Étude expérimentale et numérique de la coulée basse-pression de l'alliage de magnésium RZ5 dans des moules en sable imprimés en 3D

Antonin Sanitas

▶ **To cite this version:**

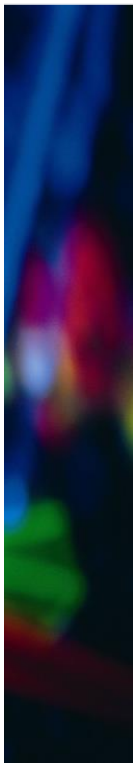
Antonin Sanitas. Étude expérimentale et numérique de la coulée basse-pression de l'alliage de magnésium RZ5 dans des moules en sable imprimés en 3D. Génie mécanique [physics.class-ph]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2017. Français. NNT : 2017ENAM0040 . tel-01763453

HAL Id: tel-01763453
https://pastel.hal.science/tel-01763453

Submitted on 11 Apr 2018

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.



2017-ENAM-0040

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

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité " Génie mécanique – procédés de fabrication "

présentée et soutenue publiquement par

Antonin SANITAS

Le 19 décembre 2017

ETUDE EXPÉRIMENTALE ET NUMÉRIQUE DE LA COULÉE BASSE-PRESSION DE L'ALLIAGE DE MAGNÉSIUM RZ5 DANS DES MOULES IMPRIMÉS EN 3D

Directeur de thèse : **Mohamed EL MANSORI**
Co-encadrement de la thèse : **Marie BEDEL**

Jury

M. Etienne PATOOR, Professeur, Georgia Tech-Lorraine	Président
M. Charles-André GANDIN, Directeur de recherche, CNRS CEMEF, MINES ParisTech	Rapporteur
Mme Mirentxu DUBAR, Professeur, LAMIH-UMR CNRS 8201, UVHC	Rapporteur
M. Satish BUKKAPATNAM, Professeur, TEES Institute, Texas A&M University	Examinateur
M. Emmanuel MERMOZ, Senior Expert – HDR, Airbus Helicopters	Examinateur
M. Pierre MARET, VP Engineering, Airbus Helicopters	Examinateur
M. Mohamed EL MANSORI, Professeur, MSMP-EA7350, Arts et Métiers ParisTech	Examinateur
Mme Marie BEDEL, Maître de Conférences, MSMP-EA7350, Arts et Métiers ParisTech	Examinateur
M. Julien FERAILLE, Ingénieur Matériaux Métalliques, AIRBUS Helicopters	Invité

T H È S E

Arts et Métiers ParisTech - Campus de Aix-en-Provence
Laboratoire MSMP (EA-7350)

Remerciements

Ce mémoire est le résultat de longs travaux, enrichissants et passionnants, parfois jonchés d'embuches et d'énigmes. C'est grâce à l'enthousiasme et à la coopération de nombreuses personnes qu'ils ont pu être menés à bien. Je souhaite ici les remercier pour ces trois riches années.

Je remercie les acteurs du projet RECIFE, qui ont permis le financement et le bon déroulement de ce projet. Merci à tous les intervenants des entreprises Airbus Helicopters, Danielson Engineering, ESI, Fonderie du Midi et Safran, pour avoir ouvert leurs portes, partager leur savoir-faire et transmis une vision concrète des problématiques industrielles.

Je tiens à remercier tous les membres du jury pour leur participation à l'évaluation de ce travail. Je les remercie pour leurs remarques pertinentes ainsi que pour leurs commentaires lors de la soutenance.

Merci à Mohamed El MANSORI, mon directeur de thèse, pour la confiance qu'il m'a accordée pour mener à bien ce projet de recherche. Il m'a toujours encouragé à faire plus et aller de l'avant. Pendant ces trois ans, l'autonomie qu'il m'a fait gagner m'a permis de tester des expériences variées et je le remercie pour son appui.

Je remercie toute l'équipe de la fonderie de l'ENSAM de Aix-en-Provence pour leur accueil chaleureux, leur soutien et la bonne humeur partagée au jour le jour. J'espère bien que les traditions gastronomiques, méthodologiques et humoristiques « fines » se perpétueront. Plus particulièrement, je souhaiterais dédier à Nicolas CONIGLIO, le premier chapitre de cette thèse. Tant par son encadrement pendant les six premiers mois de thèse que son aide bien après, il m'a permis de faire mes premiers pas scientifiques. Je le remercie chaleureusement pour son investissement, ses conseils et son appui pour les publications scientifiques. Merci à Jérémie BOURGEOIS, à qui je dédie le chapitre deux. Sans son aide et ses compétences précieuses, il aurait été difficile d'obtenir si rapidement des expérimentations fonctionnelles. Merci pour son calme, sa conscienciosité et sa persévérance pour mettre en œuvre l'ensemble des équipements de la plateforme, et surtout pourvoyant une grande sérénité. Un grand merci à Julien NEGRE, technicien de fonderie « exceptionnel », pour l'ambiance méditerranéenne et sa camaraderie de tous les instants ! Sa maitrise multi-métiers de l'usinage à la « chimie » associée à sa bravoure, ont permis la mise en œuvre pratique des expériences et le développement de l'essai de carottage. Je lui dédie ainsi le chapitre 3. Enfin, pour son engagement, son aide, ses conseils, ses questions et son intégrité, je remercie amplement Marie BEDEL, ma co-directrice de thèse, en lui dédiant les chapitres 4 et 5. Sa ténacité, de la pose des contacts brulants aux relectures méticuleuses, ont largement contribués à l'aboutissement de ce travail. J'espère qu'elle a apprécié, autant que moi, cette première expérience d'encadrement !

Je remercie également tous les membres du laboratoire et de l'école. Merci à Jacques BORRA pour son appui technique lors des coulées (de café) ; merci à Sébastien JEGOU pour la mise en place et le développement complexe des essais DSC ; merci à Fabrice GUITTONNEAU pour son analyse et sa passion pour la microscopie électronique, merci aussi à Sofiane KHELLADI pour la formation accélérée sur le logiciel Fluent, merci à Dorian DEPRIESTER pour son excellente maitrise de Latex et merci à Grazyna CAUQUIL pour son (grand) soutien administratif. Merci aussi à Yves LICCIA pour sa compétence et ses conseils en fonderie, bien qu'à la retraite, tout au cours de la thèse. Plus récemment, merci à Wayan GERAUD et Mathieu SUARD, nouveaux membres de l'équipe de fonderie, qui ont rapidement développé le couplage d'un moyen de chauffe traditionnel à un alliage spécifique, confirmant l'entente chaleureuse déjà présente.

Par ailleurs, merci à tous les doctorants qui se sont succédés, de Benjamin GUILLOT, Hazem MUBARAK, Céline CAGNA, Hadrien WEIL, Maxime GELINEAU, Clément MAUDUIT, François GODET, Nicolas SPITZ, Saptarshi MITRA et Mohamed KBIBOU. Sans cesse, ils ont pourvu à notre « open space », une ambiance de travail (à partir de 11h), bouillonnante et joyeuse. Un clin d'œil particulier à Mr SPITZ, toujours présent pour rechercher un canard dans un troupeau de vaches, avec qui j'ai pu partager de grands moments « follement intelligents » !

Finalement, cet aboutissement n'aurait pas été possible sans mes parents, qui m'ont inlassablement aidé et encouragé pendant tant d'années. Merci pour leur soutien, leurs re(re)lectures et leurs conseils de tous les instants. Je les embrasse plus qu'affectueusement ! Merci aussi à ma famille et à mes amis qui m'ont supporté, dans les deux sens du terme, pour les bonnes et les mauvaises astuces. Et, en dernier lieu, j'envoie une pensée spéciale parallèle à ma super-coéquipière …

Table des matières

Table des matières 1

Introduction générale 3

1 État de l'art de la coulée de pièces de fonderie en RZ5 7
1.1 Introduction . . . 8
1.2 Chaine de conception et de fabrication en fonderie . . . 8
1.3 Le procédé de coulée basse-pression . . . 12
1.4 L'alliage de RZ5 en fonderie . . . 22
1.5 Conclusion . . . 28
1.6 Références . . . 29

2 Approches méthodologiques expérimentales et numériques 35
2.1 Introduction . . . 36
2.2 Méthodes de préparation des moules . . . 36
2.3 Méthode de préparation et de coulée de l'alliage . . . 38
2.4 Méthodes de caractérisation . . . 44
2.5 Outils de simulation numérique . . . 49
2.6 Conclusion . . . 54
2.7 Références . . . 55

3 Méthodes de préparation du RZ5 en basse-pression 57
3.1 Introduction . . . 58
3.2 Développement d'une méthode de caractérisation des propriétés de l'alliage de RZ5 en profondeur dans le creuset . . . 58
3.3 Évolution des propriétés de l'alliage en fonction du temps et de la profondeur . . . 60
3.4 Détermination du lien entre recette et composition résultante . . . 70
3.5 Simulation des transferts de matière entre le bain et la pièce en basse-pression . . . 76
3.6 Conclusion . . . 80
3.7 Références . . . 81

4 Caractérisation des phénomènes de remplissage en basse-pression 83
4.1 Introduction . . . 84
4.2 Essais expérimentaux de caractérisation du remplissage . . . 84
4.3 Simulation numérique du remplissage . . . 93
4.4 Développement d'un modèle analytique du dépassement maximal . . . 100
4.5 Développement d'un modèle analytique des oscillations . . . 103
4.6 Définition d'un critère de remplissage trop rapide en basse-pression . . . 108
4.7 Conclusion . . . 112
4.8 Références . . . 113

5 Caractérisation de la coulabilité du RZ5 en basse-pression **115**
5.1 Introduction . . . 116
5.2 Conception d'un essai de coulabilité basse-pression instrumenté . . . 116
5.3 Simulation du phénomène de malvenue en basse-presion . . . 117
5.4 Étude expérimentale . . . 119
5.5 Prédictions analytiques de la malvenue . . . 125
5.6 Proposition d'une méthodologie de coulée limitant les défauts de remplissage en basse-pression . . . 131
5.7 Conclusion . . . 137
5.8 Références . . . 138

Conclusion générale **139**

A Compléments **I**
A.1 Temps après brassage testés et longueurs des carottes obtenues . . . I
A.2 Tailles de grains mesurées en fonction de la profondeur et du temps au bord des carottes II
A.3 Échantillons de référence choisis pour la simulation Thermocalc . . . III
A.4 Courbes d'enthalpie simulée avec Thermocalc . . . III
A.5 Méthode d'extraction de la hauteur de métal simulée . . . IV
A.6 Inclusions d'air observées par simulation . . . V
A.7 Programme de résolution Mathématica . . . V
A.8 Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux simulations et aux expériences VI
A.9 Maillages testés dans la simulation numérique de la malvenue . . . XII
A.10 Composition moyenne mesurée sur les essais de coulabilité . . . XIII
A.11 Calage du coefficient d'échange du modèle analytique de la malvenue avec les résultats expérimentaux . . . XIII

B Liste des acronymes **XV**

C Glossaire **XVII**

D Liste des symboles **XIX**

E Liste des figures **XXIII**

F Liste des tableaux **XXVII**

Introduction générale

Contexte industriel

Dans le domaine aéronautique, un des principaux enjeux est la réduction de la masse des composants pour augmenter la charge utile et pour diminuer la consommation de carburant. L'utilisation d'alliages de magnésium est ainsi d'un intérêt considérable grâce à leur masse volumique 30 % plus faible que les alliages d'aluminium. La principale application de ces alliages est la réalisation en fonderie de carters de boite de transmission. Afin d'acquérir de meilleures compétences dans ce domaine, des acteurs de l'aéronautique et de la fonderie se sont rassemblés autour d'un projet issu des fonds uniques interministériels (FUI) : RECIFE (REgles de Conception Innovantes en Fonderie magnEsium). Les partenaires Airbus Hélicoptères (Fabricant d'hélicoptères), Safran (Motoriste aéronautique), Danielson Engineering (Fabricant de moteurs et fonderie), Fonderie du midi (Fonderie), ESI (Concepteur de logiciel de simulation) et l'École Nationale Supérieure des Arts et Métiers (Partenaire académique) se sont associés pour définir ces nouvelles règles de conception. L'alliage de magnésium RZ5 étant répandu en aéronautique, il a été choisi par le projet RECIFE et sera ainsi l'alliage utilisé pour cette étude. Le centre des Arts et Métiers d'Aix-en-Provence qui s'est doté d'une machine d'impression 3D au sable et d'un four de fonderie basse-pression magnésium au sein de la plateforme technologique Lowcast/INOVSYS est en charge du développement expérimental d'une chaine de fabrication associant les procédés d'impression et de fonderie basse-pression. La figure 1 présente une pièce type réalisable avec ce procédé.

