fr}) + \rho L_f \frac{df_s}{dt} \quad (5.19)$$

En l'absence de cristallites, cette équation s'intègre, et donne la loi de refroidissement du liquide avant la solidification, équation qui permet l'exploitation des thermogrammes expérimentaux (par 4.2):

$$T_b = T_{fr} + (T_c - T_{fr}) \exp \left[- \frac{h_{Fr} \mathcal{S}}{\rho C_p \mathcal{V}} t \right] \quad (5.20)$$

Le coefficient de transfert h_{Fr} peut être calculé par la relation suivante, applicable aux liquides ayant un nombre de Prandtl plus petit que l'unité (LEVICH, 1962):

$$h_{Fr} = \rho C_p u_{fr} / \alpha$$

$$\alpha = 17.8 + 2.5 \ln \left(\frac{\delta * u_{fr}}{D_{th}} \right) \quad (5.21)$$

L'épaisseur δ de la couche limite est estimée par la relation suivante, généralement admise pour les couches limites en écoulement turbulent :

$$\delta \cong 300 * \nu / u_{fr} \quad (5.22)$$

T_{fr} étant fixée, la vitesse de refroidissement P dépend du temps par T_b et de l'intensité du brassage par u_{fr} :

$$P = \frac{\mathcal{S}}{\mathcal{V}} \frac{u_{fr}}{\alpha} (T_b - T_{fr}) \quad (5.23)$$

La valeur théorique de h_{Fr} a pu être corroborée par les valeurs tirées de l'exploitation des thermogrammes expérimentaux, qui a donné simultanément une estimation du paramètre T_{fr} (par. 4.2).

5.4 - CROISSANCE EQUIAXE D'UN ALLIAGE MULTICONSTITUE BRASSE.

L'alliage est un mélange formé par un solvant (ici l'aluminium) et des solutés notés j ($j = 1, 2, 3, \dots, 12$). La composition est notée par les concentrations volumiques, C_{bj} étant la composition du bain, C_{Lj} celle du liquide à l'interface solide-liquide, C_{Sj} celle du solide correspondant.

5.4.1- Représentation de l'équilibre solide-liquide

Le problème est limité à l'équilibre entre une solution solide et une solution liquide, toutes deux diluées. Le liquidus est représenté par une relation linéaire :

$$T_q = T_{Al} + \sum_j m_j * C_{bj} \quad (5.24)$$

Dans cette approximation simple, m_j est aussi la pente du liquidus du binaire Al-j. La composition du solide en équilibre avec le liquide est donnée par le coefficient de distribution k_j défini par :

$$C_{Sj} = k_j * C_{Lj} \quad (5.25)$$

Ici k_j est supposé constant, de sorte que sa valeur est celle qu'il a dans l'alliage binaire Al-j.

5.4.2- Echanges de solutés résultant de la croissance

Nous partons des hypothèses suivantes, qui sont habituelles :

- 1) Les cristallites sont sphériques, de rayon R ,
- 2) Il y a équilibre à l'interface entre le solide et le liquide,
- 3) La diffusion dans le solide est complète et le liquide peuvent être décrits par un coefficient d'échange h_j pour chaque soluté j .
- 4) Les échanges chimiques entre le solide et le liquide.

Celui-ci est calculé à partir de D_j , coefficient de diffusion de soluté j dans le liquide, par l'intermédiaire d'un nombre de Sherwood Sh_j , la longueur caractéristique étant le rayon R du cristallite :

$$h_j = Sh_j \cdot D_j/R \quad (5.26)$$

Sh_j est calculé à partir de ϵ à l'aide d'une corrélation citée par BATCHELOR (1980) :

$$Sh_j = 2 + 0.35 \left(\frac{4R^2 \epsilon^{1/2}}{D_j \nu^{1/2}} \right)^{1/3}$$

Cette formule est cohérente avec le cas de la diffusion pure ($\epsilon = 0$) pour laquelle $Sh_j = 2$.

En croissance, le flux dans le liquide provient de l'écart de composition entre solide et liquide à l'interface pour chaque soluté j :

$$v^* (C_{Lj} - C_{Sj}) = h_j \cdot (C_{Lj} - C_{bj}) \quad (5.27)$$

La relation ci-dessus tient pour négligeable le flux de diffusion dans le solide. Elle permet de calculer la concentration C_{Lj} dans le liquide à l'interface en fonction de la vitesse de croissance, en fait en fonction du produit $y = v \cdot R$:

$$C_{Lj} = \frac{C_{bj}}{1 - (1-k_j) \cdot v \cdot R/D_j/Sh_j} \quad (5.28)$$

5.4.3. Expression de la surfusion

La surfusion à l'interface $DT = T_q - T_i$ est la somme de trois contributions : la surfusion solutale DT_{sol} , la surfusion de courbure $2\Gamma/R$, et la surfusion thermique. Comme MAXWELL, nous négligeons cette dernière, donc $T_i = T_b$, température du bain liquide.

$$DT = T_q - T_i = 2\Gamma/R + DT_{sol} \quad (5.29)$$

DT_{sol} est la somme des contributions de chaque soluté :

$$DT_{sol} = \sum_j m_j * (C_{bj} - C_{Lj}) \quad (5.30)$$

Compte tenu de la relation 5.28, la surfusion solutale s'exprime en fonction d'une seule variable $y = v.R$:

$$DT_{sol} = \sum_j m_j \cdot C_{bj} \cdot (1 - 1/(1 - y/y_j)) \quad (5.31)$$

$$\text{avec } y_j = Sh_j * D_j/(1 - k_j) \quad (5.32)$$

Elle présente donc des branches infinies pour $y = y_j$. Mais le domaine de variation de $y = v.R$ est limité par des raisons physiques. D'abord y est positif ou nul. Par ailleurs, notons y_{min} la plus petite valeur positive de y_j . y est nécessairement inférieur à y_{min} sinon l'équation 5.28 donnerait à l'élément correspondant à y_{min} une concentration négative. Donc :

$$0 < y < y_{min} \quad (5.33)$$

En fait l'équation 5.31 ci-dessus garde une forme très voisine de l'équation 5.15 du modèle MAXWELL-HELLAWELL, pour lequel une limitation analogue existe. Le tableau 5.01 indique les différences principales entre les deux modèles.

Tableau 5.01 - Comparaison entre le modèle MAXWELL-HELLAWELL et le présent modèle

equil. solide-liquide	$T_q = T_p$	$T_q = T_1 + \sum_j m_j * C_{bj}$
"	$C_s = k * C_L$	$C_{sj} = k_j * C_{Lj}$
Nucléation	eq. 01	eq. 01
Refroidissement	$dT = P * dt$	eq. 7
Surfusion totale	$DT = 2\Gamma/R + DT_{sol}$	$DT = 2\Gamma/R + DT_{sol}$
Surfusion solutale	$DT_{sol} = m * (C_b - C_L)$	$DT_{sol} = \sum_j * (C_{bj} - C_{Lj})$
Liquide à l'interface	$C_b / (1 - (1 - k)(-S/2))$	$C_{bj} / (1 - y_j/y_j)$
	$(-S/2) = \frac{y/D}{1 + (2y/\pi/D)^{1/2}}$	$y_j = Sh_j * D_j / (1 - k_j)$
	$y = v * R$	$y = v * R$
Paramètre d'alliage	$1/X = m C_b (k - 1)$	$DT_{MH} = \sum_j m_j * C_{bj} * (k_j - 1)$

5.4.4 - Fonctionnement de l'algorithme

Le modèle est une simulation numérique du refroidissement du bain avec nucléation et croissance des cristallites, comme celui de MAXWELL et HELLAWELL. Au pas de temps $i-1$, le modèle a calculé la surfusion DT , le nombre $dN(i-1)$ de germes formés, ainsi que le rayon R des différentes classes de cristallites formés éventuellement aux pas de temps précédents. L'équation 5.31 donne DT_{SOI} , dont est déduite par dichotomie la valeur de $y = v \cdot R$, donc la vitesse v à laquelle croît chaque cristallite de rayon R . Le modèle calcule alors la nouvelle valeur des rayons R , puis la quantité de solide formé df_s . Il en déduit le dégagement de chaleur latente, puis la nouvelle valeur de la surfusion DT par l'équation 5.29. Enfin il calcule le nombre $dN(i)$ de cristallites formés le cas échéant et la nucléation s'arrête soit par épuisement des sites de nucléation, soit par extinction, la recalescence ayant réduit la surfusion jusqu'à éteindre la nucléation.

Du nombre total de germes formés N_G , nous déduisons une taille de grains moyenne avec l'expression :

$$D = \left(\frac{6}{\pi * N_G} \right)^{1/3} \quad (5.34)$$

5.5 - EVALUATION DE LA TEMPERATURE DE LIQUIDUS DES ALLIAGES

La température de liquidus des alliages est approximée par une relation linéaire (eq. 5.24). Les pentes de liquidus m_j et les coefficients de partage k_j sont estimés à partir des diagrammes binaires (PHILLIPS 1974, HANSEN 1958); La concentration des solutés étant faible, m_j est assimilé à la pente de la tangente du liquidus. L'annexe B compare les valeurs calculées de T_q aux valeurs expérimentales (BACKERUD, 1986 et PECHINEY).

L'estimation des températures d'équilibre solide-liquide des différents alliages est correcte. Nous constatons que l'écart le plus important est enregistré par l'alliage 7010, qui est le plus chargé. Ceci peut être une explication à ce comportement. En effet la loi utilisée est simple et ne prend pas en compte les interactions entre les solutés, ou la formation de certaines phases. A ceci peut s'ajouter une incertitude sur les valeurs de m_j et k_j dûe à la forme de certains diagrammes binaires (par ex. AL-Zn).

5.6 - RESULTATS GENERAUX DU MODELE

Comme le modèle MAXWELL-HELLAWELL, notre modèle donne une courbe $T(t)$ qui traduit l'évolution de la température du bain. Un exemple est présenté sur la figure 5.04. Elle montre le refroidissement de liquide en surfusion, jusqu'à une surfusion maximum DT_{max} , puis une remontée. La vitesse de refroidissement est fonction croissante du brassage, tandis que la pente de la remontée dépend essentiellement de la vitesse de formation du solide df_s/dt . En fait, le calcul est arrêté au bout de 4 s ou 6 s après l'apparition du premier germe. A cet instant, la nucléation est toujours terminée. Mais la fraction solide est inférieure à 1 pour cent. En effet, le modèle n'exprime pas les interactions apparaissant entre les cristallites pour les fractions solides plus élevées. Il ne peut donc pas traduire le comportement de pseudo-plateau des courbes expérimentales.

La figure 5.04 comporte une deuxième courbe, qui donne l'évolution du nombre de germes. Typiquement, la nucléation ne devient importante que moins de deux dixièmes de degré avant DT_{max} et elle s'annule ensuite dans la même gamme de température.

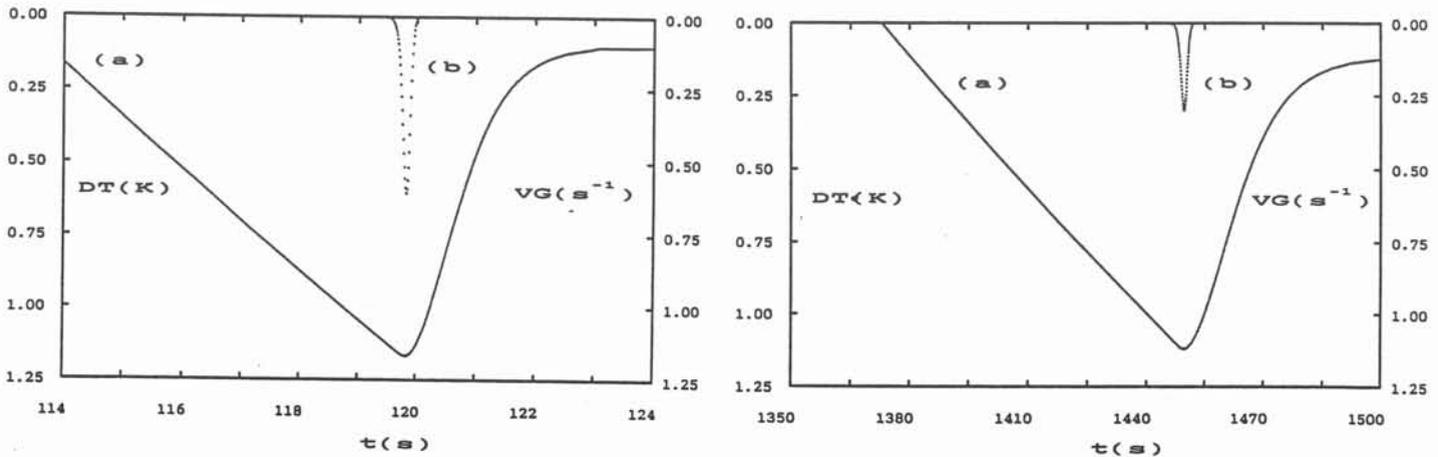


Fig 5.04 : Evolution de la surfusion du bain (courbe a) et de la vitesse de germination (courbe b). Alliage 5182 brassé à 600 A (à gauche), à 50 A (à droite), $t\epsilon = 7$ degrés, $N_0 = 1E18 m^{-3}$

La figure 5.05 montre l'évolution du rayon du premier cristallite formé. Comme MAXWELL nous admettons que le cristallite naît avec un rayon $R_0 = 1 \mu\text{m}$. Les résultats sont pratiquement insensibles à ce choix. Initialement sa vitesse de croissance est rapide, mais elle décroît très rapidement et tend vers une valeur faible pratiquement constante. La figure 5.06 montre l'évolution du nombre de Sherwood Sh_j qui caractérise les transferts du soluté j entre le cristallite et le bain. Sa valeur est constamment supérieure à celle correspondant à la diffusion pure ($Sh_j = 2$). Dans le cas traité par la figure 5.06, il vaut 6.1 à la fin du calcul.