FIGURE 1 – Carter de boite de transmission d'hélicoptère en alliage de magnésium RZ5 coulé par basse-pression

Problématique

Le principal inconvénient des alliages de magnésium est leur forte oxydation aux températures de coulée. En effet, le magnésium réagit avec l'oxygène de l'air ambiant selon une réaction exothermique de combustion, ce qui génère d'une part des risques d'incendies et d'autre part une mauvaise qualité de l'alliage à cause des nombreux oxydes engendrés. La figure 2 illustre cette problématique lors de la coulée par gravité d'un alliage de magnésium. De plus, ces pièces complexes sont habituellement coulées avec des méthodes non automatisées nécessitant de long développements des outillages et les gammes de fabrication résultantes sont généralement peu répétables. L'aluminium est ainsi encore souvent préféré, bien que les caractéristiques finales des alliages de magnésium puissent être plus intéressantes pour la réduction de masse des composants.

FIGURE 2 – Coulée d'un alliage de magnésium par gravité sur la plateforme technologique d'Aix-en-Provence montrant la forte oxydation du métal

Aujourd'hui, le regain d'intérêt pour la réalisation en fonderie de pièces en magnésium est notamment lié à l'émergence de procédés automatisés d'impression de moule en sable et de coulée basse-pression associés à des logiciels de simulation numérique de coulée. La figure 3 présente les différentes étapes de fabrication des pièces avec ces moyens. En réalisant des itérations numériques pour supprimer les défauts dans les pièces avant toute fabrication, le nombre d'itérations physiques à l'échelle industrielle est limité : les coûts et les délais sont ainsi réduits. De plus, grâce à l'impression 3D, la problématique des dépouilles lors fabrication d'outillage pour les moules à modèles permanents sont supprimées. La réalisation de pièces comportant des formes complexes est ainsi rendue possible. En parallèle, le procédé de fonderie par basse-pression consiste en l'injection de métal à faible vitesse par le bas du moule. Il permet non seulement de limiter les turbulences en maitrisant la vitesse de remplissage tout en gardant une atmosphère de gaz protecteur au dessus du métal. La chute des propriétés mécaniques liés à l'oxydation du magnésium est ainsi réduite. L'association de ces technologies semble donc une solution robuste pour la réalisation de pièces légères, de haute qualité et économiquement viables en magnésium. Cependant, de part la rareté actuelle de cette association, la conception, la simulation numérique et la coulée des pièces n'est pas bien maitrisée. Des défauts non prédits, tels que des inclusions, des malvenues ou des porosités, sont observés sur les pièces coulées. L'objectif général de ce travail est donc d'identifier et de résoudre les problématiques actuelles de la coulée d'alliage par basse-pression de RZ5 dans des moules imprimés afin de limiter les itérations physiques à l'échelle de la pièce industrielle.

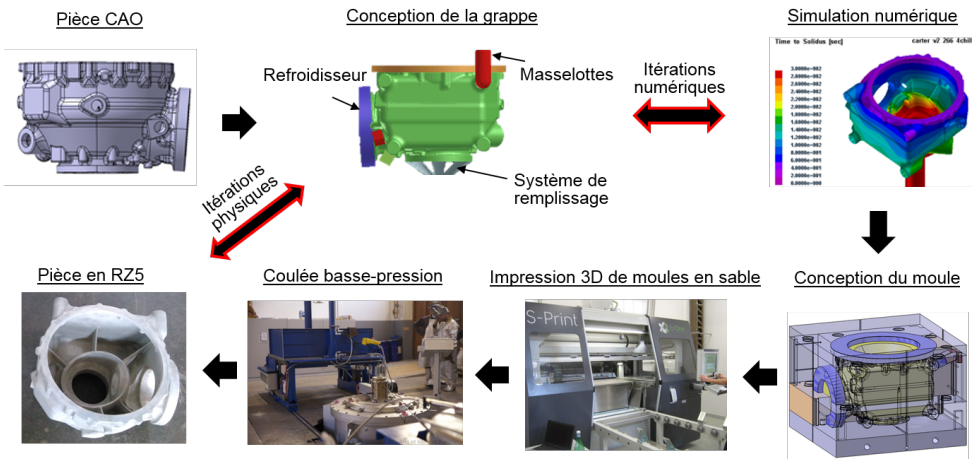


FIGURE 3 – Illustration des étapes de la chaine de fabrication de pièces en magnésium de la plateforme de fonderie de l'ENSAM d'Aix-en-Provence

Pour répondre à cette problématique, ce document articulé en cinq chapitres, se consacre à définir des méthodes de préparation et de coulée de l'alliage de RZ5 en basse-pression favorables à la réalisation de pièces sans défaut. Dans le chapitre 1, un état de l'art de la coulée de pièces de fonderie en alliage de RZ5 est proposé. Il permet de dresser un bilan des pratiques actuelles afin de déterminer les verrous technologiques et scientifiques propres à la coulée par basse-pression de l'alliage de RZ5 dans des moules imprimés. Le chapitre 2 présente les méthodes expérimentales et numériques développées dans ce travail. Dans le chapitre 3, les règles de préparation de l'alliage de RZ5 sont étudiées afin de définir dans quelle mesures elles sont adaptées au procédé basse-pression. Dans le chapitre 4, les phénomènes d'écoulements lors du remplissage de l'empreinte sont caractérisées expérimentalement et numériquement. Dans le chapitre 5, un essai de coulabilité basse-pression est développé pour caractériser la solidification du RZ5 lors du remplissage. L'ensemble de ces résultats aboutit au développement d'une méthodologie de paramétrage de la coulée de la pièce limitant les défauts. Les conclusions qui découlent de ces travaux, accompagnées de pistes de développement, viennent clore ce mémoire.

Chapitre 1

État de l'art de la coulée de pièces de fonderie en RZ5

Sommaire

1.1 Introduction **8**
1.2 Chaine de conception et de fabrication en fonderie **8**
1.2.1 Conception de la grappe de coulée 8
1.2.2 Fabrication du moule 10
1.2.3 Remplissage de l'empreinte 11
1.3 Le procédé de coulée basse-pression **12**
1.3.1 Principe de coulée 12
1.3.2 Lien entre la rampe de pression et la vitesse de remplissage 14
1.3.3 Définition d'une rampe de remplissage maximale 15
1.3.4 Définition d'une rampe de remplissage minimale 18
1.3.5 Caractérisation expérimentale de la malvenue 21
1.4 L'alliage de RZ5 en fonderie **22**
1.4.1 Les alliages de magnésium 23
1.4.2 Le RZ5 23
1.4.3 Les règles de préparation des alliages Mg-Zr 26
1.5 Conclusion **28**
1.6 Références **29**

1.1 Introduction

Ce premier chapitre présente un état de l'art des méthodes de coulée de pièces en RZ5. Tout d'abord, les étapes traditionnelles de conception et de fabrication des pièces de fonderie seront détaillées. L'étude des spécificités du procédé de coulée basse-pression permettra d'identifier les avantages ainsi que les problématiques liées à ce procédé. Ensuite, les caractéristiques de l'alliage de RZ5 seront examinées afin d'identifier dans quelle mesure il peut être coulé par basse-pression. Pour finir, les axes de recherche de ce travail seront définis à partir des verrous scientifiques et technologiques identifiés.

1.2 Chaine de conception et de fabrication en fonderie

Le procédé de fonderie consiste à couler un métal liquide dans une empreinte permanente ou perdue. De nombreuses associations d'alliages (acier, fonte, aluminium, magnésium ...) avec divers procédés de moulage (sable silico-argileux, sable à prise chimique, cire perdue, impression 3D, moule métallique...) et de coulée (gravité, haute-pression, dépression, basse-pression, centrifugation ...) sont possibles. Dans le cas des pièces aéronautiques étudiées, les alliages de magnésium sont généralement coulés par gravité dans des moules en sable à modèle permanent. Cette méthode est illustrée sur la figure 1.1. Pour passer de la conception initiale de la pièce à la pièce finale, trois principales étapes sont nécessaires : la conception de la grappe, la fabrication du moule et la coulée.

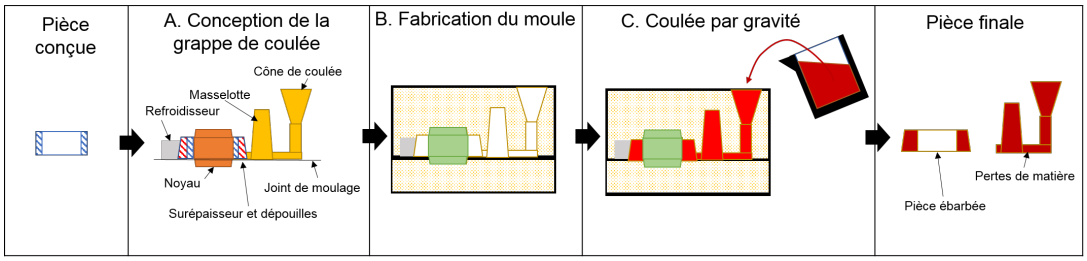


FIGURE 1.1 – Principales étapes de conception et de fabrication en moulage au sable par gravité

1.2.1 Conception de la grappe de coulée

La conception de la grappe de coulée (figure 1.1-A) consiste à modifier la géométrie de la pièce pour l'adapter au procédé, puis à lui ajouter les appendices nécessaires au remplissage et à la solidification de l'empreinte ; chaque étape doit empêcher la génération de défaut lors de la coulée. La figure 1.2 propose un résumé des actions réalisées pour passer de la pièce initiale à la grappe de coulée.

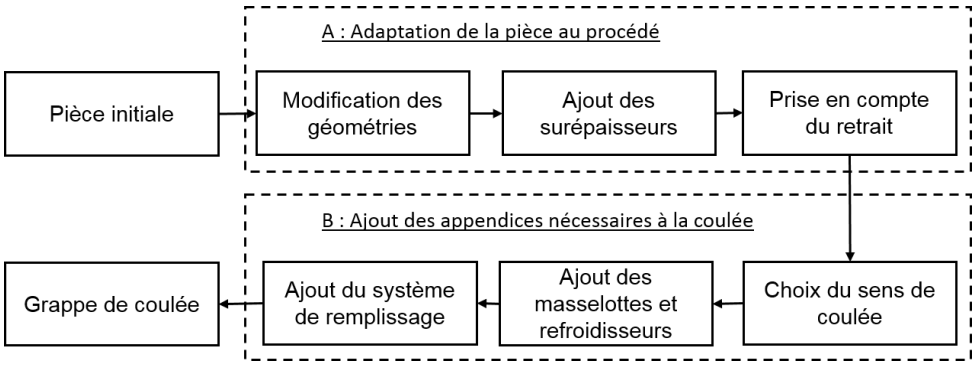


FIGURE 1.2 – Principales phases de conception de la grappe de coulée à partir de la pièce conçue

1.2.1.1 Adaptation de la pièce au procédé

Dans un premier temps (figure 1.2- A), les géométries de la pièce initiale sont modifiées, quand c'est possible, pour mieux satisfaire aux besoins du procédé de fonderie. Il faut par exemple supprimer les angles vifs, homogénéiser les épaisseurs ou ajouter des nervures de renfort. Des règles détaillées sont disponibles dans la littérature pour les alliages légers [1]. Des compléments spécifiques aux alliages de magnésium existent également [2]. Des surépaisseurs doivent ensuite être ajoutées dans les zones où le procédé de fonderie ne permet pas de respecter les tolérances dimensionnelles. Une homothétie de la pièce initiale est réalisée pour tenir compte du retrait solide du métal lors du refroidissement. Ce retrait peut cependant être contrarié par le moule et des modifications locales des dimensions peuvent être nécessaires en fonction des déformations résultantes [3].

1.2.1.2 Ajout des appendices de remplissage et de solidification

Pour réaliser la conception de la grappe de coulée, il faut tout d'abord choisir un sens de coulée de la pièce (figure 1.2- B). Ce choix est complexe : il doit permettre l'ajout des éléments nécessaire au remplissage et à la solidification de l'empreinte tout en permettant la fabrication du moule et la coulée. Ce choix est adapté au cas par cas en fonction de la pièce et des itérations sont donc souvent nécessaires.

Un fois le sens choisi, les éléments de la grappe de coulée sont définis. Cette conception doit limiter les défauts dans les pièces lors de la coulée. Toutefois, la variété des défauts rend difficile la mise en place de règles exhaustives pouvant tous les traiter simultanément. Les principaux ouvrages proposant une analyse des défauts et des règles de conception se focalisent sur deux axes principaux [1–7] :

1. Réaliser une solidification rapide et orientée, limitant le volume total de métal coulé et permettant une faible taille de microstructure.
2. Concevoir un système de remplissage générant peu de turbulences tout en permettant un remplissage complet de l'empreinte.

Méthode d'orientation de la solidification : Pour la majorité des matériaux métalliques, la masse volumique augmente fortement entre les températures de liquidus et de solidus : le rapport de densité est de 7.1% pour l'aluminium pur et de 4% pour le magnésium pur [8]. Si la perte de volume engendrée par ce changement de densité n'est pas compensée par un apport extérieur de métal, des manques de matière apparaissent dans la pièce : les retassures. L'orientation de la solidification permet d'éviter que les zones de dernière solidification, les points chauds, se trouvent dans la pièce. Pour déplacer les points chauds, des masselottes sont positionnées autour de la pièce. Les masselottes sont des réservoirs de métal liquide qui refroidissent plus lentement que la pièce. Elle alimentent ainsi en métal les zones adjacentes qui se contractent. Ces masselottes seront efficaces uniquement si elles sont suffisamment volumineuses. De plus, elles doivent être placées au dessus de la zone à alimenter [5]. La solidification est donc généralement dirigée de bas en haut de la pièce. La méthode classique de détermination du positionnement des masselottes consiste à décomposer la pièce en éléments simples et déterminer les zones ayant le plus long temps de solidification. Ce temps de solidification peut être déterminé à partir de la loi de Chvorinov. En supposant à l'instant initial, le contact instantané et parfait sur une surface d'échange S_e entre un moule semi-infini et le volume de métal de l'élément étudié V_p à la température de coulée, il est calculé une quantité de chaleur extraite par le moule permettant de solidifier le métal. A partir de cette quantité de chaleur et de la diffusion thermique dans le moule, la loi de Chvorinov et ses développements [8–11] permettent de calculer le temps t_s de solidification de l'élément selon :

$$t_s = k_{CH}\left(\frac{V_p}{S_e}\right)^2 \tag{1.1}$$

La valeur k_{CH} est une constante propre à un type d'alliage et de moule à une température de coulée donnée : des valeurs sont disponibles pour des alliages d'aluminium coulé dans des moules en sable (k_{CH} = 5,8 à 11 s.m^{-2}) [8] mais pas pour le RZ5. Le rapport du volume V_p sur la surface d'échange S_e est appelé le module M de l'élément. Connaissant ce module, la taille des masselottes peut être définie à partir des règles métiers génériques disponibles dans la littérature [2, 5]. Pour les points chauds difficilement accessibles ou pour diminuer le nombre des masselottes, on utilise des refroidisseurs métalliques pour diminuer localement le temps de solidification.

Une fois la solidification orientée vers les masselottes, le système de remplissage doit être défini.

Méthode de définition du système de remplissage : Le rôle du système de remplissage est de permettre de diriger le métal de la poche de coulée à la pièce. Les principaux défauts liés au système de remplissage sont [3, 6] :

- le remplissage incomplet de l'empreinte appelé malvenue ou manque ;
- les inclusions d'éléments étrangers comme du gaz, du sable ou des oxydes générées par la turbulence ou par la dégradation du moule.

La méthode de dimensionnement classique du système de remplissage commence par l'identification de la zone critique de la pièce pour le remplissage : c'est la zone susceptible de bloquer l'écoulement à cause de sa solidification avant la fin du remplissage. Cette zone peut typiquement être prise comme la zone d'épaisseur minimale de la pièce. Le temps critique t_l d'atteinte de la température du liquidus T_l est ensuite calculé pour cette épaisseur à une température de coulée T_c donnée : cela permet de remplir l'empreinte avec un alliage totalement liquide et donc d'empêcher la solidification prématurée. On trouve dans la littérature des valeurs de temps t_l pour les alliages légers [6]. Toutefois, l'utilisation de la température T_l peut être restrictive, car le blocage de l'écoulement se produit généralement à des températures inférieures correspondant à des fractions solides non nulles de l'ordre de 0,2 à 0,5 [8]. Des valeurs de temps critique de remplissage de l'écoulement ne sont pas disponibles dans la littérature pour le RZ5. Par ailleurs, le moule en sable se dégrade avec la température au delà d'un certain temps ; cette dégradation engendre des inclusions de sable. Le temps maximal pour remplir entièrement l'empreinte doit donc être le minimum du temps critique de remplissage t_l et du temps critique de tenue du moule t_g [6]. Une fois ce temps et le volume total de l'empreinte connus (masselottes comprises), un débit moyen de remplissage est calculé. Les sections des éléments du système de remplissage sont définies à partir des équations de Bernoulli. Des règles métiers du dimensionnement des éléments du système de remplissage (descente, canaux et attaques) permettent d'équilibrer les vitesses de remplissage et de limiter la turbulence [4, 6].

Le moule est alors réalisé (figure 1.1-B) à partir de la grappe de coulée définie.

1.2.2 Fabrication du moule

La fabrication du moule est traditionnellement réalisée par le procédé de moulage au sable à partir de modèles permanents. Cette technique consiste à mettre en forme le sable avec un modèle de la grappe, généralement en bois ou en résine. Pour pouvoir retirer le modèle du moule après la mise en forme, les géométries de la grappe doivent contenir des dépouilles. Les autres formes ne permettant pas le démoulage sont obtenues par l'ajout de joints de moulage ou l'utilisation de noyaux. Cette méthode nécessite donc la fabrication d'outillages spécifiques (modèles et boites à noyau) pour chaque grappe conçue.

L'apparition récente du procédé d'impression 3D de moules en sable tend à remplacer le moulage à modèle permanent pour des pièces complexes. La figure 1.3 illustre les principales étapes de fabrications. Dans ce procédé, une couche de sable mélangé avec un catalyseur est déposée, puis une tête

d'impression composée de buses positionne de la résine à prise chimique sur les zones à imprimer. Une nouvelle couche de sable est déposée, la résine est appliquée et ainsi de suite jusqu'à la fabrication du moule. Le résultat de l'impression est un bloc contenant le moule en sable inclus dans le sable non imprimé. Les dépouilles permettant le démoulage du modèle et la fabrication des outillages ne sont plus nécessaires. Il faut en revanche pouvoir retirer le sable non imprimé lors du nettoyage du moule [12–15].

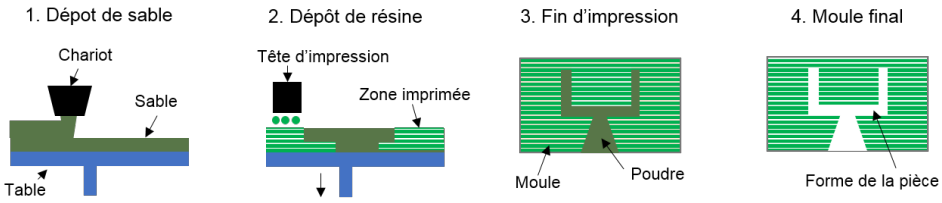


FIGURE 1.3 – Principales étapes de l'impression de moules en sable

Différents paramètres peuvent influer sur les propriétés du moule obtenu : taille des grains de sable, taux de résine, taille des gouttes de résine, vitesse de dépose du sable. On trouve dans la littérature des études sur le lien entre ces paramètres d'impression et les propriétés résultantes du moule [16–20]. Elles révèlent que l'impression 3D, par rapport au moulage traditionnel, permet principalement d'augmenter la perméabilité : les gaz emprisonnés peuvent être mieux évacués lors de la coulée et les problématiques d'inclusions de gaz en surface doivent donc être limitées. Comparativement au moulage traditionnel où la densité du moule est de l'ordre de 1,4-1,6 [8, 21, 22], cette dernière est plus faible de l'ordre de 1,35 [20]. L'impression 3D génère également une rugosité plus importante [23] qui peut être nuisible à la qualité finale de la pièce. Afin de résoudre ce problème, un poteyage peut être appliqué [18, 23] mais son application est difficile dans les géométries complexes obtenues par impression.

L'utilisation de l'impression 3D ne change donc pas significativement les règles de conception des pièces : elle facilite la conception de la grappe en supprimant le besoin de dépouilles et l'étape de fabrication des outillages mais nécessite de pouvoir retirer le sable non-imprimé. Les propriétés des moules imprimées sont déjà étudiées dans la littérature mais ne sont pas maitrisées pour autant.

Après fabrication du moule, la dernière étape de fabrication est le remplissage de l'empreinte.

1.2.3 Remplissage de l'empreinte

Le plus ancien des procédés de remplissage est le procédé de fonderie par gravité (figure 1.1-C). Il consiste au remplissage d'un moule dans lequel est versé directement avec une louche ou une poche de coulée du métal liquide. Le métal est donc en présence d'oxygène lors de la coulée, entrainant un risque de génération d'oxydes et d'incendie dans le cas des alliages de magnésium. L'autre inconvénient du procédé de fonderie par gravité est la non maitrise lors de la coulée de la vitesse de remplissage. En effet, la vitesse du métal dans le moule est liée à différence de hauteur métallostatique entre le cone de coulée et le niveau de métal dans le moule [8, 24, 25]. La figure 1.4 présente l'évolution de la hauteur du métal lors du remplissage d'un moule de hauteur totale h_p : au début du remplissage la vitesse est importante, elle risque de générer de la turbulence et donc des inclusions. Puis en fin de remplissage, la charge métallostatique diminue, réduisant la vitesse et entrainant un risque de malvenue. Le vitesse moyenne de remplissage ne peut être modifiée qu'en modifiant les dimensions du système de remplissage, et donc en réalisant des itérations sur la conception de la grappe de coulée.

Des procédés de moulage maitrisant le flux du métal liquide par un dispositif mécanique ou hydraulique ont ainsi été créés pour maitriser la vitesse de remplissage. Le procédé de moulage haute

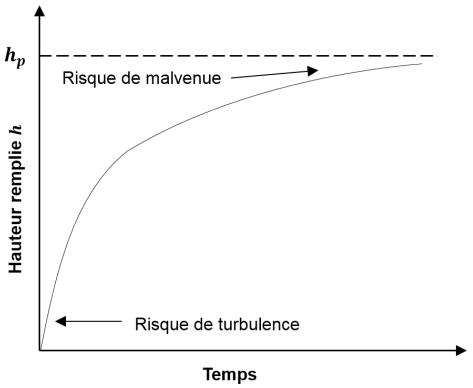


FIGURE 1.4 – Courbe type de la hauteur remplie en fonction du temps lors du remplissage d'un moule par gravité d'après [24]

pression est le plus commun des procédés de moulage d'alliage de magnésium [26, 27]. Il consiste en l'injection, grâce à un vérin mécanique, de métal liquide dans une coquille métallique. Des pièces typiques fabriquées avec ce procédé sont des coques d'appareils électroniques ou de supports de tableau de bord de véhicules. Le choix de ce procédé est lié à sa haute productivité générée par un faible temps de cycle. Il permet de réaliser des pièces fines (1 mm) mais n'est cependant pas bien adapté à la fabrication de pièces structurales : les fortes vitesses d'injection, supérieures à 1 m/s [28], génèrent des turbulences. Ces turbulences induisent des inclusions d'oxydes et des porosités qui diminuent la résistance mécanique des pièces [22, 29].