La durée de la nucléation dépend fortement du brassage : 1 à 2 secondes en cas de fort brassage, une dizaine en cas de faible brassage. Cette durée se traduit par une distribution de l'instant de nucléation, donc une distribution de taille des cristallites à un instant donné. La figure 5.07 montre cette distribution à l'instant où le calcul est arrêté. Comme le modèle ne traite pas la croissance des grains lorsqu'ils interagissent entre eux, cette distribution n'est pas comparable à celle constatée expérimentalement.

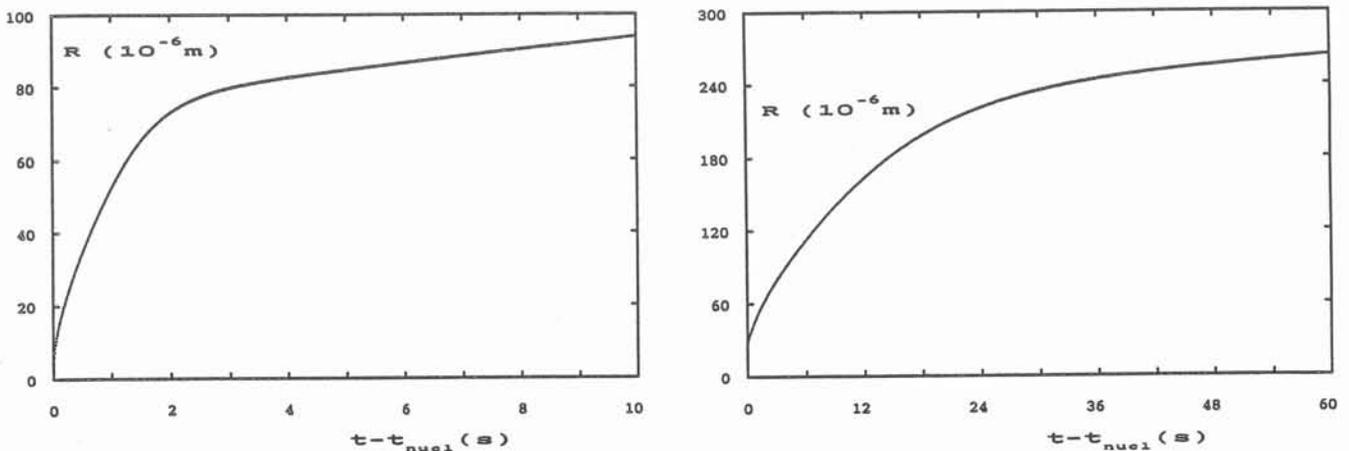


Figure 5.05 : Evolution du rayon du premier cristallite.

Alliage 5182 brassé à 600 A (à gauche), à 50 A (à droite), $t_{\text{éta}} = 7$ degrés, $N_0 = 1E18 \text{ m}^{-3}$.

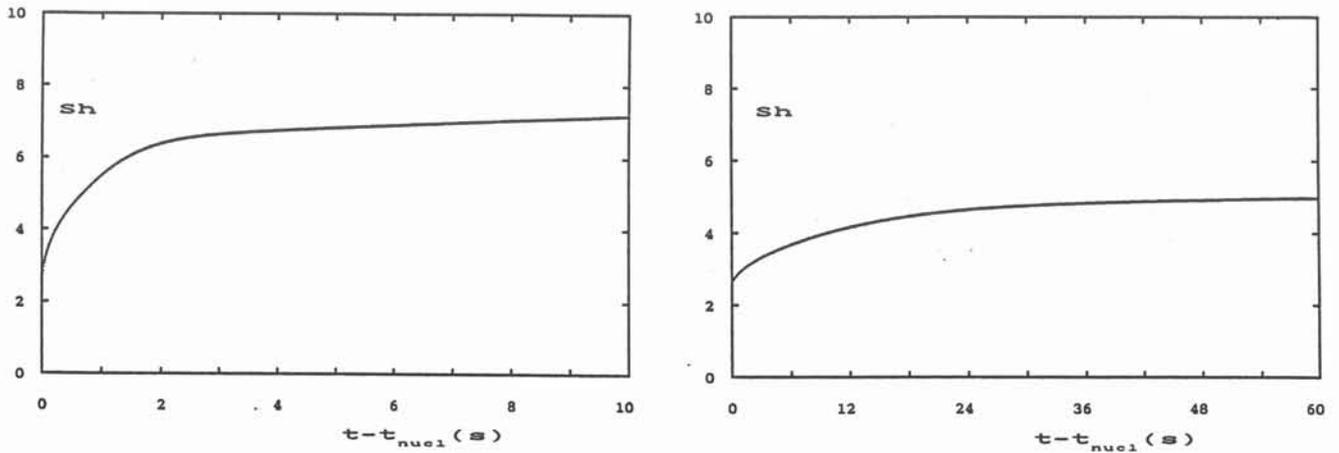


Figure 5.06 : Evolution du nombre de Sherwood caractérisant le transfert de soluté entre le premier cristallite et le bain. Alliage 5182 brassé à 600 A (à gauche), à 50 A (droite), $t\acute{e}ta = 7$ degrés, $N_0 = 1E18 m^{-3}$.

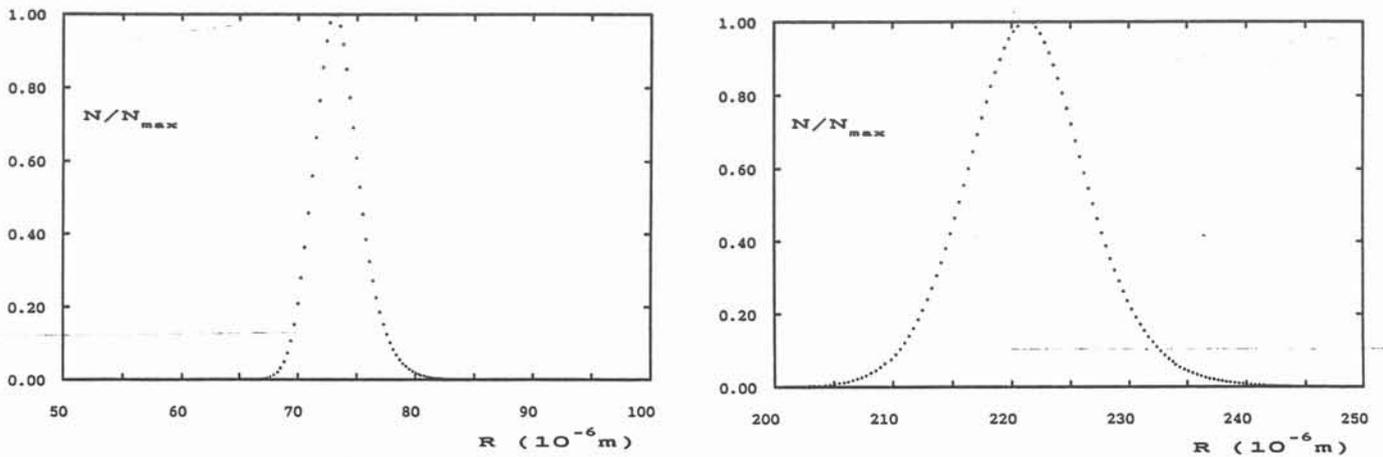


Figure 5.07 : Distribution de la taille des cristallites à la fin du calcul. La fraction solide est alors $3.2 E-03$. Alliage 5182 brassé à 600 A (à gauche), à 50 A (à droite) $t\acute{e}ta = 7$ degrés, $N_0 = 1E18 m^{-3}$.

5.7 - INFLUENCE ET CHOIX DES PARAMETRES PRINCIPAUX

5.7.1 - Influence et choix de l'angle θ

L'angle θ est le paramètre le plus sensible du modèle car il intervient dans la fonction exponentielle de la loi de nucléation. La figure 5.08 montre que pour θ donné, la courbe présente deux régimes : d'abord le régime d'épuisement, le nombre final de grains étant simplement le nombre N_0 de sites nucléants ; ensuite le régime d'extinction. Dans ce dernier régime, la pente de la courbe devient très faible. Pour les différentes valeurs de θ , les courbes ne se coupent pas. Lorsque θ décroît, la transition épuisement-extinction se décale vers les densités de grains plus élevées. Le comportement de notre modèle est donc très analogue à celui de MAXWELL et HELLAWELL. L'annexe G détaille l'influence de θ . Lorsqu'il diminue de 11 à 4 degrés, la densité de grains N_G augmente fortement. La surfusion DT_{max} diminue, et la durée de nucléation se contracte. Pour l'exploitation du modèle, nous avons adopté la même valeur que ces auteurs soit $\theta = 7$ degrés, et parfois $\theta = 4$ degrés. A titre de comparaison, DUSTIN et KURZ (1986) ont choisi pour $F(\theta)$ une valeur de 8000 K^3 environ, qui est donc très faible puisque $F(\theta)$ vaut 9700 K^3 pour $\theta = 4$ degrés, 90800 K^3 pour $\theta = 7$ degrés et 550000 pour $\theta = 11$ degrés.

5.7.2 - Influence du pas de temps

Le tableau 5.03 montre l'influence du pas de temps sur le calcul de la taille de grains.

Les pas de temps de 0,1 s et 0.05 s sont trop grossiers. Ils créent des instabilités numériques du fait que la germination est terminée en 2 à 5 pas de temps. Ce phénomène peut soit :

- produire beaucoup trop de germes en peu de temps et on obtient un changement de pente important sur la courbe. De plus, le nombre de classes de taille de grains est faible et non significatif.

- provoquer un trop grand dégagement de chaleur. La température du bain remonte au dessus de T_Q et le programme s'arrête, du fait d'une valeur négative de la surfusion.

L'écart sur la taille de grains entre les deux plus faibles pas de temps (0.01 s et 0.005 s) est peu important. Nos calculs sont stables pour 0.01 s. Nous choisissons ce pas de temps pour limiter la durée de calcul et son volume.

5.7.3 -Influence et choix de Q_0

Q_0 est une constante adimensionnelle de la loi de cinétique de nucléation. Elle regroupe différents paramètres caractéristiques de la surface des particules nucléantes. Le rôle de Q_0 sur la taille de grains est semblable au rôle de N_0 (nombre initial de sites nucléants) puisqu'ils interviennent seulement par leur produit dans le facteur préexponentiel.

Le tableau 5.03 montre les résultats de deux séries de calculs, avec $Q_0 = 1E24 \text{ s}^{-1}$ et $1E30 \text{ s}^{-1}$. Prenons par exemple les valeurs obtenues avec du 0.005 s et $T_q - T_{fr} = 8 \text{ K}$. Augmenter Q_0 d'un facteur $1E06$ fait passer N_G de $1.92 \text{ E } 09 \text{ grains/m}^3$ à $2.45E09 \text{ grains/m}^3$, donc une modification minime. Par ailleurs DT_{max} se trouve abaissée de $1,525 \text{ K}$ à $1,435 \text{ K}$ soit 10 centièmes de Kelvin, ce qui est ici considérable. L'explication est que à surfusion égale, la vitesse de nucléation est $1E06$ fois plus forte. Le dégagement de chaleur est donc plus fort et la recalescence commence plus tôt, ce qui arrête la nucléation.

Finalement, nous avons retenu pour Q_0 la valeur $1E24 \text{ s}^{-1}$, de sorte que avec $N_0 = 1E18 \text{ germes/m}^3$, le terme préexponentiel vaut $1E42 \text{ germes/m}^3/\text{s}$, donc voisin de la valeur admise par TURNBULL (1950), DUSTIN et KURZ (1986) ont adopté la valeur $N_0.Q_0 = 1E16 \text{ m}^{-3}$, donc beaucoup plus faible que la nôtre. Toutefois ce choix compense dans une certaine mesure la valeur faible qu'ils ont adoptée pour le facteur $F(q)$ sous l'exponentielle.

5.7.4 - Influence de $T_q - T_{fr}$

T_{fr} est un paramètre très sensible du modèle (tableau 5.03). En effet, la vitesse de refroidissement du liquide en dépend fortement. N_G , est une fonction croissante de $T_q - T_{fr}$. Ceci traduit l'augmentation correspondante de P , vitesse de refroidissement. Cet effet tend à s'atténuer pour les fortes valeurs. D'autre part la pente est plus forte pour les plus faibles surfusions. Cet effet va dans le même sens que celui indiqué par MAXWELL. Toutefois, pour nos valeurs de $T_q - T_{fr}$, les vitesses de refroidissement sont beaucoup plus faibles que celles explorées par MAXWELL. Elles sont proches de nos valeurs expérimentales.

Notre seule possibilité actuelle pour avoir une idée de la valeur moyenne de T_{fr} au cours de la recalescence est l'exploitation des thermogrammes expérimentaux. (annexe E). Nous avons choisi $T_q - T_{fr} = 8\text{K}$.

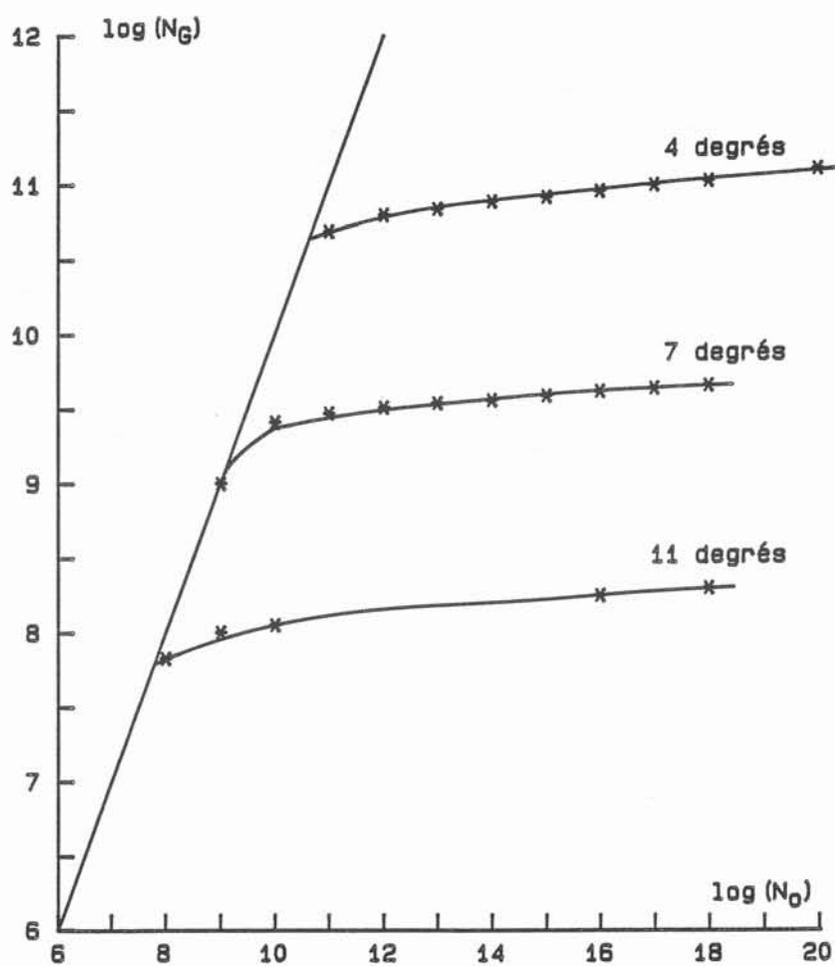


Fig. 5.8 - Influence de θ sur la densité de germes N_G . Alliage 5182, brassé à 600 A.

5.8 - INFLUENCE DE L'INTENSITE DE BRASSAGE

L'influence de l'intensité de brassage a été étudié particulièrement sur l'alliage 5182 (tableau 5.04). Lorsque l'intensité de brassage augmente (de 50A à 600A), la vitesse de refroidissement P_L augmente proportionnellement. La courbe de refroidissement se contracte sur une durée de plus en plus courte. Cette contraction est encore plus nette pour la nucléation. Sa durée $u_{ex} - u_{nucl}$ passe de 11,9 s à 1,2 s. Malgré cette réduction, le nombre de grains augmente (de $1.1E08 \text{ m}^{-3}$ à $46E08 \text{ m}^{-3}$) parce que la surfusion maximale s'est approfondie (de 1.121 à 1.168 K), de sorte que la vitesse de nucléation a augmenté considérablement. Le modèle traduit bien l'affinement de grains observé expérimentalement lors du brassage. Les valeurs calculées pour $\theta = 4$ degrés sont très voisines de celles mesurées sur l'alliage 5182-2 (Fig. 3.8).

5.9 - INFLUENCE DE LA COMPOSITION DE L'ALLIAGE

Les tableaux 5.04 et 5.05 mettent en évidence quelques effets de la composition en ce qui concerne la formation des grains. Prenons les résultats relatifs à un brassage à 350 A (tableau 5.04). D'après la densité de grains N_G , les alliages se classent dans l'ordre de taille de grains croissante :

2024<5182<7010<3004<6060<1050

Le classement par taille de grains admis par les praticiens est :

2024<5182<7010<3004<6060<1050

Il y a donc une grande similitude, mis à part le cas de l'alliage 7010. Nous reviendrons sur ce point au chapitre 6.

Le brassage étant le même pour tous les alliages, la loi de refroidissement initiale est la même. Ce qui change est d'une part la température de liquidus, qui modifie légèrement la vitesse de refroidissement P_L , mais surtout la vitesse de croissance (voir $V_{1_{max}}$ pour le 1050 et le 5182) : un alliage qui s'affine bien a une vitesse de croissance lente de sorte que à brassage égal, la surfusion atteint les quelques centièmes de degrés supplémentaires où la nucléation est abondante, sans que le dégagement de chaleur ne déclenche la recalescence.

5.10 - INFLUENCE D'ADDITIONS DE TITANE

Nous avons appliqué le modèle pour étudier l'influence d'additions de titane sur la structure de grains. Nous avons choisi le cas de l'alliage 1050, brassé à 600 A, additionné de 0,005, 0,010, 0,020 et 0,050 pour cent de titane. Les résultats sont résumés par le tableau 5.04. Il y a effectivement un effet, fonction croissante de la concentration en titane. Prenons la plus forte, 0,05 pct. Le nombre de grains est approximativement multiplié par dix. La raison est que la vitesse de croissance a diminué (d'un facteur deux environ), de sorte la surfusion DT_{max} a augmenté (d'environ 2 centièmes de degrés).

Q_0	du	$T_q - T_{fr}$	P_L	N_G	dN/dt	U_{surf}	U_{Nucl}	U_{max}	U_{Ex}	DT_{Nucl}	DT_{Max}
	s	K	Ks^{-1}	$1E08 m^{-3}$	$1E08 m^{-3}s^{-1}$	s	s	s	s	K	K
1E24	0.005	8	0.191	19.2	54.0	114.00	120.52	122.14	122.52	1.289	1.525
	0.010	8	0.191	17.1	54.0	114.00	120.5	122.13	122.83	1.292	1.523
	0.050	8	0.191	4.4	52.0	114.00	120.40	122.00	123.50	1.271	1.493
	0.100	8	0.191	1.5	1.7	114.00	120.40	121.80	124.90	1.271	1.468
	0.100	15	0.361	48.7	250.0	90	93.14	94.04	94.46	1.283	1.553
	0.050	2	0.048	0.2	0.08	169.00	210.60	221.70	227.15	1.266	1.421
1E30	0.005	8	0.191	24.5	80.0	114.00	120.15	121.54	122.11	1.230	1.435
	0.010	8									
	0.050	8	0.191	5.1	11.0	114.00	120.5	121.40	122.75	1.214	1.406
	0.100	8	0.191	1.7	11.0	114.10	120.00	121.20	124.20	1.207	1.385
	0.100	15	0.361	60.02	370.0	90	92.96	93.73	94.09	1.224	1.458
	0.050	2	0.048	0.4	0.1	169.00	207.50	216.55	221.05	1.210	1.249

Tableau 5.03 : Influence de Q_0 , $T_q - T_{fr}$ et de l'Alliage 5182 brassé à 600 A, $N_0 = 1E18 m^{-3}$, $Teta = 7$ degrés

Tableau 5.05

Résultats du modèle appliqué aux alliages étudiés

($Teta = 4$ degrés, $Q_0 = 2E24 s^{-1}$, $N_0 = 1E18 m^{-3}$, $du = 0.01 s$, $T_q - T_{fr} = 8K$)

Alliage	DT_{max}	D_{moy}	NG	U_{nucl}	U_{ex}
1050	0,378	907,3	$2,557 \cdot 10^9$	183,46	184,05
1060	0,380	735,8	$4,795 \cdot 10^9$	185,93	186,54
3004	0,383	526,7	$1,307 \cdot 10^{10}$	188,66	189,30
2024	0,390	331,3	$5,253 \cdot 10^{10}$	197,32	198,00
5182	0,390	344,3	$4,680 \cdot 10^{10}$	198,08	198,77
7010	0,399	155,1	$5,118 \cdot 10^{11}$	205,04	205,81

Tableau 5.04 : Résultats du modèle appliqué aux alliages étudiés

(Theta = 7 degrés, $Q_0 = 1E24 \text{ s}^{-1}$, $N_0 = 1E18 \text{ m}^{-3}$, $du = 0.01s$, $Tq - Tr = 8K$)

ALLIAGE	T_L	DT_{MH}	I	P_L	N_G	dN/dt	t_{Surf}	t_{Nucl}	t_{Max}	t_{Ex}	DT_{Nucl}	DT_{Max}	DT_{Ex}	$V1_{Nuc}$	$V1_{Max}$	$V1_{Ex}$	
	K	A	Ks^{-1}	$1E08 \text{ m}^{-3}$	$1E08 \text{ m}^{-3}$	$m^{-3} s^{-1}$	S	S	S	S	K	K	K	$\mu m s^{-1}$	$\mu m s^{-1}$	A	
1050	658,1	1,82	600	0,194	2,7	15,0	105,0	110,4	111,1	111,5	1,026	1,132	1,035	2200	90	76	600
			350	0,110	1,7	6,1	181,0	190,2	191,4	191,9	1,026	1,125	1,028	2190	68	57	350
1050			600	0,194	3,2	19,0	105,0	110,4	111,1	111,4	1,025	1,133	1,036	2000	86	72	600
+0.005 Ti	658,2	2,93	600	0,194	3,2	19,0	105,0	110,4	111,1	111,4	1,025	1,133	1,036	2000	86	72	600
1050			600	0,194	4,0	23,9	105,0	110,3	111,0	111,4	1,026	1,135	1,026	1700	82	68	600
+0.010 Ti	658,4	4,04	600	0,194	4,0	23,9	105,0	110,3	111,0	111,4	1,026	1,135	1,026	1700	82	68	600
1050			600	0,194	6,4	39,0	105,0	110,2	110,9	111,2	1,027	1,138	1,031	1300	73	58	600
+0.020 Ti	658,7	6,26	600	0,194	6,4	39,0	105,0	110,2	110,9	111,2	1,027	1,138	1,031	1300	73	58	600
1050			600	0,194	29,0	190,0	104,0	109,7	110,6		1,026	1,150		520	45		
+0.050 Ti	659,7	12,94	600	0,194	29,0	190,0	104,0	109,7	110,6		1,026	1,150		520	45		
2024	636,7	18,3	350	0,111	26,6	98,0	195,0	204,2	205,5	206,1	1,038	1,159	1,038	477	25	20	350
3004	650,5	7,1	600	0,189	12,3	70,0	108,0	113,48	114,26	114,61	1,032	1,149	1,032	1000	56	44	600
			350	0,032	4,8	5,4	186,0	195,5	196,7	197,3	1,031	1,140	1,031	1020	41	33	350
5182	635,4	17,5	600	0,190	46	280,0	114,0	119,0	119,8	120,2	1,039	1,168	1,038	510	34	27	600
			350	0,113	24	89,6	195,0	205,0	206,3	206,9	1,039	1,159	1,041	510	26	21	350
			100	0,032	4,8	5,4	686,0	720,8	724,8	726,4	1,038	1,138	1,039	491	14	11	100
			50	0,016	1,1	0,5	1373,0	1442,2	1449,7	1454,1	1,030	1,121	1,030	47	9	7	50
6060	654,6	4,5	350	0,111	2,5	9,4	183,0	192,7	193,9	194,4	1,028	1,130	1,032	1750	58	47	350
7010	622,9	25,1	350	0,111	229	820,0	202,0	212,0	213,5	214,1	1,046	1,185	1,049	123	12	9	350

Chapitre 6

DISCUSSION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX A L'AIDE DE CEUX DU MODELE

6.1 - MACROGRAPHIES ET RECALESCENCES DE L'ALLIAGE 1050

Le présent paragraphe est une discussion des informations principales obtenues sur la formation des grains de solidification dans l'alliage 1050, essentiellement des thermogrammes, plus particulièrement leur partie recalescence, ainsi que les macrographies. Nous avons signalé une macrostructure complexe puisqu'elle comporte successivement une zone colonnaire interrompue par une bande de grains colonnaires et équiaxes, puis la zone colonnaire reprend.

Les thermogrammes du 1050, brassé à 350 A ou 600 A présentent tous une recalescence, mais la macrographie révèle que les thermocouples sont prisonniers de la zone colonnaire. La recalescence étant associée aux phénomènes de croissance équiaxe (LIPTON, 1983), elle indique la période de temps où un certain nombre de cristaux se sont formés en suspension dans le métal liquide. L'épaisseur de métal solide est alors de 2 à 3 cm, puisqu'elle n'a pas atteint la première colonne de thermocouples. Les cristaux grossissent. Par le dégagement de chaleur latente, la température du bain remonte. Ce réchauffement du bain est enregistré par tous les thermocouples, donc aucun n'est encore entouré par un volume de solide conséquent.

Plus les grains deviennent massifs, moins ils ont tendance à être entraînés par le fluide et ils sédimentent formant ainsi le cône de sédimentation. Les grains en suspension peuvent s'accrocher au front solide-liquide et former ainsi les bandes de grains colonnaires-équiaxes que nous observons sur les macrographies. Cette structure de bande, et le fait que la partie de la zone colonnaire qui recouvre le cône de sédimentation présente seulement très peu de grains équiaxes prisonniers, suppose que la nucléation équiaxe est ponctuelle dans le temps. La nucléation équiaxe n'a pas donné assez de germes pour que la fraction solide atteigne les 66 % volumiques invoqués par HUNT (1984) pour avoir la transition colonnaire-équiaxe.

6.2 - COMPARAISON ENTRE LES ALLIAGES 1050 ET 5182 BRASSES A 350 A

Pour le 5182, les thermocouples présentent tous des recalescences. La macrographie montre que, en fin de solidification, ils sont prisonniers de la zone équiaxe. Le fait important ici est que la croissance colonnaire se trouve stoppée très tôt alors qu'elle s'est poursuivie dans le cas de l'alliage 1050. La discussion fait intervenir la fraction solide instantanée f_s si nous nous

réferrons au modèle de HUNT(1984) ou bien la vitesse de formation du solide df_s/dt si nous faisons intervenir le dégagement de chaleur latente (WITZKE 1980). L'une et l'autre de ces grandeurs font intervenir le nombre de grains N_G , la surface de ces grains et la vitesse linéaire v de progression de l'interface.