Le procédé de coulée basse-pression utilisé dans ce travail, permet d'éviter les inconvénients de ces deux procédés. Il est étudié en détail dans la suite.

1.3 Le procédé de coulée basse-pression

Le procédé de coulée basse-pression –ou *Low-Pressure Casting*– (LPC) est souvent utilisé avec des moules métalliques pour la réalisation de jantes automobiles en alliages d'aluminium [30]. Le moulage au sable moins répandu permet principalement la réalisation de carters améliorant le procédé de moulage au sable par gravité [24]. Bien qu'ayant un coût d'investissement important, son intérêt réside dans la maitrise de la vitesse de remplissage et la diminution du masselottage [30]. De plus, la pression appliquée permet de remplir des épaisseurs plus fines qu'en coulée par gravité [31]. En outre, l'enceinte close du four peut-être remplie d'un gaz neutre pour empêcher l'oxydation de l'alliage et améliorer la qualité finale des pièces [32].

1.3.1 Principe de coulée

La figure 1.5 présente les principaux éléments d'un système de LPC. Il est composé :

- d'un système de gestion de gaz avec un réservoir et un régulateur de pression ;
- d'un four pressurisé contenant le creuset et l'alliage liquide ;
- d'un tube de coulée reliant le métal dans le creuset au moule ;
- d'un moule positionné au dessus du tube de coulée .

A partir de la pression de consigne P_c et de la mesure de la pression dans le four P_f, le régulateur ajuste le débit de gaz provenant du réservoir. L'augmentation progressive de la pression dans le four force alors le métal à monter dans le tube. Le métal remplit ensuite l'empreinte avec une vitesse de

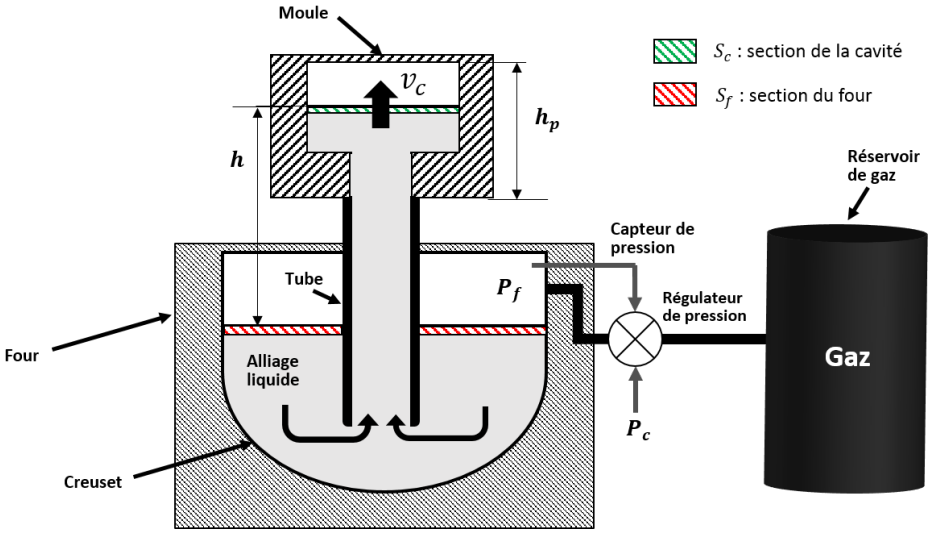


FIGURE 1.5 – Schéma d'illustration du fonctionnement du procédé de coulée basse pression d'après [24]

remplissage v_c en fonction de la rampe de pression utilisée. Le changement des temps de remplissage au cours des itérations ne nécessite donc plus obligatoirement la modification de la conception du moule. Ce choix est nouveau par rapport à la coulée par gravité. Il faut toutefois, ici aussi, choisir une vitesse de remplissage v_c ni trop faible pour empêcher la malvenue ni trop rapide pour limiter la turbulence et donc le risque d'inclusions [24, 25].

Une fois le moule rempli, la pression doit être maintenue le temps que le métal se solidifie. Le temps de maintien peut-être déterminé par simulation ou grâce à un thermocouple inséré dans le système de remplissage. Il a été montré sur une jante en alliage de magnésium que le temps de maintien a des effets sur les propriétés mécaniques et la densité de la pièce [33]. Il est possible d'ajouter une surpression pendant la phase de refroidissement pour jouer le rôle de masselotte [34]. Une étude isolée a notamment montré qu'il est possible de réduire de 50 kg à 27 kg la masse d'une grappe de coulée en utilisant cette surpression [27]. Ce résultat unique sur une pièce industrielle serait à confirmer par d'autres études. Aucune étude dédiée établissant un lien entre surpression, géométrie de la pièce et génération de retassure n'a été rencontrée. Toutefois, la pression de maintien crée une structure de grain plus grossière proche des régions chaudes due à une solidification plus lente du métal [35]. De plus, lors du remplissage de barres verticales en RZ5, il a été montré que la rugosité proche du tube était supérieure à celle dans les parties hautes [36]. Ces résultats encouragent donc à orienter les parties de la pièce refroidissant en dernier vers le bas pour pouvoir les alimenter, tout en essayant de garder les parties fonctionnelles vers le haut, pour diminuer la rugosité et la taille de grain. Contrairement à la coulée par gravité, la solidification doit donc être dirigée de haut en bas.

La dernière phase est le vidage du tube après solidification de la pièce. Cette phase est susceptible d'influer sur la qualité métallurgique du bain liquide : le métal qui a été en contact avec le moule a été potentiellement contaminé par du sable dégradé. Les phénomènes hydrauliques lors de la redescente du métal sont susceptibles de générer de la turbulence et un brassage des éléments dans le creuset comme des crasses ou des oxydes. Néanmoins, aucune étude décrivant l'influence de cette étape sur la qualité de l'alliage n'a été trouvée dans la littérature.

Un des principaux intérêts du procédé LPC comparativement à la coulée par gravité est donc la possibilité de choisir la vitesse de remplissage v_c de l'empreinte pour limiter les inclusions et la malvenue. Néanmoins, le paramétrage de la machine s'effectue en pression. Il est donc nécessaire de connaitre le lien entre pression de consigne et vitesse de remplissage.

1.3.2 Lien entre la rampe de pression et la vitesse de remplissage

Le lien entre la pression dans le four et la vitesse dans la cavité peut être défini analytiquement à partir d'hypothèses simplificatrices. Le principe de Pascal considère les effets dynamiques du fluide négligeables, le fluide non visqueux et la masse volumique du fluide ρ constante. D'après les notations de la figure 1.5, en considérant P_f la pression dans le four, $\dot{P_f}$ la rampe de pression, le niveau de métal constant dans le bain, la hauteur h et la vitesse de montée v_c du métal dans le moule sont calculées [25] selon :

$$h = \frac{P_f}{\rho g} \text{ et } v_c = \frac{\dot{P_f}}{\rho g} \tag{1.2}$$

La coulée d'une pièce automobile en magnésium en LPC a montré que la hauteur réelle est en retard par rapport à ce modèle, probablement à cause de pertes de pression (pertes de charges) lors de l'écoulement dans le moule [25].

Un modèle plus développé considère la géométrie du moule, du tube et du creuset. Il permet de prendre en compte la baisse du niveau de métal dans le creuset. La vitesse du métal v_c est alors fonction des sections horizontales de la cavité remplie S_c et du creuset S_f selon [37] :

$$v_c = \frac{\dot{P_f}}{\rho g(1 + \frac{S_c}{S_f})} \tag{1.3}$$

Ce modèle indique notamment que la vitesse du fluide est non seulement liée à la rampe, mais aussi à la géométrie de la machine basse-pression et du moule. Il a été testé dans le cas du remplissage en aluminium d'une plaque de dimensions 200 x 200 x 15 mm avec une augmentation de section brusque de section horizontale d'un rapport de 20 : la vitesse moyenne calculée est indiquée être cohérente avec la simulation numérique réalisée et la caractérisation de l'écoulement expérimental par rayon X [37]. Néanmoins, en observant les courbes présentées, on constate des oscillations de la vitesse qui ne sont pas prédites par ce modèle. Les mêmes hypothèses ont été utilisées pour estimer la vitesse de remplissage d'un moule en sable avec un modèle perdu en polystyrène contenant un rétrécissement de section brusque de 0,76, coulé en magnésium par LPC [38]. Les courbes de hauteur en fonction du temps présentées ne permettent pas d'observer d'oscillations et la hauteur calculée est en accord avec l'expérience. Afin de caractériser le remplissage d'alliage d'aluminium et de composites, Zeng et al. [39] ont proposé un modèle analytique basé sur la conservation de la quantité de mouvement. La figure 1.6 montre l'évolution de la vitesse de montée du métal dans la cavité en fonction du temps obtenue avec ce modèle pour deux viscosités différentes. Des oscillations nettes sont prédites ; leur amplitude augmente avec la diminution de la viscosité du fluide. Ce résultat est qualitativement confirmé par la simulation numérique du remplissage présentée. Toutefois, le développement du modèle analytique et la comparaison avec des données expérimentales n'ont pas été décrites par l'auteur. La pertinence de ce modèle est donc difficile à estimer. Puga et al. [40] ont étudié numériquement l'effet de deux rampes de pression différentes sur le remplissage d'une pièce industrielle en aluminium coulée en moule sable par LPC.Pour cette pièce, l'analyse des courbes de remplissage présentées ne montre pas d'oscillations. L'ensemble de ces études indiquent que sous certaines conditions, des oscillations en vitesses sont rencontrées et peuvent mener à des vitesses supérieures à la vitesse moyenne. L'origine de ce phénomène n'est pas identifié.