Tableau 6.01
Résultats du modèle concernant la croissance du premier grain dans
les alliages 1050 et 5182

Alliage		1050	5182
intensité		(350 A)	(350 A)
U_{Nucl}	s	190.25	204.97
U	s	192.25	206.97
N_G	m^{-3}	1.66 E+08	2.42 E+09
v	$m s^{-1}$	4.91 E-05	1.97 E-05
FS		9.11 E-04	6.16 E-04
dFS/dt	s^{-1}	0.15 E-02	0.13 E-03
U	s	194.25	208.97
N_G	m^{-3}	1.66 E 08	2.42 E 09
v	$m s^{-1}$	9.03 E-06	4.85 E-06
FS	-	3.55 E-03	3.17 E-03
dFS/dt	s^{-1}	6.50 E-02	8.30 E-02

Le modèle fournit des informations sur ces différents paramètres en fonction du temps. Un problème est le choix de l'instant de référence. Nous proposons de prendre pour celui-ci l'instant de nucléation. Le tableau 6.01 regroupe les résultats donnés par le modèle 2 secondes après la nucléation (elle vient juste de se terminer pour les deux alliages), et 4 secondes après la nucléation, le calcul étant arrêté à ce moment là. La vitesse linéaire de croissance v est constamment plus faible pour l'alliage 5182 d'un facteur deux environ. La fraction solide est plus faible également mais l'écart se réduit. En effet le classement s'inverse en ce qui concerne la vitesse de formation du solide. Elle est légèrement plus faible à 2 secondes, elle devient un quart plus forte à 4 secondes. La raison est que les grains du 5182 sont plus de 10 fois plus nombreux et donc leur surface est plus importante.

6.3 - EXISTENCE DU CONE DE SEDIMENTATION

Sur les alliages faiblement chargés (1050 ou 6060), nous avons observé dans tous les cas des grains equiaxes sédimentés.

Nous n'avons pas observé un tel cône de sédimentation pour les alliages comme le 5182 ou le 7010. Nous attribuons ce fait expérimental à la différence de ramification des cristallites. ESAKA (1986) ont montré que plus la concentration du soluté est importante plus les dendrites sont ramifiées. Le 5182 étant un alliage beaucoup plus chargé que le 1050, les dendrites seront plus ramifiées. Elles auront donc une sédimentation plus lente.

6.4 - FORME DU FRONT SOLIDE-LIQUIDE A UN INSTANT DONNE

Comme nous le signalons au paragraphe 4.8.2., la durée du pseudo-plateau D_{pp} est non seulement une fonction linéaire de x , distance à la paroi, mais aussi de z , niveau du thermocouple. D'après les figures 4.12 et 4.13, D_{pp} est pratiquement proportionnelle à x :

$$D_{pp} = B \cdot x \quad (6.01)$$

D'après la figure 4.14, la relation entre D_{pp} et z est linéaire :

$$D_{pp} = u_{pp} - u_{max} = a \cdot (z - Z_0) \quad (6.02)$$

Nous tirons de ces relations l'équation du front dans l'espace z, x , à un instant u_F donné (par exemple l'instant d'une trempe) :

$$u_F = u_{max} + B \cdot x (z - Z_0) \quad (6.03)$$

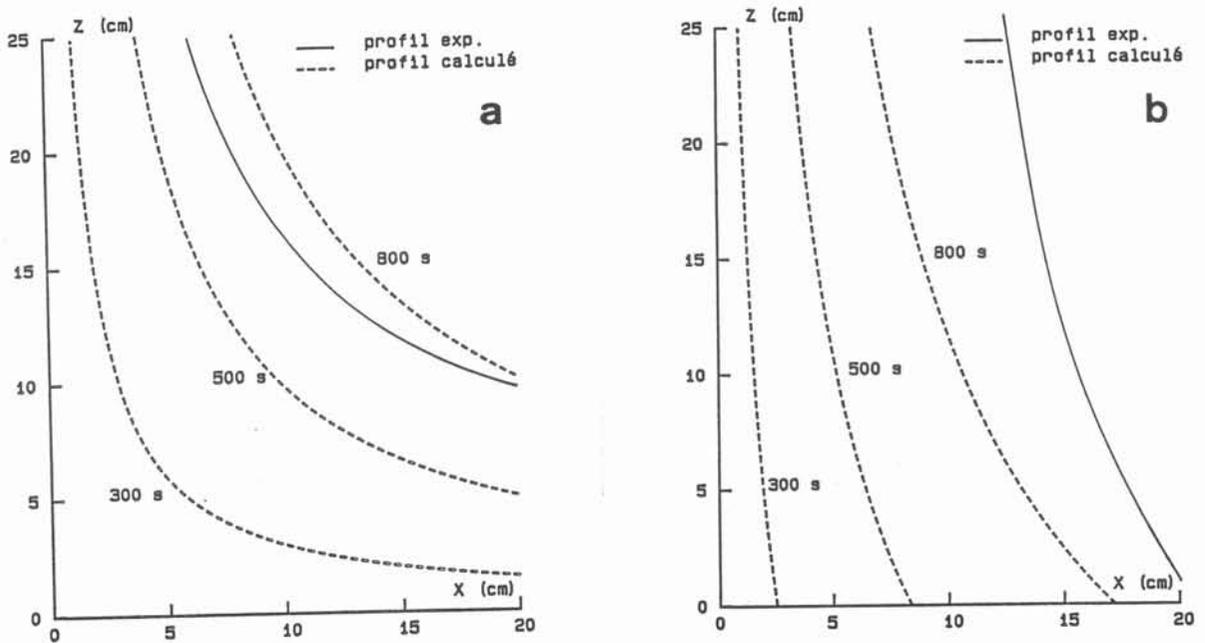


Fig. 6.01 : Forme du front solide-liquide dans l'alliage 1050 (en trait plein), comparée au profil calculé à 300, 500, 800s (en tirets) ; a) brassage à 350 A b) brassage à 600 A.

La position du front est donc donnée par :

$$x = \frac{u_F - u_{\max}}{B(z - Z_0)} \quad (6.04)$$

C'est l'équation d'une hyperbole ayant pour asymptote $z = Z_0$. La figure 6.01 superpose la forme calculée du front pour différentes valeurs de u_F d'une part, et la forme de la frontière colonnaire-équiaxe tirée des macrographies pour les deux expériences brassées à 350 A et à 600 A, d'autre part.

Les formes calculées et la forme observée sont très semblables. Notons à ce propos qu'elles proviennent d'informations complètement indépendantes : la forme calculée découle de l'analyse des thermogrammes ; la forme observée provient des macrographies. Pour cette raison nous pensons que cette similitude constitue un argument fort pour justifier notre hypothèse suivant laquelle la fin du pseudo-plateau du thermogramme traduit le passage du front solide-liquide sur le thermocouple.

Analysons un peu plus la forme du front à partir de l'équation 6.04. La figure 4.14 permet de donner la valeur de Z_0 . Pour 350 A, $Z_0 = 0$ ce qui correspond au fond de la lingotière. Pour 600 A, Z_0 vaudrait entre -110 et -220 mm. Ceci signifie que lorsque le brassage devient plus fort, le front tend à devenir plus vertical de sorte que son "asymptote" est rejetée plus loin que le fond de la lingotière.

Comme nous le voyons, le front est loin d'être plan. Sa surface est plus grande que la surface de la paroi froide du moule (0,7m * 0,24m), surface qui figure dans le modèle. La figure 6.01 permet d'évaluer la "surface lissée" du front solide-liquide. Nous mesurons sur la figure la longueur LA de l'arc de courbe inscrite dans les limites de la lingotière.

	Modèle	Expérience	
I (A)		350	600
LA (mm)	250	370	252
W_s :	1	1,5	1,0

Tableau 6.02 - Rapport W_{sg} entre surface lissée au front solide-liquide et surface de la paroi froide

La surface lissée est le produit de LA par l'épaisseur de la lingotière (70 mm). Les valeurs correspondantes sont dans le tableau 6.02. Plus le brassage est fort, plus la surface lissée se rapproche de celle de la paroi froide. Donc, le modèle sous-estime la surface d'échange. Pour préparer la discussion qui va suivre, nous définissons le rapport W_s entre la "surface lissée" et la surface plane.

6.5 - SURFACE D'ECHANGES THERMIQUES AU FRONT SOLIDE-LIQUIDE

Le paragraphe 4.5 a montré que le coefficient d'échange expérimental h_T décroît lorsque le brassage augmente. Ce résultat est paradoxal. D'ailleurs l'équation 5.21 montre que h_{Fr} est proportionnel à I. Nous remontons à l'analyse des courbes de refroidissement du liquide avant solidification. Le traitement de minimisation donne en fait globalement la valeur des paramètres T_{fr} d'une part, et celle du monôme $h\mathcal{S} / \rho C_p \mathcal{V}$. En ce qui concerne l'interprétation du résultat numérique, ρ et C_p sont donnés par les tables thermodynamiques, \mathcal{V} est le volume du liquide pris au tout début de la solidification. Il est très voisin de la valeur géométrique (0,07 m x 0,25 m x 0,20 m). Par contre, le paragraphe précédent a montré que la surface d'échange \mathcal{S} réel peut être très différente de la surface géométrique \mathcal{S} (0,07 m x 0,25 m).

La logique de l'équation 5.20 est que le système considéré, c'est à dire le liquide ayant la température T_D , possède une frontière à la température unique T_{fr} . Cette frontière ne peut être que la surface du front solide - liquide réelle (\mathcal{S} réel, \mathcal{V} réel). Elle ne peut pas être la paroi froide car du côté métal, sa température est inconnue. Par conséquent, nous devons avoir :

$$h_T * \mathcal{S} = h_{Fr} \mathcal{S}_{réel} \quad (6.05)$$

Cette équation définit W_S ; rapport expérimental de surface. Cette relation donne :

$$h_T = h_{Fr} \frac{\mathcal{S}_{réel}}{\mathcal{S}} = h_{Fr} w_s \quad (6.06)$$

avec $h_{Fr} = \rho \cdot Cp \cdot u_{fr} / \alpha$.

Les tableaux de l'annexe E donnent les valeurs calculées de w_s à partir de h_T et de h_{Fr} . W_S est fonction de la position du thermocouple, du brassage et de l'alliage. Pour le 5182 brassé à 600 A, sa valeur est proche de 1 et la dispersion est faible. Par contre, à faible brassage, W_S peut atteindre de très fortes valeurs ($W_S \approx 20$ pour l'alliage 3004 brassé à 50 A) et la dispersion augmente (Figure 6.2). Ces écarts ont la même origine que celle observée sur P. Quelques valeurs singulières peuvent apparaître pour les thermocouples situés en haut du lingot, proches de la surface libre.

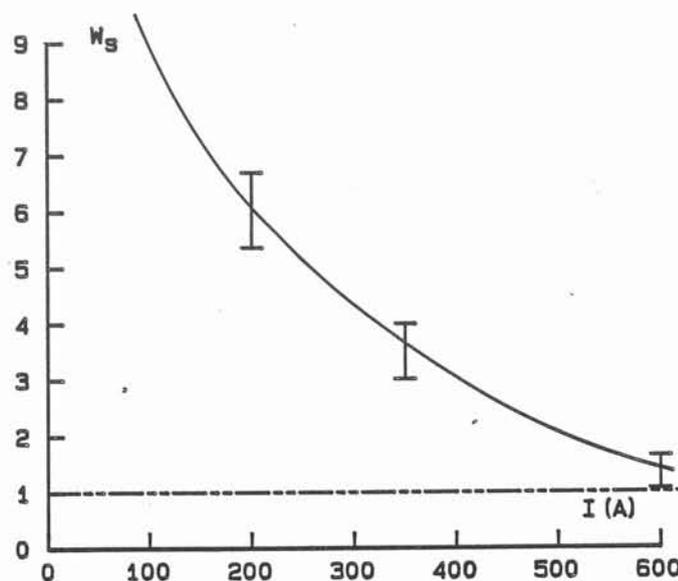


Figure 6.02 - Rapport de surface W_S d'après les thermogrammes de solidification de l'alliage 5182.

La surface lissée du front ne permet pas d'expliquer des valeurs de W_s supérieures à 1,5 dans le cas de 350 A. Pour expliquer les fortes valeurs W_s observées à moyen ou faible brassage, deux types d'hypothèses peuvent être envisagées :

- une augmentation de la surface réelle d'échange par un phénomène du type rugosité,
- un mécanisme de transport de la chaleur qui s'ajouterait au mécanisme convectif proposé.

6.5.1 - "Rugosité" du front solide-liquide

Le front n'est certainement pas plan puisqu'il est formé de dendrites. L'échelle des dendrites dépend des conditions de croissance. Pour nos lingots brassés à 350 A, la périodicité des dendrites secondaires est d'environ 100 microns. L'écoulement de chaleur ne voit pas cette périodicité car la forme des isothermes est lissée à une échelle plus grande. Par contre, l'écoulement de chaleur peut être sensible à la périodicité des axes primaires dendritiques. D'après ESAKA (1986), la périodicité primaire n'est pas fonction de la périodicité secondaire, mais elle peut être 10 à 100 fois plus grande. Les observations sur modèles transparents montrent un arrangement en forêt de sapins. Dans ces conditions un facteur 2 au maximum est possible.

6.5.2. Arrachement et refusion de fragments dendritiques

Beaucoup d'auteurs mentionnent l'hypothèse que des fragments dendritiques peuvent être arrachés au front solide-liquide, entraînés dans le bain et refondus. Du point de vue thermique, ce mécanisme comporte un transport de chaleur sous forme de chaleur latente qui contribue au refroidissement du bain (LIPTON 1983) et donc augmente la valeur apparente de h_T . Il est paradoxal d'invoquer ce mécanisme pour les faibles brassages plutôt que pour les forts brassages. En fait, nous pouvons imaginer que pour les forts brassages, le front est lissé par un effet mécanique ou thermique. Par contre, à faible brassage, la rugosité invoquée au paragraphe précédent peut donner lieu à des arrachements.

Or la périodicité dendritique est fonction de la composition de l'alliage, en particulier de l'intervalle de solidification ΔT_0 . Pour les différents alliages industriels brassés à 350 A, il y a donc même effet mécanique de lissage du front, mais certainement une périodicité différente. Aucune corrélation n'apparaît (Fig 6.3), nous en concluons que ce mécanisme est peu probable dans notre cas.

6.5.3 - Nucléation, transport et refusion entre le front et le bain

Tout le long du front solide-liquide existe une couche de liquide en forte surfusion qui peut atteindre une dizaine de degrés (annexe E). Dans cette couche limite, il peut avoir une abondante nucléation. Les cristallites peuvent se trouver entraînés dans le bain et y refondre. Cet effet comme le précédent est un transport de chaleur sous forme de chaleur latente.

La question qui se pose est la corrélation de cet effet, s'il existe, avec la composition de l'alliage et l'intensité de brassage. Comme nous l'avons fait dans le modèle, nous admettons que la température du front est 8 degrés en dessous de la température de liquidus. De ce fait, nous ne discutons par l'effet de la composition. En ce qui concerne le brassage, le temps caractéristique du phénomène envisagé peut être estimé en première approximation en fonction de l'épaisseur d de la couche limite et de la vitesse de frottement u_{fr} :

$$\text{temps caractéristique} = \frac{\delta}{u_{fr}} = \frac{300 \nu}{u_{fr}} = \frac{\text{constante}}{I^2}$$

Par ailleurs le volume où s'effectue la nucléation est fonction croissante de d , donc aussi fonction du brassage. Admettons en première approximation que l'effet est proportionnel au volume, ainsi que au temps caractéristique. On attend donc un effet d'autant plus marqué que l'intensité est faible, ce qui est effectivement observé.

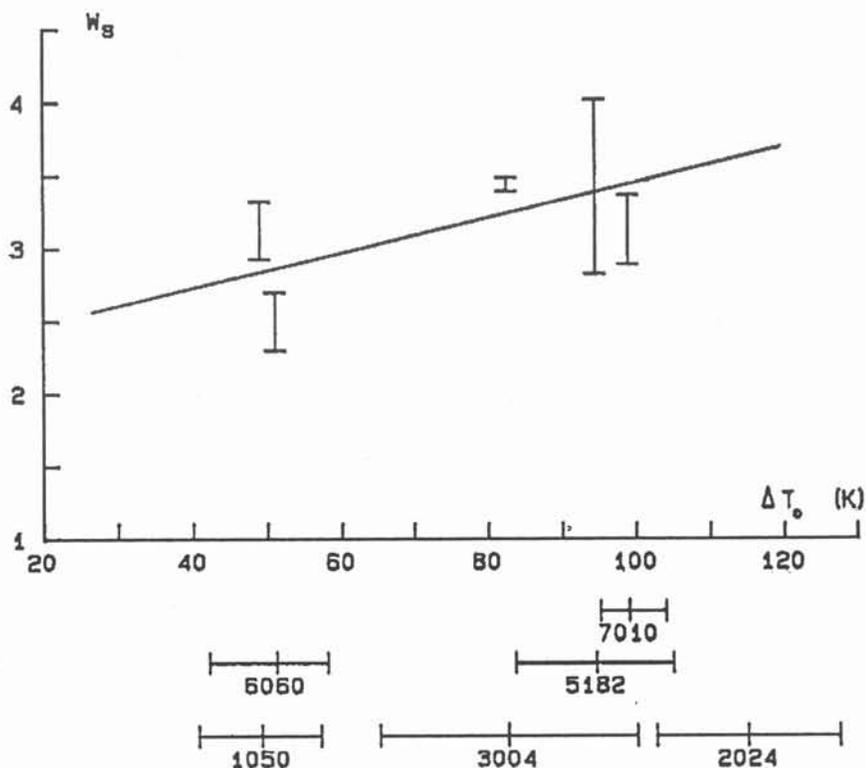


Figure 6.3 - Influence de l'intervalle de solidification ΔT_0 sur W_s , rapport expérimental de surface, pour les alliages brassés à 350 A.

6.6 - RECALESCENCE ET TAILLE DE GRAINS

Considérons la partie recalescence des courbes de refroidissement. Le modèle donne une courbe de recalescence qui traduit le déroulement dans le temps de l'histoire nucléation-croissance en un point M. Expérimentalement, le thermocouple voit la résultante du déroulement ci-dessus, aux points voisins M', M"... dans le volume qui l'influence thermiquement, avec des décalages qui traduisent les gradients de température. Cet effet de gradient est d'autant plus fort que le brassage est plus faible parce que la courbe du modèle est déjà plus étalée, et surtout parce que les gradients sont plus forts.

En ce qui concerne la taille de grains, la Figure 3.7 montre une dispersion beaucoup plus importante par les faibles brassages que pour les brassages forts. La dispersion des rayons des cristallites donnée par le modèle est très faible. Elle reflète essentiellement la différence de

durée de vie, c'est à dire la différence $u_{ex} - u_{nUCl}$ (tableau 5.04). Même dans le cas des faibles brassages, ce n'est qu'une très faible partie de l'histoire de la solidification. La distribution expérimentale des tailles de grains reflète principalement l'étalement dans le temps des histoires thermiques locales.

En ce qui concerne l'effet de la composition, c'est un fait connu que le brassage affine seulement les alliages qui donnent déjà, en l'absence de brassage, une forte proportion de grains équiaxes. Le modèle montre que le grain fin résulte des quelques centièmes de degré de surfusion supplémentaires qui peuvent être atteints dans des conditions de brassage données, parce que la croissance est suffisamment lente pour ne pas provoquer le réchauffement du bain. C'est ce qui fait la différence entre l'alliage 5182 (croissance lente se traduisant par une recalescence aigue mais profonde) et l'alliage 1050 (croissance plus rapide, recalescence étalée dans le temps et moins profonde, Figure 4.9).

6.7 - INFLUENCE DE LA COMPOSITION SUR LA TAILLE DE GRAINS

Comme nous l'avons signalé au chapitre 5, pour traduire l'influence de la composition dans les alliages binaires, Maxwell et Hellawell introduisent le paramètre $1/X$:

$$1/X = mC_b (k - 1) \quad (6.07)$$

Ce paramètre a la dimension d'un intervalle de solidification pour un alliage de composition kC_b . Nous étendons cette notion aux alliages multiconstitués et nous la notons DT_{MH}

$$DT_{MH} = \sum_j m_j C_{bj} (k_j - 1) \quad (6.08)$$

Le rôle de ce paramètre dans la cinétique de croissance apparaît lorsque l'on examine l'équation 5.31. Pour les valeurs faibles de y/y_j elle se réduit à :

$$DT_{sol} \approx vR \sum_j [m_j C_{bj} (k_j - 1) \frac{1}{Sh_j * D_j}] \quad (6.09)$$

D'un soluté j à l'autre, seule la valeur de D_j fait varier Sh_j . Si on admet que tous les D_j sont identiques, il vient que, à un instant donné, la vitesse de croissance est inversement proportionnelle à DT_{MH} .

La figure 6.04 permet de comparer aisément le diamètre moyen des grains calculé à l'aide du modèle et le diamètre équivalent mesuré dans les expériences de brassage à 350 A.

Il est à noter que, dans le modèle, intervient la loi de nucléation hétérogène. Dans cette loi, les paramètres Q_0 , N_0 et θ sont très mal connus. Les résultats du modèle présenté correspondent à un ajustement de ces paramètres dans les plages de variation physiquement admissible. Avec un peu plus de temps et de patience, le facteur 4 d'écart sur la taille des grains aurait pu être réduit, jusqu'à une meilleure corrélation.

Le classement par ordre de taille de grains qui résulte des alliages est le même que le classement expérimental, à l'exception de l'alliage 7010. Or cet alliage est particulièrement chargé. Une interaction thermodynamique entre solutés peut-elle modifier les valeurs m_j , k_j et changer le classement ? Nous avons repris le calcul de DT_{MH} en prenant les valeurs m_j et k_j telles qu'elles peuvent être déduites des diagrammes ternaires Al-j-j'. La réponse est négative. Même si telle ou telle valeur de m_j et k_j se trouve modifiée, la valeur de DT_{MH} change peu et le classement n'est pas bouleversé. A l'exception de l'alliage 7010 près, les résultats calculés et expérimentaux vont dans le même sens : même classement des alliages en fonction de leur capacité à s'affiner, même évolution de la taille de grains en fonction du paramètre DT_{MH} , sous la forme d'une loi en puissance. Cette conclusion est d'une grande importance sur le plan pratique. En effet, à partir de là, il est relativement facile de définir une stratégie en matière d'affinage, tenant compte de la nature de l'alliage. A titre d'exemple, les partenaires industriels avaient prévu, à l'aide de ce modèle, que en procédé CREM, l'affinage du grain serait plus difficile à obtenir pour un alliage 3004 que pour un alliage 5182, ce qui est effectivement le cas.

De plus, il se dégage une meilleure idée du rôle des solutés en particulier des éléments mineurs, dans la structure de grains : ce qui est important, ce n'est pas la concentration C_{bj} de chaque soluté, c'est sa contribution à la surfusion solutale. Dans le cadre de l'approximation de l'équation 6, cette contribution peut être réduite au groupement $m_j C_{bj} (k_j - 1)$, c'est à dire à la contribution de soluté à l'intervalle DT_{MH} . C'est ainsi que des éléments mineurs peuvent jouer dans la croissance des grains un rôle aussi important que d'autres éléments pourtant majeurs.

6.8 - INFLUENCE D'ADDITION DE TITANE

Pour obtenir un bon affinage de nuances du type de la série 1000, une pratique industrielle consiste à rajouter du titane à un niveau de l'ordre de la centaine de ppm en plus de l'agent affinant. D'après le modèle (tableau 5.04), la densité volumique de grains, N_G vaut $1.2 \text{ E } 09$, $6.4 \text{ E } 08$ et $2.9 \text{ E } 09 \text{ m}^{-3}$ pour les alliages 3004, 1050 + 0.02 Ti et 1050 + 0.05 Ti respectivement. Le classement est conforme à ce que les praticiens annoncent. Cette similitude montre qu'à ces teneurs, l'addition de titane agit essentiellement sur le mécanisme de croissance des grains. Ainsi se détache l'influence du titane, qui à un niveau de l'ordre de la dizaine de ppm peut jouer un rôle prépondérant dans l'affinage du grain, ceci indépendamment de l'action des affinant du type AT5B connus. Il y a certainement là, l'explication scientifique de la pratique industrielle qui consiste à ajouter du titane en plus de l'agent affinant pour obtenir un bon affinage, en particulier sur les alliages de la série 1000.

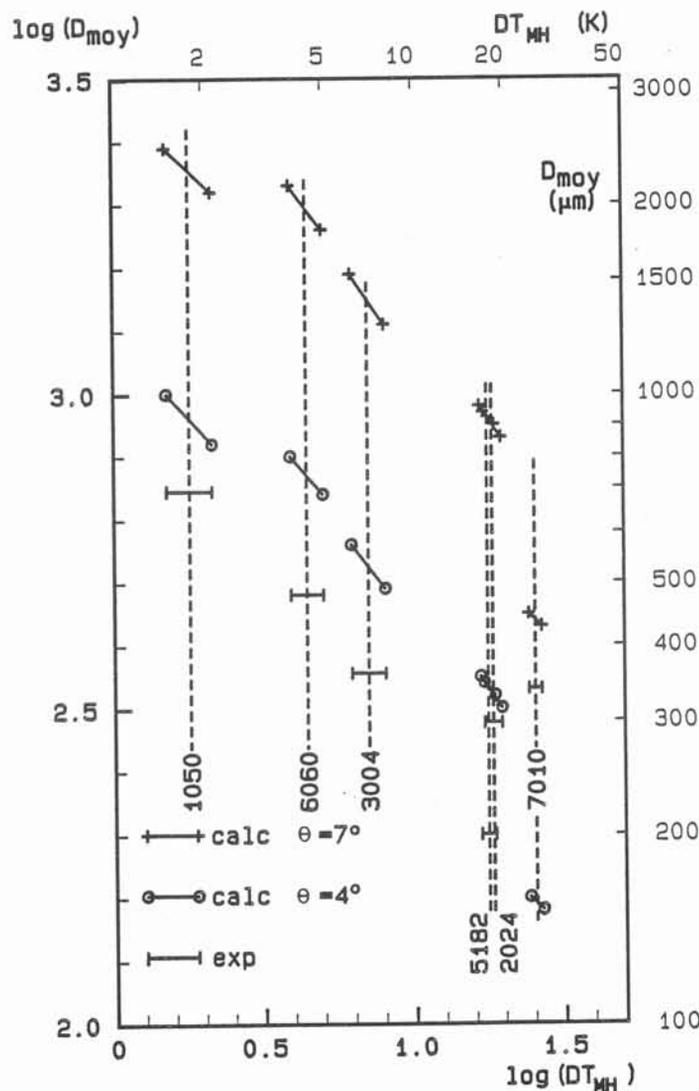


Figure 6.04 - Taille de grains calculée, taille de grains expérimentale en fonction de DT_{MH} . Les segments représentent les écarts entre minimum et maximum de composition. ($l = 350A$).