Les outils de simulation numérique peuvent être d'une aide précieuse pour déterminer le lien entre rampe de pression et vitesse de remplissage. Selon les études, différentes géométries représentant le procédé LPC ont été considérées. Puga et al. [40] ont pris en compte plusieurs des éléments du système pour simuler les écoulements en LPC : le métal dans le moule, le métal dans le tube, le métal dans le creuset et le gaz dans le four. A l'état initial, le métal est uniquement dans le creuset et une rampe de pression est appliqué au gaz au dessus du métal. Cette étude a permis de déterminer le lien entre pression et vitesse de remplissage dans une pièce industrielle, mais la comparaison

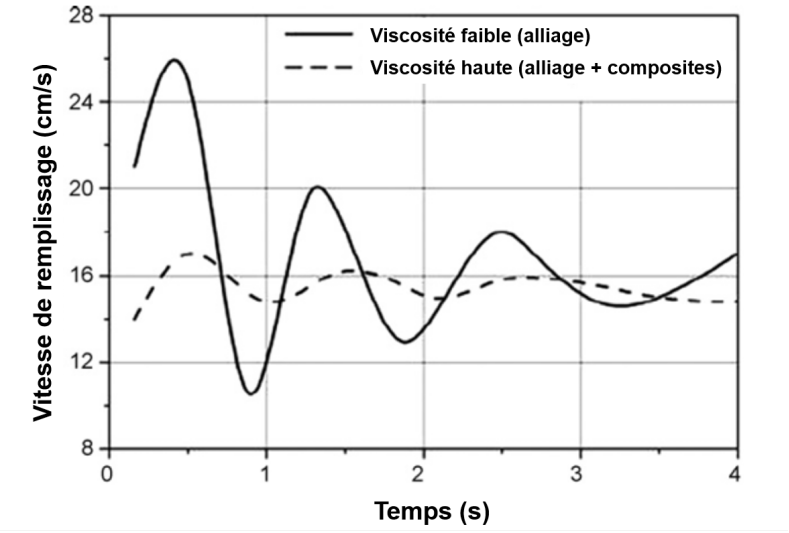


FIGURE 1.6 – Oscillations en vitesse calculées en fonction de la viscosité lors du remplissage d'une plaque en basse-pression [39]

entre la vitesse simulée et la vitesse expérimentale n'est pas proposée. En considérant les même hypothèses, Viswanath et al. [41] ont simulé le remplissage d'une pièce en forme de barres verticales avec de l'eau pour différentes rampes de pression. La comparaison avec les séquences vidéo du remplissage montre de grands écarts temporels attribués à l'imprécision du régulateur de pression. Liu et al. [37] ont considéré uniquement le métal dans le tube et dans le moule pour simuler le remplissage d'une plaque en aluminium. Ici, la condition limite de pression est appliquée au métal en bas du tube et non pas sur le gaz dans le creuset. La caractérisation expérimentale par radiographie à rayons X est cohérente avec la simulation. Kuo et al. [42] ont pris en compte uniquement le métal dans le moule pour choisir la rampe de remplissage d'une jante. Une condition limite de vitesse en entrée du moule a été utilisée pour en déduire la courbe de pression résultante, mais aucune comparaison avec l'expérience n'a été proposée. Avec les mêmes géométries, en comparant le remplissage par LPC numérique et expérimental d'une jante en aluminium, Duff [43] a montré qu'une condition limite en vitesse est inappropriée. Il propose de simuler ce remplissage grâce à une condition limite de pression en entrée du moule, calculée à partir du principe de Pascal. Les résultats numériques restent cependant décalés de près de 1s par rapport aux résultats expérimentaux pour une temps total de remplissage de 8s.

L'analyse de ces études montre que les géométries devant être considérées pour simuler de manière représentative le remplissage en LPC ne sont pas bien définies. La prédiction numérique du lien entre pression et vitesse de remplissage reste donc difficile à établir sans études supplémentaires.

Bien que des oscillations puissent perturber la vitesse de remplissage, la vitesse moyenne dans l'empreinte v_c est globalement proportionnelle à la rampe de pression utilisée $\dot{P}_f$. Afin d'en déduire $\dot{P}_f$, il est donc nécessaire de définir un intervalle de vitesse de remplissage, ni trop rapide pour limiter le risque d'inclusions, ni trop faible pour limiter le risque de malvenue.

1.3.3 Définition d'une rampe de remplissage maximale

L'augmentation de la vitesse a pour conséquence d'augmenter la turbulence du fluide. Cette turbulence est problématique car elle peut entrainer des oxydes accompagnés de poches de gaz à l'intérieur du métal. La figure 1.7 montre une peau d'oxyde observée dans une pièce en magnésium coulée par gravité. La présence de ces inclusions étrangères est un problème courant dans l'industrie car elles sont difficiles à éviter [44]. Ce sont des points d'amorces de rupture dans les pièces fonction-

nelles qui réduisent significativement la résistance mécanique [8]. En outre, ces inclusions peuvent être des sites de germination des défauts lors de la solidification, comme les retassures et les porosités gazeuses [8, 45]. Leur élimination est donc essentielle pour la maitrise de la qualité finale des pièces.

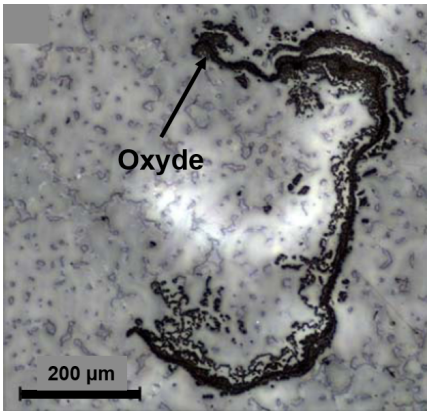
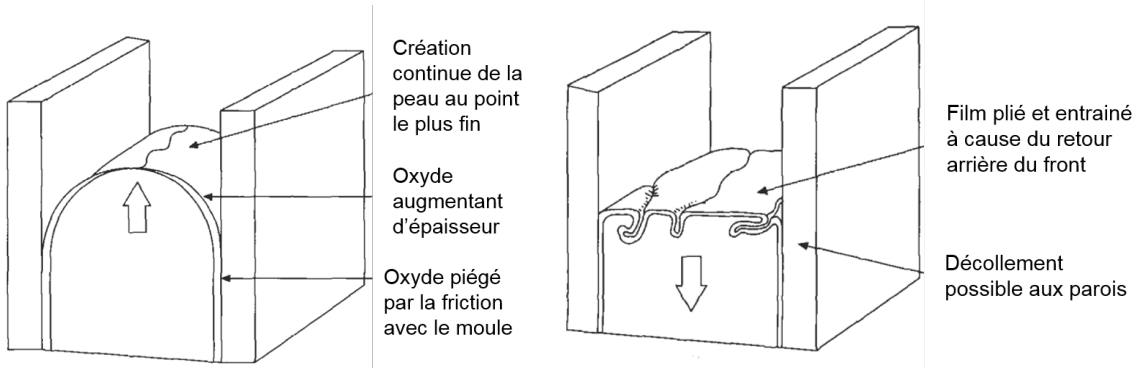


FIGURE 1.7 – Inclusion d'oxyde observée dans une pièce en magnésium coulée par gravité [46]

1.3.3.1 Origine des inclusions d'oxydes

Le phénomène d'inclusion de ces oxydes à été étudié en particulier par Campbell [8, 47–50]. Ces oxydes forment une peau en surface lorsque le métal liquide est au contact de l'atmosphère ambiante. Cette peau reste stable en surface du bain et protège le métal [8]. Puis, lorsque le remplissage est perturbé par de la turbulence, les oxydes sont mélangés au métal liquide. La figure 1.8 présente une comparaison schématique entre un remplissage non perturbé et perturbé. Lors d'un remplissage non perturbé, le métal avance et le film d'oxydes est régulièrement déposé sur la paroi (figure 1.8-a). Lorsque des perturbations apparaissent, des turbulences de surface, un reflux arrière du métal, puis une turbulence interne peuvent entrainer les oxydes dans le métal liquide (figure 1.8-b).



(a) Cas d'un remplissage non perturbé (b) Perturbation du front et inclusions d'oxydes

FIGURE 1.8 – Illustration de la formation d'inclusions d'oxydes dans le métal en cours de remplissage d'après [8]

1.3.3.2 Critères existants

Pour caractériser la turbulence et le risque d'inclusion de ces oxydes, différents critères peuvent être envisagés :

- le nombre de Reynolds ;
- le critère de vitesse critique proposé par Campbell ;

- le nombre de Weber.

La turbulence peut être reliée aux régimes d'écoulements habituels (laminaire ou turbulent) de la mécanique des fluides. La caractérisation de ces régimes est donnée par le nombre de Reynolds. Ce dernier représente le rapport des forces d'inertie sur les forces de viscosité et permet de déterminer le changement de comportement du fluide. En considérant, ρ la masse volumique du fluide, v la vitesse du fluide, d_c la dimension caractéristique de l'écoulement , et μ la viscosité dynamique du métal, le nombre de Reynolds R_e est donné par :

$$R_e = \frac{\rho v.d_c}{\mu} \tag{1.4}$$

Le régime laminaire correspond à un écoulement sans perturbation et donc potentiellement à un remplissage sans défaut. La limite du régime laminaire est en général donnée pour $R_e = 2000 - 2500$ [51]. Au delà de ces valeurs, le fluide devient le siège de phénomènes turbulents, instables et tourbillonnaires. Toutefois, le nombre de Reynolds seul semble difficile à utiliser pour s'assurer de la qualité du remplissage : ce nombre a pu être lié à l'allure générale de l'écoulement en coulée par gravité [52] ou par simulation en basse-pression [43], mais pas directement au risque d'inclusions. Dans le cas d'une coulée expérimentale industrielle par basse-pression d'aluminium, un nombre de Reynolds inférieur à 21 000 est proposé comme indicateur de qualité du remplissage [42]. Ce résultat est en contradiction avec la transition entre les régimes laminaire et turbulent. De plus, aucune étude dans la littérature liant la résistance mécanique de la pièce finale au nombre de Reynolds n'a pas été trouvée. En outre, il a été vu précédemment que les oxydes se trouvent principalement en surface. Or, le nombre de Reynolds représente l'état interne de l'écoulement. Il semble donc plus pertinent d'utiliser le Reynolds comme indicateur du transfert des défauts dans le fluide que de leur inclusion.

Un critère basé sur la perturbation de surface et indépendant de la géométrie locale a été proposé par Campbell [8]. En considérant un remplissage par le bas du moule (cas de la basse-pression), un bilan d'équilibre entre la force d'inertie du fluide, la force de pression et la force de tension de surface au niveau du front est établi. Avec la tension de surface γ, cet équilibre permet de définir la vitesse critique v_{crit} à partir de laquelle la peau d'oxyde peut être brisée :

$$v_{crit} = 2(\frac{\gamma.g}{\rho})^{1/4} \tag{1.5}$$

Cette formule amène à des vitesses critiques de remplissage de 0,5 m/s pour l'aluminium pur et pour le magnésium pur [8]. Que le test soit fait en aluminium par gravité [50], en magnésium par gravité [49], en aluminium par LPC sur une pièce industrielle [40] ou sur une pièce simple [37], les expériences confirment l'augmentation des inclusions d'oxydes et la chute des propriétés mécaniques des pièces au delà de cette vitesse critique. Cependant, ce critère peut être limité car il ne prend pas en compte les dimensions du moule [49].

Un autre critère possible pour caractériser le risque d'inclusions d'oxydes est l'utilisation d'un nombre adimensionnel représentant l'état de turbulence en surface. Le nombre de Weber présenté dans l'équation 1.6 représente le rapport des forces d'inerties sur la force de tension superficielle. Un valeur supérieure à 1 correspond à un fluide turbulent en surface [8, 43]. Une étude numérique montre une corrélation entre le nombre de Weber et la longueur de la peau d'oxyde entrainée dans le métal au cours du remplissage d'une plaque en aluminium coulée par gravité [53]. Toutefois, une comparaison expérimentale de l'écoulement et des propriétés mécaniques en fonction du nombre de Weber n'est pas proposée.

$$W_e = \frac{\rho d_c v^2}{\gamma} \tag{1.6}$$

Outre ces critères analytiques, il existe dans la littérature différentes propositions de modélisations numériques de ces inclusions, résumées dans une revue récente [54]. Quels que soient les cas,

ces critères indiquent que les défauts d'inclusions sont favorisés par l'augmentation de la vitesse du fluide.

Comme le procédé LPC permet de contrôler la rampe de pression et donc la vitesse moyenne de remplissage, cela encourage à limiter la vitesse à un minimum pour limiter ces défauts d'inclusions d'oxydes. Cependant, la vitesse ne peut pas être trop réduite pour ne pas générer un remplissage incomplet de l'empreinte. Il est donc crucial de définir une vitesse minimale.

1.3.4 Définition d'une rampe de remplissage minimale

Si la vitesse est trop basse, la solidification prématurée de l'alliage pendant le remplissage peut bloquer l'écoulement et entrainer un remplissage incomplet de la pièce : la malvenue ou manque. La figure 1.9 présente l'exemple d'une malvenue sur une pièce en aluminium. Dans ce cas, le temps de remplissage est trop long pour les conditions de coulée utilisées.