CONCLUSION

Le présent mémoire rend compte du programme de recherches expérimentales et théoriques concernant l'influence du brassage électromagnétique sur la structure de grains de solidification d'une série d'alliages industriels à base d'aluminium.

La structure de grains des lingots produits peut être décrite en termes simples uniquement dans le cas de fort brassage sur des alliages connus pour donner un grain fin. Dans ce cas, elle est formée presque exclusivement de grains équiaxes dont la taille est pratiquement uniforme. Pour les autres alliages, ou en cas de faible brassage, les cristaux colonnaires occupent une part plus ou moins grande du lingot. Par ailleurs une partie des grains équiaxes ont sédimenté. D'autres peuvent être emprisonnés au milieu des cristaux colonnaires.

La taille des grains équiaxes diminue lorsque le brassage augmente. L'affinage est très spectaculaire quand on passe de la convection naturelle à un brassage moyen, ensuite son efficacité décroît asymptotiquement. A intensité de brassage équivalente, les alliages peu chargés présentent des grains beaucoup plus grossiers. Toutefois, les lingots de ces nuances présentent toujours un cône de sédimentation formé de grains équiaxes fins, qui ont une grande importance dans les produits de coulée continue.

Les enregistrements numériques de courbes de refroidissement apportent beaucoup d'informations sur le comportement du liquide dans un lingot brassé. Ils permettent l'exploitation des résultats expérimentaux avec les modèles proposés. En particulier, avant solidification les fluctuations traduisent certaines caractéristiques turbulentes de l'écoulement.

Nos résultats expérimentaux montrent que le brassage modifie la morphologie du front solide-liquide. Par ailleurs un mécanisme de type cristallisation + refusion intervient dans le transport de chaleur entre le bain et le solide.

La qualité des enregistrements a permis de mettre en évidence dans nos gros lingots des phénomènes de recalescence, tels qu'on les voit habituellement sur les petits échantillons d'analyse thermique. Nous montrons que la fin du pseudo-plateau peut être assimilée au changement de régime hydrodynamique correspondant au passage du régime de cristaux en suspension dans un liquide brassé au régime de percolation du liquide à travers un squelette solide fixe.

Sur le plan théorique nous proposons un modèle numérique pour simuler les phénomènes de nucléation et de croissance dans un liquide brassé électromagnétiquement. Il prend en compte les paramètres du procédé, essentiellement l'intensité de brassage et la composition des alliages. Le modèle est appliqué à des alliages industriels d'aluminium mais la formulation est valide pour tous les alliages dilués. Il donne le nombre de grains par unité de volume, la surfusion maximale ainsi que des résultats intermédiaires, tels que la surfusion du début de nucléation, la vitesse de nucléation, et la vitesse de croissance des cristaux.

Le modèle montre que le brassage augmente la densité de grains. D'après le modèle cet effet résulte d'une légère augmentation de la surfusion : quelques centièmes de degrés sont significatifs du fait de la vitesse de nucléation très grande. Ceci explique la difficulté de trouver une corrélation entre les caractéristiques expérimentales de la recalescence et la taille de grains.

Le modèle classe les alliages industriels dans le même ordre que ce qui est connu dans la pratique, à une exception près. De plus le modèle montre clairement qu'à un niveau de brassage donné, la différence entre un alliage à grains fins et un autre plus grossier vient essentiellement de la différence de vitesse de croissance.

Dans le même esprit le modèle montre que des additions mineures de certains solutés peuvent jouer un rôle important. Ce résultat explique l'influence d'une très faible addition de titane indépendamment de l'effet d'agent nucléant.

Le modèle est un point de départ pour une extension prenant en compte par exemple une géométrie plus réelle des cristallites comme la fraction solide interne, ou les interactions en fin de solidification. Pour les cas de brassage moyen ou faible, il conviendrait de tenir compte du champ de température correspondant à l'écoulement réel afin d'aborder la distribution de taille de grains.

ANNEXE A : LISTE DES SYMBOLES

A	(s m ⁻²)	Perte de la courbe Dpp = f(x) à y = cte.
B	(s m ⁻²)	Perte de la courbe Dpp = f(y) à x = cte.
α	(-)	Facteur dans l'équation 5.21.
C _{bj} , C _{Lj} , C _{Sj}	(mole/m ⁻³)	Concentration volumique du constituant j dans le bain, dans le liquide interfacial, dans le solide.
C _p	(JK ⁻¹ m ⁻³)	Capacité calorifique du liquide.
D	(m)	Diamètre équivalent du grain.
D _j	(m ² s ⁻¹)	Diffusivité chimique du constituant j.
D _{min}	(K ²)	Résidu de la minimisation.
Dpp	(s)	Durée du pseudo-plateau.
D _r	(s)	Durée de la recalescence.
DT	(K)	Surfusion.
DT _{ex} , DT _{max} , DT _{nucl}	(K)	valeurs de la surfusion, figure 5.04.
DT _{MH}	(K)	Intervalle de température caractéristique, eq. 6.08.
DT _{sol}	(K)	Surfusion solutale.
D _{th}	(m ² s ⁻¹)	Diffusivité thermique.
du	(m)	épaisseur de la couche limite.
δ		
ΔS_v	(JK ⁻¹ m ⁻³)	Entropie de fusion volumique.
ΔT_o	(K)	Intervalle de solidification.
ε	(W kg ⁻¹ s ⁻¹)	Taux de dissipation de l'énergie turbulente.
f _s	(-)	Fraction solide.
f(θ)		Rapport de volumes, eq. 5.02.
Γ	(Km)	Paramètre Gibbs-Thomson.
h _j	(m s ⁻¹)	Coefficient d'échange du soluté j.

h_{fr}	$(W\ m^{-2}\ K^{-1})$	Coefficient d'échange thermique, eq. 5.20.
h_T	$(W\ m^{-2}\ K^{-1})$	valeur exp. du coefficient d'échange.
I	(A)	Intensité du courant dans le moteur linéaire.
j		indice relatif aux solutés.
k_{turb}, k_{Fr}	$(w\ kg^{-1})$	Energie turbulente et sa valeur au voisinage du front solide-liquide.
k, k_j		Coefficient de distribution du soluté j .
L_f	$(J\ m^{-3})$	Enthalpie de fusion volumique. paramètre es. 5.05.
m, m_j	$(K\ m^{-3}\ mole^{-1})$	Pente du liquidus relative à j .
N	(m^{-3})	Nombre de cristallites.
N_A		Nombre d'Avogadro.
N_G	(m^{-3})	Nombre final de cristallites.
N_0	(m^{-3})	Densité de sites de nucléation.
ν	$(m^2\ s^{-1})$	Viscosité cinématique du liquide.
P		Indice relatif aux classes de cristallites.
P, P_L	$(K\ s^{-1})$	Vitesse de refroidissement du liquide, et sa valeur au liquidus.
P_M		
Q_0	(s^{-1})	Fréquence de nucléation par site.
Γ	(m)	distance à la paroi du cristallite
R, R_0	(m)	Rayon du cristallite, et sa valeur initiale.
R_g	$(J\ K^{-1})$	Constante des gaz.
ρ	$(kg\ m^{-3})$	Masse volumique.
S		Sursaturation, eq. 5.07.
\mathcal{S}	(m^2)	Surface d'échanges thermiques.
σ	$(J\ m^{-2})$	Energie de l'interface solide-liquide.
σ	(K)	Ecart-type (Ch. 4).
Sh_j		Nombre de Sherwood.

T, T_b, T_{fr}	(K)	Température du bain, du front.
T_c	(K)	Température de coulée.
T_1	(K)	Température de fusion du solvant.
T_p, T_q	(K)	Température d'équilibre.
θ	(radians, degrés)	Angle de mouillage, eq. 5.01.
U	(s)	Temps.
$U_{ex}, U_{max}, U_{nucl}$		valeurs du temps, voir fig. 5.04.
u_{fr}	(m s ⁻¹)	Vitesse de frottement pariétal.
U_{ref}	(s)	Durée caractéristique (Ch.4).
V	(m s ⁻¹)	Vitesse de croissance.
\mathcal{V}	(m ⁻³)	Volume du bain.
W_s		rapport de surface (Ch.6).
X		
y, y_j, y_{min}	(m ² s ⁻¹)	$y = v * R$ eq. 5.28 et 5.32.
z, Z_0	(m)	Coordonnée dans le lingot (Ch.6).

ANNEXE B
Composition des alliages, parametre DT_{MH}
et temperature de liquidus.

Alliage		Cu	Mg	Mn	Zn	Si	Fe	Zr	DT_{MH} (K)	T_L calc. (K)	T_L exp. (K)
1050	min					0.08	0.25		1.50	658,4	
	vis					0.10	0.30		1.82	658,0	659
	max					0.12	0.35		2.14	657,7	
2024	min	4.2	1.25	0.30		0.08	0.10		17.0	638,5	
	vis	4.4	1.35	0.60		0.10	0.15		18.3	636,7	638
	max	4.6	1.45	0.90		0.12	0.2		19.6	635,0	
3004	min	0.10	1.05	0.95		0.15	0.30		6.2	651,6	
	vis	0.15	1.10	1.00		0.17	0.40		7.1	650,5	649
	max	0.20	1.15	1.05		0.20	0.50		8.0	649,5	
5182	min		4.40	0.30		0.08	0.20		16.5	636,8	
	vis		4.60	0.35		0.10	0.25		17.5	635,5	638
	max		4.80	0.40		0.12	0.30		18.5	634,1	
6060	min		0.40			0.35	0.15		3.9	655,3	
	vis		0.45			0.40	0.19		4.5	654,5	654
	max		0.50			0.45	0.22		5.0	653,9	
7010	min	1.55	2.20		5.90	0.07		0.10	24.0	624,5	
	vis	1.60	2.35		6.10	0.08	0.12	0.11	25.1	622,9	630
	max	1.70	2.50		6.30	0.10		0.13	26.5	621,2	

**ANNEX C : Pente du liquidus (m_j), coefficient de partition (k_j)
et coefficient de diffusion des solutés j dans Al.**

j	m_j	k_j	Ref	D_j	Ref
	K/wt.pct			1E-09 m ² s ⁻¹	
Cr	3.78	1.95	(13)	7.20	(18)
Cu	-3.39	0.17	(13)	5.54	(18)
Fe	-4.44	0.029	(14)	2.81	(19)
Mg	-4.91	0.30	(13)	5.80	(16)
Mn	-0.75	0.70	(14)	7.20	(17)
Si	-5.93	0.12	(13)	9.20	(16)
Ti	33.33	7.67	(14)	2.52	(15)
Zn	-3.21	0.45	(13)	7.20	(17)
Zr	4.55	2.55	(13)	2.80	(17)

(13) HANSEN M., ANDERKO K. (1958)

(14) PHILIPS H.W.L.

(16) WILSON J.R. (1965)

(17) Estimated.

(18) IJIMA (1980)

(19) EREMENKO (1978).

**ANNEXE D : Constantes physiques relatives
à Al pur.**

$T_{lat} = 364 \text{ K}$	Rapport L_f/C_p .
$\Gamma = 1.32 \text{ E-07 Km}$	Paramètre Gibbs-Thomson.
$\sigma = 0.122 \text{ Jm}^{-2}$	Energie interfaciale Solide-Liquide.
$\Delta S_v = 1.004 \text{ E } 06 \text{ JK}^{-1}\text{m}^{-3}$	Entropie de fusion volumique.
$N_0 = 1\text{E } 18 \text{ m}^{-3}$	Densité de sites de nucléation.
$Q_0 = 2\text{E}24 \text{ s}^{-1}$	Fréquence de nucléation par site.
$T_F = 933 \text{ K}$	
$Y_A = 1.2 \text{ E-29 m}^3$	Volume atomique
$L_f = 10673 \text{ J/mole}$	
$\rho = 2368 \text{ kg/m}^3$	
$v = 5.22 \text{ E-07 m}^2/\text{s}$	
$C_p = 1080 \text{ J.K}^{-1} \text{ m}^{-3}$	

ANNEXE E

Caractéristiques des thermogrammes

Cette annexe résume les caractéristiques des thermogrammes, c'est à dire des enregistrements température-temps pour les différents thermocouples ; les résultats sont présentés sous forme de tableaux. Ils sont disposés suivant la position du thermocouple dans le lingot.

La partie gauche résume les mesures relatives au refroidissement du liquide : T_{fr} (noté T_f), l'écart-type, P , vitesse de refroidissement au liquidus, w_s (ch. 6.).

La partie droite, relative à la recalescence et au pseudo-plateau, donne les caractéristiques définies sur la figure 4.9.

18875	14609	10531	6605	6599	ND
13438	11281	10421	6585	6594	6600
11844	10797	10437	6606	6599	6600
11984	10140	10609	6560	6574	6604
10582	10671	6538	6594	6594	

6603	6597	ND
6583	6593	6599
6604	6598	6599
6558	6574	6603
6593	6592	

213	213	214
215	214	215
215	214	215
214	215	214
214	217	

0.19	0.27	0.29
0.39	0.22	0.21
0.42	0.21	0.17
0.32	0.18	0.22
0.29	0.18	

6593	6581	6550
6563	6553	6547
6570	6551	6547
6528	6518	6551
6538	6544	

0.19	0.18	ND
0.17	0.18	0.19
0.18	0.19	0.19
0.18	0.19	0.20
0.20	0.19	

T_{max}

T_{min}

t_{min}

Ecart type

T_f

h_T

101	330	661
223	367	599
120	271	539
111	225	439
152	418	

ND	ND	ND

0.2	0.2	ND
0.2	0.2	0.1
0.1	0.1	0.1
0.1	0.1	0.1
0.2	0.2	0.2

2.09	1.81	1.30
1.66	1.40	1.29
1.47	1.34	1.29
1.48	1.25	1.31
1.31	1.32	

1.2	1.8	ND
2.2	4.1	5.3
3.6	4.8	5.3
3.2	5.6	5.3
5.6	5.0	

0.19	0.18	ND
0.17	0.18	0.19
0.18	0.19	0.19
0.18	0.19	0.20
0.20	0.19	

D_{pp}

D_r

$T_{min} - T_{max}$

W_s

$T_{max} - T_f$

P

1050 - 350 A

$T_L = 659^\circ C$

1050 - 350 A

$T_L = 659^\circ C$

Refroidissement 40 s avant solidification

Solidification

ND	ND	ND
15297	15281	13859
13766	13219	13906
15969	14031	14328
15313	14265	

h_T

ND	ND	ND
653.5	646.1	644.8
646.6	646.2	646.1
652.2	652.8	645.5
645.6	645.4	

T_f

ND	ND	ND
0.44	0.32	0.16
0.32	0.17	0.12
0.56	0.31	0.22
0.77	0.41	

Ecart type

ND	ND	ND
210	209	209
209	209	209
211	211	208
208	208	

t_{min}

ND	ND	ND
656.6	648.9	648.3
650.3	650.3	649.5
654.5	656.6	648.9
648.0	648.5	

T_{min}

ND	ND	ND
657.0	649.1	648.6
650.5	650.5	649.8
654.8	656.8	649.2
648.2	648.8	

T_{max}

ND	ND	ND
0.23	0.22	0.22
0.23	0.22	0.22
0.22	0.23	0.22
0.21	0.21	

P

ND	ND	ND
3.5	3.0	3.8
4.3	4.3	3.7
2.6	4.0	3.7
2.6	3.4	

$T_{max} - T_f$

ND	ND	ND
3.28	3.28	2.98
2.96	2.84	2.99
3.43	3.01	3.08
3.29	3.06	

W_s

ND	ND	ND
0.4	0.3	0.3
0.3	0.3	0.3
0.4	0.2	0.2
0.2	0.3	

$T_{min} - T_{max}$

ND	ND	ND

D_r

ND	ND	ND
266	487	674
205	358	592
95	219	400
85	160	

D_{pp}

ND	ND	ND
16469	16625	16000
16000	16625	16094
16000	16188	16187
	16000	16281

 h_T

ND	ND	ND
615	616	616
615	616	616
615	617	614
616	616	616

 T_f

ND	ND	ND
0.32	0.19	0.22
0.15	0.22	0.18
0.41	0.26	0.11
0.21	0.19	

Ecart type

ND	ND	ND
109	113	114
111	115	115
108	110	113
112	117	

 t_{min}

ND	ND	ND
619.0	619.2	619.0
618.8	618.8	618.7
619.0	620.0	617.4
619.8	619.1	

 T_{min}

ND	ND	ND
619.4	619.4	619.2
619.1	619.1	619.0
619.2	620.2	617.8
620.2	619.4	

 T_{max}

ND	ND	ND
0.28	0.25	0.23
0.26	0.24	0.23
0.26	0.24	0.26
0.26	0.24	

P

ND	ND	ND
4.4	3.4	3.2
4.1	3.1	3.0
4.2	3.2	3.8
4.2	3.4	

 $T_{max} - T_f$

ND	ND	ND
3.49	3.53	3.39
3.39	3.53	3.41
3.39	3.43	3.43
3.39	3.45	

Ws

ND	ND	ND
0.4	0.2	0.2
0.3	0.3	0.3
0.2	0.2	0.4
0.4	0.3	

 $T_{min} - T_{max}$

ND	ND	ND
17	18	18
10	24	16
11	16	18
23	22	

 D_r

ND	ND	ND
53	364	568
30	310	591
28	286	536
301	563	

 D_{pp}

11234	9750	12391	602.8	605.9	604.5
11875	ND	ND	ND	614.5	615.6
11047	ND	15406	ND	(599.7)	(602.8)
8750	11656	11156	ND	615.3	616.6
	11484	14781		612.5	(607.5)

198	198	198	602.6	605.2	604.4
ND	198	(230)	ND	614.3	615.5
ND	(222)	203	ND	599.1	600.5
ND	198	198	ND	614.6	616.0
	198	195		612.2	605.5

0.24	0.36	0.37	198	198	198
0.57	ND	ND	ND	198	(230)
1.02	ND	0.63	ND	(222)	203
0.24	0.34	0.23	ND	198	198
	0.13	0.24		198	195

594	594	598	198	198	198
612	ND	ND	ND	198	(230)
606	ND	607	ND	(222)	203
595	613	614	ND	198	198
	610	605		198	195

16.7	14.5	18.4	0.2	0.7	0.1
17.6	ND	ND	ND	0.2	0.1
16.4	ND	22.9	ND	(0.6)	(2.8)
13.0	17.3	16.6	ND	0.7	0.6
	17.0	21.9		0.3	(2.0)

8.80	11.9	6.5	0.2	0.7	0.1
ND	ND	ND	ND	0.2	0.1
ND	ND	ND	ND	(0.6)	(2.8)
ND	2.3	2.6	ND	0.7	0.6
	2.5	2.5		0.3	(2.0)

T_{max}

T_{min}

t_{min}

Ecart type

T_f

h_T

81	236	428	12	10	9
ND	334	684	ND	8	ND
ND	321	792	ND	(100)	(250)
ND	221	697	ND	12	12
	218	767		8	12

12	10	9	0.2	0.7	0.1
ND	8	ND	ND	0.2	0.1
ND	(100)	(250)	ND	(0.6)	(2.8)
ND	12	12	ND	0.7	0.6
	8	12		0.3	(2.0)

16.7	14.5	18.4	0.2	0.7	0.1
17.6	ND	ND	ND	0.2	0.1
16.4	ND	22.9	ND	(0.6)	(2.8)
13.0	17.3	16.6	ND	0.7	0.6
	17.0	21.9		0.3	(2.0)

8.80	11.9	6.5	0.2	0.7	0.1
ND	ND	ND	ND	0.2	0.1
ND	ND	ND	ND	(0.6)	(2.8)
ND	2.3	2.6	ND	0.7	0.6
	2.5	2.5		0.3	(2.0)

0.28	0.29	0.25	8.80	11.9	6.5
ND	ND	ND	ND	ND	ND
ND	ND	ND	ND	ND	ND
ND	0.15	0.15	ND	2.3	2.6
	0.15	0.20		2.5	2.5

0.28	0.29	0.25	8.80	11.9	6.5
ND	ND	ND	ND	ND	ND
ND	ND	ND	ND	ND	ND
ND	0.15	0.15	ND	2.3	2.6
	0.15	0.20		2.5	2.5

D_{pp}

D_r

T_{min} - T_{max}

W_s

T_{max} - T_f

P

() courbe de type B

11609	12000	10593
11734	11312	10594
9328	9672	10405
9312	9405	9890
	9655	9875

h_T

804.2	632.3	603.6
627.1	630.2	600.1
622.4	625.0	610.1
606.6	627.4	618.1
	628.9	611.0

T_f

1.97	0.31	0.20
1.72	0.51	0.22
0.72	0.42	0.23
0.54	0.38	0.20
	0.30	0.21

Ecart type

135	181	186
165	187	186
184	188	186
189	189	188
	189	189

t_{min}

ND	636.0	608.9
ND	634.7	605.3
632.9	632.9	615.3
613.4	634.5	621.8
	635.5	617.1

T_{min}

ND	636.6	609.4
ND	637.1	605.8
633.4	633.5	618.7
613.8	634.8	622.1
	635.7	617.5

T_{max}

ND	0.20	0.20
ND	0.24	0.20
0.24	0.22	0.20
0.20	0.21	0.21
	0.20	0.20

P

ND	4.3	5.8
ND	6.9	5.7
11	7.5	5.6
7.0	7.4	7.0
	6.8	6.5

$T_{max} - T_f$

1.43	1.48	1.30
1.45	1.39	1.30
1.03	1.19	1.28
1.15	1.16	1.22
	1.19	1.22

W_s

ND	0.6	0.5
ND	0.4	0.5
0.5	0.6	0.4
0.4	0.3	0.5
	0.2	0.4

$T_{min} - T_{max}$

ND	ND	ND

D_r

ND	116	453
ND	170	509
26	199	480
53	180	421
	118	354

D_{pp}

ND	ND	ND
ND	ND	ND
18562	13766	ND
15938	14078	13266
21812	15813	12641
	16125	17250

ND	ND	ND
ND	ND	ND
6322	630.1	ND
6323	631.9	617.2
623.4	633.0	617.1
	632.3	624.4

ND	ND	ND
172	170	172
174	175	173
173	172	173
	175	176

ND	ND	ND
1.27	0.65	ND
1.44	0.74	0.28
1.58	1.10	0.27
	1.47	0.82

ND	ND	ND
ND	ND	ND
4.0	5.0	5.6
1.4	3.7	5.9
4.0	4.0	2.6

ND	ND	ND
ND	0.26	ND
0.26	0.25	0.25
0.25	0.25	0.25
0.26*	0.23	

T_{max}

T_{min}

t_{min}

Ecart type

T_f

h_T

ND	ND	ND
ND	ND	ND
64	207	398
61	214	452
69	215	452
	166	301

ND	ND	ND
ND	14	17
18	16	21
15	16	17
14	14	16

ND	ND	ND
ND	0.4	0.6
0.7	0.4	0.6
0.6	0.4	0.6
0.5	0.5	0.5

ND	ND	ND
3.99	2.96	ND
3.42	3.02	2.85
4.68	3.40	2.71
	3.46	3.70

ND	ND	ND
ND	5.6	ND
4.0	5.0	5.6
1.4	3.7	5.9
4.0	4.0	2.6

ND	ND	ND
ND	0.26	ND
0.26	0.25	0.25
0.25	0.25	0.25
0.26*	0.23	

D_{PP}

D_r

$T_{min} - T_{max}$

W_s

$T_{max} - T_f$

P

20187	14922	ND
16093	16156	16438
16156	15359	15344
18687	16000	15937
	17750	19375

h_T

603.6	623.2	ND
628.7	631.7	593.5
630.4	629.1	597.4
603.1	629.9	604.3
	630.3	608.2

T_f

0.66	0.32	ND
0.49	0.22	0.22
0.73	0.30	0.18
0.56	0.54	0.26
	0.57	0.45

Ecart type

162	156	ND
167	170	172
167	167	167
167	167	166
	164	161

t_{min}

ND	ND	ND
633.1	637.1	599.7
635.5	634.7	604.6
607.1	635.2	611.4
	634.0	611.5

T_{min}

ND	ND	ND
633.3	637.2	(600.1)
636.0	634.9	(605.1)
607.7	635.5	(611.8)
	634.5	(612.6)

T_{max}

ND	ND	ND
0.28	0.30	0.34
0.31	0.30	0.35
0.32	0.30	0.36
	0.29	0.33

P

ND	ND	ND
4.6	5.5	6.6
5.6	5.8	7.7
4.6	5.6	7.5
	4.2	4.4

$T_{max} - T_f$

7.35	5.43	ND
5.86	5.88	5.99
5.88	5.59	5.59
6.81	5.83	5.80
	6.46	7.06

W_s

ND	ND	ND
0.2	0.1	(0.4)
0.5	0.2	(0.5)
0.6	0.3	(0.4)
	0.5	(0.7)

$T_{min} - T_{max}$

ND	ND	ND
ND	3	(352)
5	9	(374)
8	10	(275)
	10	(220)

D_r

49	173	ND
48	222	501
101	202	556
43	155	481
	111	454

D_{pp}

() : courbe de type B

ND	636.6	ND
ND	636.1	631.0
ND	636.3	633.2
631.6	635.6	633.0
635.3	638.0	

T_{max}

ND	636.4	ND
ND	634.9	629.5
ND	635.7	631.3
631.9	635.5	631.2
635.0	638.7	

T_{min}

200	250	250
184	243	229
185	200	185
164	200	157
164	154	

t_{min}

1.57	.51	0.49
0.38	0.19	0.15
0.14	0.05	0.10
0.07	0.03	0.10
0.06	0.05	

Ecart type

608.7	625.7	613.9
631.4	633.9	624.7
631.4	634.4	624.1
628.9	635.4	624.8
634.1	634.4	