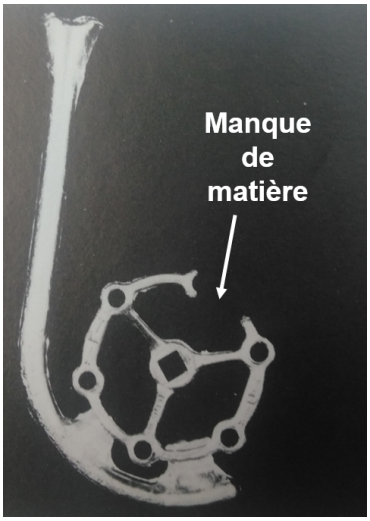


FIGURE 1.9 – Pièce en alliage d'aluminium coulée par gravité incomplète à cause d'une coulée trop lente [3]

1.3.4.1 Origine de la malvenue

La malvenue bien que clairement critique car conduisant à une pièce incomplète est relativement peu étudiée comparativement à d'autres défauts. Elle est souvent évoquée en quelques lignes dans des ouvrages dédiés à la fonderie ou à la solidification [3, 22, 45, 55]. Seules quelques références anciennes approfondissent les phénomènes à l'origine du blocage [56–59]. Les travaux plus récents renvoient à ces études [8, 60, 61].

Les principaux facteurs impactant la malvenue sont la vitesse de remplissage et la température de coulée. L'importance de la vitesse sur la malvenue a été expérimentalement confirmée pour la coulée d'aluminium en gravité [57] mais aussi pour des composites d'aluminium sous-pression [62] et en basse-pression d'alliage de magnésium pour des plaques [31], des barres [63] ou des tubes [36]. La longueur qui peut être remplie dans un moule est connue pour être proportionnelle à la température de coulée. Ce résultat est régulièrement validé que ce soit en coulée par gravité de magnésium [64], d'acier [8] ou d'aluminium [60] mais également en basse-pression d'alliage d'aluminium en moule métallique [65] ou sous-pression de composites d'aluminium [62]. D'autres facteurs impactant la malvenue ont été identifiés dans la littérature mais sont nombreux, couplés et leurs effets relatifs sont spécifiques à chaque cas. On peut citer des facteurs géométriques comme la rugosité, la section ou l'épaisseur de l'empreinte. Viennent ensuite s'ajouter les facteurs thermiques et hydrauliques : masse

volumique, conductivité thermique, capacité thermique, chaleur latente de fusion, température du moule, le coefficient d'échange thermique alliage/moule, la viscosité, la pression ou la tension superficielle. Au delà de ces propriétés thermophysiques, la structure de solidification joue un rôle majeur sur les phénomènes de malvenue.

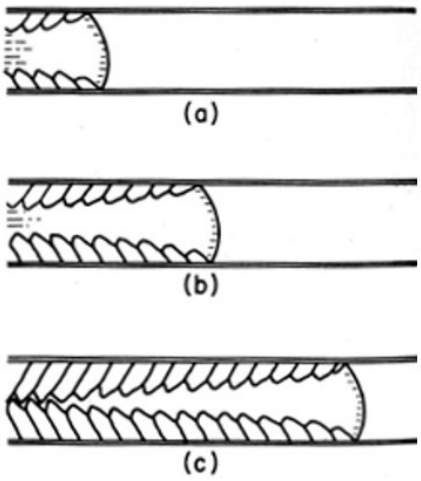
1.3.4.2 Modes de blocages de l'écoulement

Les phénomènes de blocage de l'écoulement diffèrent si l'alliage a un faible intervalle de solidification (métal pur ou alliage eutectique) ou un grand intervalle de solidification [8, 56, 57, 59, 61]. La figure 1.10 présente les deux principaux modes de solidification possibles des alliages lors du remplissage d'une empreinte [59] :

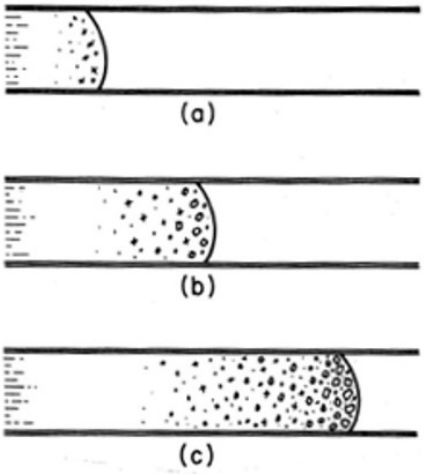
A) Dans le cas d'un alliage ayant un faible intervalle de solidification (figure 1.10a), des grains colonnaires commencent par former une croute annulaire (a), puis croissent à contre-courant (b) et finissent par bloquer l'écoulement en amont du front de métal (c) ;

B) dans le cas d'un alliage ayant un grand intervalle de solidification (figure 1.10b), la germination commence au niveau du front de liquide (a), puis les grains croissent (b) ; l'écoulement est bloqué quand la fraction solide atteint une valeur critique (c).

Un troisième mode de solidification, correspondant à une transition entre les deux premiers, a été observé sur un alliage binaire d'aluminium avec 2% de cuivre [56]. La détermination du mode de solidification d'un alliage s'obtient après coulée par des micrographies mettant en évidence soit des dendrites colonnaires, soit des structures équiaxes [8, 56, 57, 61]. Selon le mode de solidification déterminé, différents modèles analytiques de prédiction de la malvenue ont été proposés.



(a) Cas A : Alliage avec un faible intervalle de solidification



(b) Cas B : Alliage avec un grand intervalle de solidification

FIGURE 1.10 – Illustration des mécanismes de solidification des alliages au cours du remplissage de l'empreinte[59]

1.3.4.3 Modèles analytiques

Pour un alliage avec un faible intervalle de solidification (cas A), comme un alliage eutectique, une approche est de considérer la vitesse du fluide constante jusqu'à un blocage brusque. La loi la plus simple consiste à estimer la longueur remplie L_r comme le produit du temps permettant d'atteindre la solidification dans toute la section t_s et de la vitesse d'écoulement v [8] :

$$L_r = t_s.v \tag{1.7}$$

La difficulté de ce modèle est de déterminer le temps t_s. Il correspond au temps que met à solidifier de manière annulaire l'alliage du bord au centre pour bloquer l'écoulement. Ce temps permet de regrouper toutes les variables précédemment citées en un seul terme. Il doit donc être expérimentalement mesuré pour chaque groupe de paramètres (température de coulée, type de moule, épaisseur de pièce ...). Toutes conditions égales par ailleurs, le temps de solidification t_s peut être lié à la géométrie remplie grâce à la loi de Chvorinov et à ses développements présentées au paragraphe 1.2.1. La longueur remplie est donc proportionnelle au carré du module M.

Dans le cas de la solidification des alliages à grand intervalle de solidification (Cas B), le blocage ne se fait plus de manière annulaire mais en bout à cause de la croissance de grains équiaxes. Flemmings [58] proposa d'utiliser un modèle énergétique pour ces cas. Ce modèle considère une zone de longueur ΔL générant le blocage à l'avant du front de métal s'écoulant dans un tube, dont il faut extraire une certaine quantité d'énergie pour arriver au blocage dans un moule semi-infini. Les propriétés de l'alliage et du moule sont supposées constantes sur l'intervalle de température. Ce modèle permet d'aboutir à l'équation suivante :

$$L_r = \frac{M\rho v\left(fs_b\Delta H + C_p(T_c - T_l)\right)}{K(T_c - T_m)}\left(1 + \frac{h\sqrt{\pi\alpha_m\Delta L}}{2\lambda_m\sqrt{v}}\right) \tag{1.8}$$

Avec M le module correspondant au rapport de la section sur le le périmètre du tube, ρ la masse volumique de l'alliage, v la vitesse, fs_b la fraction solide de blocage de l'écoulement,T_c la température de coulée, T_l la température de liquidus de l'alliage, T_m la température du moule, K le coefficient d'échange thermique entre l'alliage et le moule, α_m la diffusivité du moule et λ_m la conductivité du moule. Sa principale limitation réside dans la détermination des deux grandeurs fs_b et ΔL. La méthode proposée par Flemings [58] se déroule en deux étapes. A partir d'une micrographie en bout de barre, il est possible d'en déduire une longueur de zone de microstructure perturbée correspondant à la valeur la distance ΔL. Ensuite, en réalisant des mesures de longueurs coulées $L_r(T_c)$ à des températures de coulée croissantes, la fraction de blocage peut être obtenue :

$$fs_b = \frac{C_p}{\Delta H}.\frac{L_r(T_l)}{\frac{\partial L_r(T_c)}{\partial T_c}} \tag{1.9}$$

Il a ainsi été montré pour un alliage d'aluminium que la fraction solide de blocage augmente avec l'augmentation de la pression jusqu'à une valeur de 35% [58]. Ce modèle basé uniquement sur des échanges thermiques ne prend pas en compte les nombreux autres phénomènes pouvant entrer en jeu (rugosité, viscosité, tension superficielle, microstructure, composition de l'alliage ...). Ce modèle semble applicable dans le cas du RZ5 en basse-pression, mais les valeurs de fs_b et ΔL doivent être obtenues expérimentalement.

Un modèle analytique plus complet que le modèle énergétique a été proposé par Luk et al. [66] pour modéliser la coulée par centrifugation d'alliage de chrome. Il couple les effets thermiques et hydrauliques grâce aux modèles d'écoulement de Poiseuille et de Bernoulli généralisés. La viscosité μ et la tension superficielle γ sont décrites comme des fonctions de la température. Des équations différentielles de la longueur coulée dans un tube de rayon r sont obtenues. Toutefois, ces équations utilisent des hypothèses spécifiques à la coulée par centrifugation ; ce modèle n'est donc pas directement applicable au procédé LPC pour prédire la malvenue.

Des approches numériques existent pour simuler la malvenue. Elles peuvent être basées, ici aussi, sur la définition d'une fraction solide de blocage de l'écoulement [43, 60] : le métal est considéré comme un fluide au dessous de cette valeur, et comme un solide fixe au dessus. D'autres approches

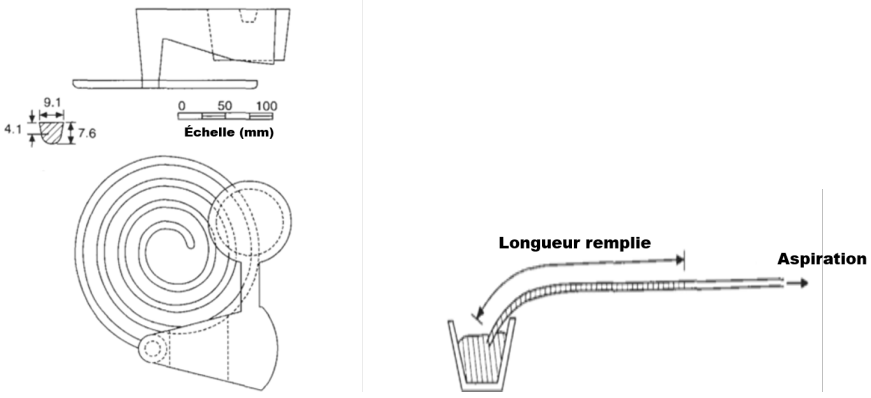
consistent à utiliser une viscosité effective augmentant fortement au moment de la solidification, finissant par ralentir puis bloquer l'écoulement [43].

La définition d'une rampe minimale est liée au risque d'apparition de malvenue mais ce phénomène est complexe : un critère applicable à tous les alliages, types de moule et procédés de coulée n'est pas possible. Il est donc nécessaire d'étudier expérimentalement le phénomène de malvenue en basse-pression pour l'alliage de RZ5 avec des moules imprimés.

1.3.5 Caractérisation expérimentale de la malvenue

La caractérisation expérimentale de la malvenue est réalisée grâce à des essais de coulabilité. La coulabilité représente la capacité d'un alliage à remplir correctement un moule. A ce jour, il n'a pas été possible de trouver un essai standard de coulabilité en fonderie basse-pression. Il existe cependant de nombreuses études sur les essais de coulabilité en gravité d'alliages légers. Différents types de tests, qualitatifs ou quantitatifs, permettent de caractériser la malvenue. Le plus utilisé est la spirale de coulabilité, illustré sur la figure 1.11a : ce test consiste à verser par gravité du métal dans une empreinte de section trapézoïdale enroulée en spirale. La longueur remplie dans l'empreinte est ensuite mesurée puis peut être utilisée pour définir les valeurs des modèles présentés précédemment [8, 56, 61]. De cette spirale simple découlent des variantes permettant de fiabiliser les résultats. On trouve par exemple des améliorations du bassin de remplissage [67] ou une augmentation du nombre de spirales [68]. Ces améliorations tentent de répondre à la mauvaise répétabilité liée aux nombreuses variables entrant en jeu [8, 56, 61]. Il existe encore d'autres types d'essais avec des formes variées, comme des barres de différentes longueurs [69] ou des plaques de différentes épaisseurs [31]. Il est possible de montrer l'équivalence entre ces essais quels que soient leur forme grâce à la prise en compte de leur module M [8].

Un test plus orienté pour des études en laboratoire consiste à aspirer avec une pompe à vide dans un tube en verre de l'alliage liquide puis à mesurer, là aussi, la longueur parcourue avant blocage. Ce test, illustré sur la figure 1.11b, est plus répétable que le précédent car il est moins dépendant des paramètres du moule. Par conséquent, il est aussi moins représentatif du comportement de l'alliage en condition industrielle[56, 57, 61]. Les tests classiques de type tube semblent donc les plus pertinents pour l'étude de la coulabilité en conditions réelles.



(a) Essai de type spirale (b) Essai par aspiration

FIGURE 1.11 – Schémas de principe des essais de coulabilité standards en coulée par gravité [8]

Dans le cas de la basse pression, un essai a été utilisé pour optimiser la coulabilité d'un alliage de magnésium coulé dans des moules métalliques. Cet essai présenté sur la figure 1.12, consiste à remplir une coquille métallique en forme de barre à section carrée positionnée verticalement au-dessus

du four avec différentes rampes de pression [63, 70]. Dans des tubes horizontaux coulés en gravité, il a été montré que c'est la hauteur métallostatique et la conception du moule qui conditionnent la vitesse (paragraphe 1.2.3). C'est un des sujets d'amélioration des tests de coulabilité de type spirale [56]. La possibilité de contrôler la vitesse dans ces tubes verticaux grâce à la rampe de pression sans changer la forme du moule est donc particulièrement intéressante. En effet, les modèles présentés précédemment (paragraphe 1.3.4) font intervenir systématiquement la vitesse du fluide. Cet essai de coulabilité à barre verticale semble donc bien adapté à la caractérisation de la coulabilité en basse-pression.

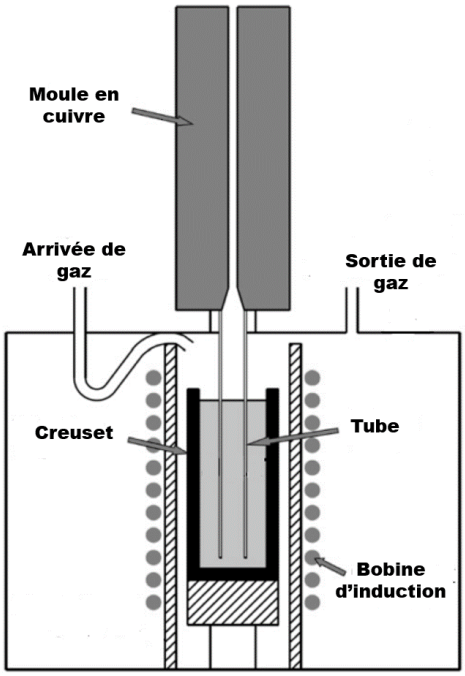


FIGURE 1.12 – Principe d'un essai de coulabilité vertical en basse-pression permettant l'optimisation du remplissage d'un alliage de magnésium dans des moules métalliques [70]

Connaissant à présent les particularités du procédé LPC, les propriétés de l'alliage de RZ5 vont être étudiées pour définir dans quelle mesure cet alliage est adapté à la coulée basse-pression.

1.4 L'alliage de RZ5 en fonderie

Découvert et isolé comme élément chimique en 1808 par H. Davy, le magnésium est produit en très faible quantité à partir de 1830 par A. Bussy. Durant la première guerre mondiale, l'Allemagne, privée de ses ressources en aluminium, l'utilise pour réaliser les premières pièces structurelles aéronautiques. L'utilisation du magnésium continue à se développer jusqu'à la fin de la seconde guerre mondiale principalement pour la production des avions de l'armée américaine. Elle atteint 228 000 tonnes en 1944 [26, 71, 72]. La période d'après-guerre amène un abandon du magnésium lié à sa faible résistance à la corrosion et son inflammabilité à l'air [26]. Ce n'est qu'en 1992 que la production atteint à nouveau le niveau de 1944 avec 230 000 tonnes par an [26, 71, 72]. Le magnésium est actuellement principalement utilisé comme élément d'addition pour les alliages d'aluminium, soit 50% du magnésium produit. Sa deuxième utilisation est le moulage sous haute-pression, marché en expansion principalement dans l'automobile. Les autres utilisations, dont la basse-pression, représentent moins de 10% [26].

1.4.1 Les alliages de magnésium

Bien que la résistance élastique des alliages de magnésium soit généralement plus faible que celle des alliages d'aluminium, sa faible masse volumique (1700 $kg.m^{-3}$) est un atout fondamental pour les industries aéronautique ou automobile. Ses principaux inconvénients résident dans sa forte corrosion et son oxydation exothermique à des températures supérieures à 400˚C [26]. Il existe deux grandes familles d'alliages : les alliages de magnésium-aluminium et les alliages de magnésium-zirconium. La formation de composés stables insolubles de zirconium-aluminium empêche la réalisation d'alliages de magnésium contenant à la fois ces deux éléments [26, 27]. Les alliages à l'aluminium, comme l'AZ91, sont les plus couramment utilisés, car les plus anciens et les plus simples à mettre en œuvre. L'aluminium soluble jusqu'à 12,7% en masse, améliore la résistance mécanique, l'élongation à la rupture et la coulabilité. Toutefois, la résistance au fluage est limitée à cause de l'instabilité thermique de la phase $Mg_{17}Al_{12}$ [27]. Ces alliages sont principalement utilisés pour des grandes séries associées à des procédés de coulée sous-pression en moules métalliques. Des pièces types en alliage Mg-Al sont des coques d'appareils électroniques ou des tableaux de bord de véhicules [29].

La découverte de l'effet affinant du zirconium à la fin des années 1940 a rendu l'usage des alliages au zirconium (typiquement RZ5, WE43, EL21) de plus en plus répandu [27]. Il améliore les propriétés mécaniques, la résistance aux vibrations et la coulabilité [26]. Le principal désavantage de ces alliages est la difficulté de préparation garantissant la bonne efficacité du raffinement par le zirconium. Ces alliages sont particulièrement adaptés pour des pièces structurelles et en petite série comme des pièces à usage aéronautique. Les alliages magnésium-zirconium sont principalement coulés en moule sable pour pouvoir réaliser des géométries complexes. Créant des composés avec l'aluminium, le zirconium est également incompatible avec les éléments Fe, Si, Mn, H, Co, Ni, Sb, Sn avec lesquels il forme des composants lourds précipitant dans le bain liquide. Il faut donc isoler les alliages Mg-Zr de ces composants [26]. La norme FDA65-700 donne les quantités admissibles pour les alliages [73]. Les alliages Mg-Zr peuvent être alliés avec de nombreux éléments améliorant leurs propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion comme le zinc ou les terres rares. Les avantages et inconvénients de chaque élément sont décrits dans la littérature [26, 27, 74].

1.4.2 Le RZ5

L'alliage utilisé dans ce travail possède différentes appellations dont les plus courantes sont [26, 75] :

- Norme AIR 3380 : RZ5
- Norme ASTM : ZE41
- Norme AFNOR : G-Z4TR

Le RZ5 à été largement utilisé pour la fabrication de pièces aéronautiques notamment des carters de boites de transmission d'hélicoptères de l'entreprise Airbus Hélicoptères (Anciennement Eurocopter). Il pourrait être remplacé par l'alliage WE43, plus cher, mais ayant une meilleure tenue en température grâce à l'ajout d'yttrium. Cependant, le RZ5 reste un bon compromis car son oxydation lors de la coulée est plus faible que le WE43 [26].

1.4.2.1 Composition chimique

Le RZ5 contient trois éléments d'addition principaux : zinc, zirconium, terres rares (TR). Selon les sources, les intervalles des composants sont légèrement variables [26, 72, 75]. La composition nominale RZ5 est présentée dans le tableau 1.1.

Le zinc est le principal élément d'alliage. L'augmentation de sa teneur dans le RZ5 améliore les propriétés en traction, mais diminue l'allongement, augmente le risque de fissure à chaud et de porosités gazeuses. La solution solide alpha Mg-Zn est hexagonale compacte [26]. De plus, le zinc aug-

Zn	Terres Rares	Zr
3,5 - 5,0	0,8 - 1,7	0,4 - 1,0

TABLEAU 1.1 – Composition nominale de l'alliage de RZ5 en %m [75]

mente la solubilité du zirconium. Il a été montré sur un alliage ternaire Mg-Zn-Zr que la solubilité maximale du Zr est obtenue pour 4% m de Zn [76]. Le deuxième composant d'alliage sont les TR. Ces dernières sont peu renseignées. Elles regroupent principalement du cérium, du lanthane, du néodyme et du praséodyme. Le cérium y est présent à une teneur de l'ordre de 50% et le lanthane de 25% de l'ensemble des TR [27, 74]. Ces TR permettent d'améliorer la tenue mécanique en température grâce à un durcissement par précipitation [77]. Le dernier composant d'alliage est le zirconium qui permet d'affiner la taille de grain.

1.4.2.2 Effet raffinant du zirconium

Le raffinement du grain par le zirconium est le sujet de nombreuses études. Une revue proposée par Ali et al. détaille l'avancée des connaissances jusqu'en 2015 [78]. Ces études montrent que l'efficacité du raffinement par le zirconium est principalement liée à deux phénomènes : la restriction de croissance grâce au zirconium soluble et à la germination hétérogène grâce aux particules de zirconium insoluble [79]. En effet, le zirconium possède le deuxième plus fort facteur de coefficient de restriction de croissance pour le magnésium, derrière le fer [80]. Le fer est cependant évité car il diminue la résistance à la corrosion [26]. Ce facteur correspond à la valeur $m_l(k_0 - 1)$ calculée avec la pente au liquidus m_l et le coefficient de partage k_0 du diagramme de phase. L'augmentation de concentration C_0 en zirconium dissout dans le magnésium liquide augmente la valeur du coefficient de restriction de croissance Q [1] et diminue ainsi la taille de grain [78, 80–82]. Cet effet est limité par la faible solubilité du zirconium. Le diagramme de phase du système magnésium zirconium est présenté en figure1.13. Il est à noter que la solubilité du Zr est variable selon les sources [27, 74, 83, 84]. La valeur la plus récente est de 0,5 %m à 654°C [83–85]. Au delà de cette concentration limite, des particules de zirconium insolubles sont présentes et agissent comme des sites de germination hétérogène. Bien que le zirconium soluble représente la part la plus importante du raffinement, il a été montré que l'augmentation de concentration totale en zirconium de 0,51 % m à 0,72 % m dans une alliage binaire Mg-Zr diminue de 30% la taille de grain [79]. Toutefois, la concentration totale en zirconium n'est pas à elle seule suffisante pour caractériser l'efficacité du raffinement. En effet, la taille des particules de zirconium insolubles et leur forme influent sur l'efficacité de la germination. Les différentes études de distribution en taille de particules de zirconium [81, 86–89] montrent que les principales particules actives ont un diamètre compris dans l'intervalle 1-5 µm. En outre, seules les particules non sphériques, représentant 2% des particules de zirconium, agissent comme centre de germination [83, 90].