T_f

5076	5593	5164
8953	10483	9672
12406	14156	14094
15075	19437	15656
18313	18906	

h_T

ND	149	ND
ND	102	441
ND	145	415
ND	132	463
174	535	

D_{pp}

ND	12	ND
10	43	81
ND	84	ND
16	16	ND
60	ND	

D_r

ND	0.2	ND
ND	1.2	1.6
ND	0.5	1.8
0.1	0.1	1.8
0.3	1.3	

T_{min} - T_{max}

W_s

ND	10.9	ND
ND	2.2	6.3
ND	0.2	9.1
2.9	0.2	8.2
0.9	3.6	

T_{max} - T_f

ND	0.16	ND
ND	0.13	0.19
ND	0.18	0.35
0.22	0.18	0.37
0.19	0.31	

P

11875	13963	ND
12031	12000	11906
12000	11844	11359
9859	11313	11609
	11390	11203

 h_r

641	652	ND
651	648	650
649	650	650
646	650	649
	650	650

 T_f

0.97	0.10	ND
0.54	0.24	0.19
1.13	0.20	0.15
0.66	0.36	0.16
	0.41	0.21

Ecart type

ND	157	ND
ND	154	155
ND	157	154
ND	155	155
	154	155

 t_{min}

ND	653.7	ND
ND	651.9	654.0
ND	654.1	654.2
ND	654.2	652.8
	654.0	654.3

 T_{min}

ND	653.9	ND
ND	(652.5)	654.3
ND	654.4	654.5
ND	655.2	653.1
	654.4	654.6

 T_{max}

ND	0.17	ND
ND	0.16	0.20
ND	0.20	0.19
ND	0.21	0.19
	0.19	0.19

P

ND	1.9	ND
ND	2.5	4.3
ND	4.4	4.5
ND	5.2	4.1
	4.4	4.6

 $T_{max} - T_f$

2.52	2.96	ND
2.55	2.55	2.53
2.55	2.51	2.41
2.09	2.40	2.46
	2.42	2.38

Ws

ND	20	ND
ND	15	15
ND	16	16
ND	14	16
	13	13

 $T_{min} - T_{max}$

ND	20	ND
ND	15	15
ND	16	16
ND	14	16
	13	13

 D_r

20	101	ND
29	338	472
5	255	541
8	200	618
	275	515

 D_{pp}

7010 - 350 A

TK + VT

7010 - 350 A

TL = 630° C

Refroidissement 40 s avant solidification

Solidification

ND	13734	13937
ND	14265	13094
ND	14813	14875
ND	15625	14406
	17094	15406

h_T

ND	584	585
ND	585	596
ND	587	586
ND	597	596
	590	588

T_f

ND	0.58	0.38
ND	0.39	0.29
ND	0.37	0.30
ND	0.69	0.42
	1.18	0.34

Ecart type

ND	221	110
110	221	115
115	221	116
116	186	110
	110	ND

t_{min}

ND	593.5	593.5
ND	592.8	603.5
ND	593.6	592.8
ND	593.5	ND
	ND	594.2

T_{min}

ND	594.0	594.0
ND	593.0	603.5
ND	593.8	593.1
ND	593.8	593.1
	593.8	594.4

T_{max}

ND	0.37	0.35
ND	0.33	0.29
ND	0.31	0.32
ND	ND	ND
	0.33	0.31

P

ND	10	9
ND	8	7.5
ND	6.8	7.1
ND	ND	ND
	5.8	6.4

$T_{max} - T_f$

ND	2.91	2.96
ND	3.03	2.78
ND	3.14	3.16
ND	3.31	3.06
	3.63	3.27

W_s

ND		
----	--	--

$T_{min} - T_{max}$

ND		
----	--	--

D_r

ND		
----	--	--

D_{pp}

ANNEXE F
Effet de N_0 pour différents alliages
(Téta = 7 degrés)

		N_0	10^{20}	10^{18}	10^{16}	10^{11}	10^{10}	10^9	10^8
Alliage									
1050									
D	mm		1878	1920	1972	---	2157	2224	2711
N_G	10^8 m^{-3}		2,9	2,7	2,5	---	1,9	1,7	1,0
DT_{\max}	K		1,100	1,132	1,166	---	1,292	1,317	1,348
U_{nucl}	s		110,30	110,45	110,61	---	111,18	111,29	111,41
U_{ex}	s		111,30	111,52	111,76	---	112,66	112,85	113,22
2024									
D	mm		698	---	750	836	878	1241	---
N_G	10^8 m^{-3}		56	---	45	33	28	10	---
DT_{\max}	K		1,134	---	1,205	1,314	1,340	1,373	---
U_{nucl}	s		118,39	---	118,71	119,18	119,28	119,40	---
U_{ex}	s		119,52	---	120,02	120,82	121,03	121,55	---
3004									
D	mm		1120	---	1196	1317	1354	1478	2673
N_G	10^8 m^{-3}		13	---	11	8	8	6	1
DT_{\max}	K		1,116	---	1,184	1,289	1,313	1,340	1,385
U_{nucl}	s		133,34	---	113,64	114,11	114,22	114,33	114,45
U_{ex}	s		114,39	---	114,87	115,63	115,81	116,07	115,78

ANNEXE F (suite)

	N_0	10^{20}	10^{18}	10^{16}	10^{11}	10^{10}	10^9	10^8
Alliage								
5182								
D	mm	720	746	774	862	904	1241	2673
N_G	10^8 m^{-3}	51	46	41	30	26	10	1
DT_{\max}	K	1,135	1,170	1,210	1,31	1,34	1,37	1,40
U_{nucl}	s	118,83	118,98	119,14	119,61	119,72	119,84	119,95
U_{ex}	s	119,96	120,19	120,46	121,25	121,46	121,97	121,22
6060								
D	mm	1605	---	---				
N_G	10^8 m^{-3}	4,6	---	---				
DT_{\max}	K	1,106	---	---				
U_{nucl}	s	111,73	---	---				
U_{ex}	s	112,76	---	---				
7010								
D	333	347	---					
N_G	515	459	---					
DT_{\max}	1,160	1,195	---					
U_{nucl}	122,90	123,05	---					
U_{ex}	124,14	124,40	---					

ANNEXE G
Effet de Teta et N₀
(Alliage 5182-600A)

	N ₀	10 ²⁰	10 ¹⁸	10 ¹⁶	10 ¹⁰	10 ⁹	10 ⁸
Teta							
4 degrés	D	mm	261	276	576	ep	ep
	N _G	1E08 m ⁻³	1070	909	100	ep	ep
	DT _{max}	K	0,394	0,407	0,457	ep	ep
	U _{nucl}	s	114,97	115,02	115,19	ep	ep
	U _{ex}	s	115,39	115,48	115,63	ep	ep
7 degrés	D	mm	746	774	904	1241	2673
	N _G	1E08 m ⁻³	46	42	26	10	1
	DT _{max}	K	1,17	1,20	1,34	1,37	1,40
	U _{nucl}	s	118,98	119,14	119,72	119,84	119,95
	U _{ex}	s	120,19	120,46	121,46	121,97	121,22
11 degrés	D	mm	2075	2173	2565	2674	3039
	N _G	1E08 m ⁻³	2,1	1,9	1,1	1,0	0,7
	DT _{max}	K	3,34	3,44	3,79	3,86	3,94
	U _{nucl}	s	133,38	134,06	136,55	137,05	137,58
	U _{ex}	s	137,22	138,23	142,14	141,21	144,13

Annexe H
Liste des essais

Alliage	Intensité (A)	Taille de grains (μm)	Enregistrements
1050	600	-	
	600		
	350	-	
	350	-	
2024	400 (R)	300 (DB)	TK
	350	300 (DB)	TK
	245	350 (DB)	TK
2024 + Ti	350 (R)	300 (DB)	TK
3004	350 (R)	400 (DB)	TK
	350	360	TK + VT
	50	420	TK + VT
5182-1	450	250	TK
	350	200	TK
	350 (R)	242 (DB)	TK
	250	230	TK
	50	540	TK
	CN	830	TK
5182-2	600	393	
	350	387	
	200	428	
	CN	800	
6060	350	480	
7010	350	340	TK + VT
	350 (R)	500 (DB)	TK
7010 + Zr	350 (R)	500 (DB)	TK

Les enregistrements de température ont été effectués sur la chaîne de mesure HP 3852A, sauf ceux marqués TK, effectués sur la chaîne HP 3497 à une cadence moins élevée.

References

- AARON B.H., FAINSTEIN D. et KOTLER G.R, "Diffusion limited phase transformations : A comparison and critical evaluation of the mathematical approximation "J. Appl. Phys. 41, pp 4404-4410 (1970).
- BACKERUD L "Solidification characteristics of aluminium alloys", vol 1, Ed. Tangen Trykle (Norge) 1986.
- BARBIER J.N., FAUTRELLE Y., EVANS J. et CREMER P. "Simulation numérique de fours chauffés par induction", J. Mec. Théor. Appl, 1,3, pp 553-556 (1982)
- BATCHELOR G., "Mass transfer from small particles suspended in turbulent fluid", J. Fluid Mech. 98, 3, 1980, 609-623.
- BILONI H., "Relationship between segregation substructures and casting structures" The Solidification of Metals, ISI publ. 110 (1968) pp 74-82.
- BILONI H., CHALMERS B. Trans. TMS AIME, 233 p 373 (1965)
- BLOCH D. Communication privée.
- BOLLING G.F., "Manipulation of structure and properties," in "Solidification" , American Society for Metal (1971) pp 341-384.
- CAMPBELL J. Grain refinement of solidifying metals by vibration, a review in "Solidification Technology in the Foundry and Cast House," 1980, The Met. Soc. 1983. pp 61-69.
- CAMPBELL J. "Effect of vibration during solidification," Int. Met. Rev 1981 26(2) pp 71-108.
- CARSLAW H.S, JAEGER J.C. "Conduction of Heat in Solids" p295, Oxford University Press, Londre (1959).
- CHALMERS B., "The structure of ingots", J. Aust. Inst. Metal 8 (1963) pp 255-263.
- DESNAIN P., DURAND F., FAUTRELLE Y., BLOCH D., MEYER J.L., RIQUET J.P. "Effects of the electromagnetic stirring on the grain size of industrial aluminium alloys : experiments and theoretical predictions". In "Light metals 1988", L.G. BOXALL ed. The Met. Soc. AIME 1988 pp. 487-494.
- Diffusion and Defects Data, Trans. Tech. Publications.
- DUSTIN I., KURZ W. "Modeling of cooling curves and microstructure during equiaxed dendritic solidification", Z.Metallkunde 77, 1986, 265.
- ESAKA H. "Dendrite growth and spacing in succinonitrile-acetone alloys", thèse n°615, EPF Lausanne 1986.
- GENDERS R. J. Inst. Metals 35 (1926) p 259.
- HALL H.T. et JACKSON W.S., "Grain refinement in cast austenetic steels" The solidification of Metals, I.S.I. publ. 110 (1967) pp 313-317.

HANSEN M., ANDERKO K., "Constitution of binary alloys", Mc Graw Hill book company 1958.

HOLLOMON J.H., TURNBULL D., "Nucleation", Prog. Metal Phys. 4 (1953) 333-388

JACKSON K.A. "Nucleation and atomic kinetics", In "Crystal growth, a tutorial approach", BARDSLEY ed, North Holland, 1979, 142-143.

LEVICH V.G. "Physico-Chemical Hydrodynamics", Prentice Hall 1962.

LIPTON J. "Uebergang von der gerichteten zur ungerichteten dendritischen Erstarrung", " Transition colonnaire-equiaxe de la croissance dendritique", thèse n° 501, EPF Lausanne 1983.

LIPTON J., GLICKSMAN M.E., KURZ W., "Dendritic growth in undercooled melts", Mat. Sci. Eng. 65 (1984) 57-63.

MASCRE C., "Effets des vibrations sur les alliages en fusion ou en cours de solidification". Fonderie 200. p 361-375, 1962.

MAXWELL I. et HELLAWEEL A., "A simple model for grain refinement during solidification" Acta Metal 23, pp 229-237 (1975).

MEYER J.L., "Influence de la convection naturelle ou du brassage électromagnétique sur la solidification de lingots d'aluminium", thèse de Docteur-Ingénieur, INPG, Grenoble (1983).

MEYER J.L., DURAND F., RICOU R. et VIVES C. "Steady flow of liquid Aluminium in a Rectangular-Vertical Ingot Mold, Thermally or Electromagnetically Activated", Met. Trans. B 15 B, Septembre 1984, pp 471-478.

MEYER J.L., ERNST R., DURAND F., "Stirring an aluminium ingot mould with a linear motor : electromagnetic, hydrodynamic and thermal effects", in "Single and multi-phase flows in a electromagnetic field", H. BRANOVER et al. ed. A.I.A.A. 1985, 736-755.

OHNO A. "Compositional depression of undercooling and formation of segregation between columnar and equiaxed crystal zones", The solidification of Metal, I.S.I. publ. 110 (1968) pp 349-355.

PHILIPS H.W.L., "Annotated equilibrium diagrams of some aluminium alloy systems", the Institute of Metals monograph 25.

RAWDON, LORENTZ, "Metallographic etching reagents. 1) For copper, Scientific paper of the bureau of Standards 399 p. 658 (1920).

RICHARDSON J.H. "Optical microscopy for the materials sciences" Marcel DEKKER (1971), p. 310.

RIQUET J.P., MEYER J.L. "The metal Soc. AIME (1984) pp 33-42.

RIQUET J.P., MEYER J.L. "CREM : a new casting process -Part 2-, Industrial aspects". Light Metals 1987 p 779-784.

ROOS A. "Préparation des surfaces métallographiques pour micrographies et macrographies", Dunod (1960), p. 103.

ROSENHAIN "J. Inst. Metals (1926), 35, p. 282.

SMITHELLS C.J. et BRANDES E.A. (eds) : "Metals Reference Book", 6 edn, 1983, Londres, Butterworths.

SOUTHIN R.T. Trans. Met. Soc. AIME 239, (1967) p. 220-5.

SPERRY P.R., BANKARD MH. "Metallographic technique for aluminium alloys." Metals Handbook. Volume 7, p. 120 à 129.

TABERLET E., FAUTRELLE Y., "Turbulent stirring in an experimental induction furnace", J. Fluid Mech. 159 (1985) 409-431.

TILLER W.A., O'HARA S. "The solidification of Metals" Brighton 1968 Iron Steel Inst. Publi 110 (1968) p 27-36.

TURNBULL D., J. Appl. Phys. 21, 1950, 1022-1028.

WHELAN M.J., Metal Sci. J, 3, 1969, 95.

WHITE F. "Viscous fluid flow", Mc Graw Hill, New York 1974.

WILSON J.R., "The structure of liquid metals and alloys", Met. Reviews (1965) 10 p 381-590.

WITZKE S., "Influence de la convection sur la solidification en lingotière et en *coulée continue", Thèse Docteur de Troisième Cycle, INP de Grenoble 1980.