1.4.2.3 Microstructure et propriétés mécaniques

Le RZ5 se solidifie en formant des grains globulaires équiaxes dans les conditions de coulée en moule en sable [27, 74, 80, 91]. Cette microstructure est présentée sur la figure 1.14 : elle consiste en une matrice de phase α magnésium entourée d'une phase T (Mg_7Zn_3TR) aux joints de grains. Les centres des grains sont riches en zirconium [88, 91, 92].

La taille de grain $\bar{X}$ peut être liée à la résistance élastique σ_e grâce à la loi de Hall-Petch :

$$\sigma_e = \sigma_o + k.\bar{X}^{-1/2} \tag{1.10}$$

1. $Q = C_0 m_l (k_0 - 1)$

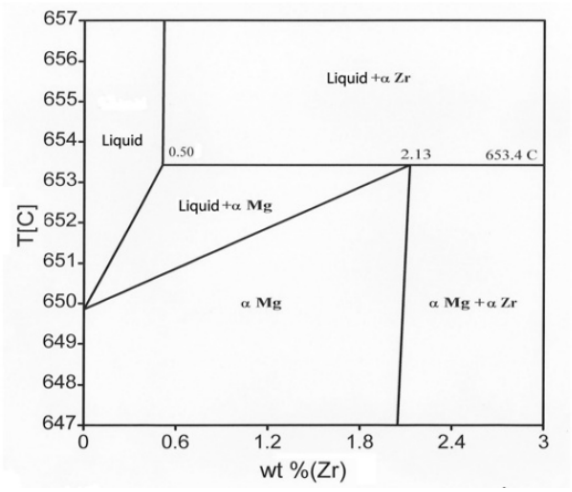


FIGURE 1.13 – Vue de la partie riche en zirconium du diagramme binaire Mg-Zr [83]

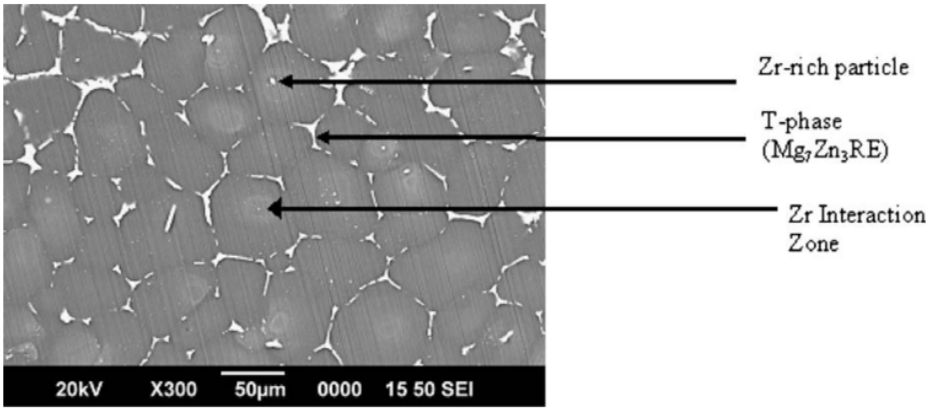


FIGURE 1.14 – Micrographie électronique d'un échantillon de RZ5 coulée par gravité dans un moule en sable, montrant la structure de grains globulaires équiaxes et la présence de particules de zirconium au centre des grains [91]

La valeur relativement importante du coefficient $k = 280–320$ MPa.$\mu m^{1/2}$ pour les alliages de magnésium [77, 93] indique l'importance d'un raffinage adéquat de l'alliage avec le zirconium.

La résistance mécanique, bien que fortement impactée par la taille de grain, est aussi impactée par la composition en Zn et TR. Même si l'intervalle de composition nominale du RZ5 est grand, Wang et al. [77] en étudiant leur impact sur les propriétés mécaniques ont proposé une composition optimale de 4,2%m de Zn et de 1,25-1,5%m de TR. Cette composition permet de trouver une équilibre entre résistance à la rupture et élongation. Dans tous les cas, des normes indiquent les propriétés mécaniques minimales que doit avoir le RZ5 après coulée et traitement thermique [75]. Toutefois, une étude donnant le lien entre taille de grain, conditions de coulée et résistance mécanique pour le RZ5 n'a pas été trouvée.

1.4.2.4 Comportement du RZ5 lors de la coulée

Il a été montré au paragraphe 1.3.4 que des données expérimentales en conditions réelles étaient nécessaires pour définir des critères de blocage de l'écoulement et limiter le risque de malvenue. Seule une étude traitant de la coulée du RZ5 en fonderie a été rencontrée [94] : trois essais de coulabilité par gravité sont réalisés à des températures croissantes. Les résultats montrent qualitativement que la coulabilité est impactée par l'oxydation de l'alliage mais aucune propriété utile au paramétrage

de la coulée, comme un temps critique de remplissage, n'est proposée. Les ouvrages spécialisés sur les alliages de magnésium [27, 72, 74] proposent des informations comparatives qualitatives : ils indiquent que le RZ5 a une bonne coulabilité et qu'il est peu sensible aux porosités gazeuses. Bien que des valeurs de températures de liquidus et solidus du RZ5 soient proposées respectivement à 640˚C et 510˚C [75], aucune étude de la littérature proposant une caractérisation du chemin de solidification n'a été trouvée. De plus, les propriétés du RZ5 comme sa masse volumique, sa conductivité ou sa chaleur spécifique aux températures de coulée n'ont pas été trouvées dans la littérature. Or, ces données sont essentielles pour étudier le comportent du RZ5 lors du remplissage et de la solidification afin d'éviter les défauts. Toutefois, des propriétés du magnésium pur sont disponibles et pourront être utilisées en première approximation [8, 95, 96] .

Les connaissances des propriétés et du comportement de l'alliage de RZ5 lors de la coulée sont aujourd'hui limitées. Toutefois, la qualité de l'alliage de RZ5, et plus généralement des alliages de types Mg-Zr, est fortement liée au bon raffinement de grain. Pour limiter l'oxydation et s'assurer du bon affinage de l'alliage, des méthodes de préparation sont disponibles dans la littérature.

1.4.3 Les règles de préparation des alliages Mg-Zr

1.4.3.1 Maitrise des phénomènes d'oxydation

Un des principaux inconvénients du magnésium est son oxydation exothermique à haute température selon la réaction :

$$2Mg + O_2 \rightarrow 2MgO \tag{1.11}$$

Pour limiter cette réaction deux méthodes de protection sont possibles : par flux ou par gaz protecteur. La protection par flux consiste à déposer une couche protectrice de poudre sur la surface du bain afin de protéger le métal de l'air ambiant. Cette méthode de préparation est susceptible d'inclure des flux dans le métal. Afin de supprimer tout risque de pollution du métal par ajout d'additif, la fusion sans flux s'est imposée pour obtenir des pièces de qualité. La protection par gaz inertant est réalisée par un gaz du début à la fin de la fusion. La protection la plus courante est le mélange $CO_2 + SF_6$. Une solution alternative est l'$Ar + SF_6$ [2, 27]. Si l'argon est inerte vis à vis du magnésium, le CO_2 réagit avec lui en formant un croute en surface selon la réaction :

$$2Mg + CO_2 \rightarrow 2MgO + C \tag{1.12}$$

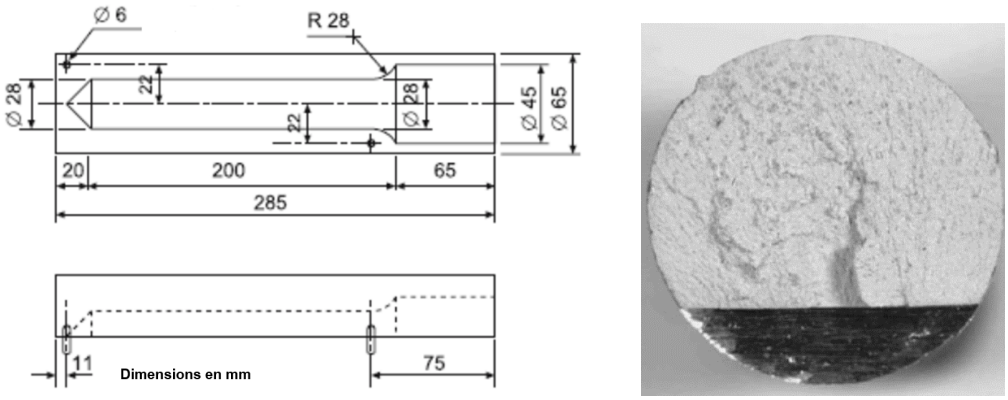
Le SF_6 permet de diminuer la taille de cette croute et d'améliorer la protection [97]. Cependant, une infime partie du SF_6 réagit, ce qui pose des problèmes environnementaux, car c'est le plus puissant des gaz à effet de serre. Pour y remédier, de nouveaux gaz peuvent être proposés mais sont encore peu utilisés [98, 99].

Les moules doivent également être adaptés pour la coulée de magnésium. Aux températures de coulée pour ces alliages, comprises entre 760˚C et 800˚C [27], le magnésium réagit avec l'eau et forme des oxydes. Comme pour les autres alliages, l'eau se vaporise aux températures de coulée de l'alliage pouvant générer des explosions. Les moules sont donc étuvés pour être purgés de leur humidité. De plus, les alliages de magnésium réagissent également avec les éléments du moule comme le silicium, ce qui génère des défauts de surface sur les pièces. On utilise ainsi des inhibiteurs, soit directement dans le sable, soit appliqués en revêtement protecteur avec un poteyage [2]. Pour améliorer la qualité des pièces et compléter l'action des inhibiteurs, il est également possible de purger le moule juste avant la coulée par gavage de gaz protecteur [2]. Afin de protéger les opérateurs et le matériel d'éventuelles projections, fuites ou incendies de magnésium, une enceinte de protection en tôle d'acier peut-être ajoutée autour du moule [24].

1.4.3.2 Maitrise du taux de zirconium

Après s'être assuré de la protection de l'oxydation du métal, il faut s'assurer de la concentration en zirconium de l'alliage. Elle est obtenue par l'ajout de lingots riches en zirconium. Différents type de lingots riches existent avec des répartitions en tailles de particules de zirconium différentes [81]. Le plus connu est le Zirmax® contenant 33% m de Zr. L'objectif est de saturer le bain en zirconium à une concentration supérieure à 1% en masse pour garantir un bon affinage [27, 74, 88]. Après l'insertion des lingots, un brassage manuel est effectué pour homogénéiser le bain et mettre les particules insolubles en suspension. Le temps et le type de brassage sont variables selon les sources [27, 74, 92, 95, 100]. Ce brassage soulève également les oxydes et les crassesprésents au fond du creuset. Il faut donc attendre que ces éléments sédimentent avant de couler [2, 27]. Il est indiqué en coulée par gravité que l'intervalle de coulée après brassage idéal pour le RZ5 est situé entre 20 min et 40 min [27]. Cette recette industrielle est en accord avec les différentes études traitant de l'influence du temps de brassage, de la température et du temps d'attente avant coulée sur la qualité des alliages Mg-Zr [83, 95, 101, 102].

Même si la composition chimique de l'alliage est correcte, la vérification de l'efficacité de l'affinage doit être faite par une analyse visuelle ou micrographique [27] : des éléments polluants (fer du creuset par exemple [100]) peuvent diminuer l'efficacité des particules affinantes. Un essai visuel simple consiste en l'utilisation d'une barre de ϕ 28 mm [27] ou ϕ 25,4mm [2] coulée en coquille métallique par gravité, illustré sur la figure 1.15. La barre refroidie est fracturée et examinée visuellement. Une bonne taille de grain peut être estimée à moins de 30 µm pour ce type de test [2, 27]. Un critère de qualité de l'alliage est également la non présence de gaz dissout. Il n'est pas d'usage de dégazer les alliages Mg-Zr. L'hydrogène a tendance à précipiter en hydrure de zirconium ; l'absence d'hydrogène est confirmée grâce à la bonne taille de grain [2].



(a) Moule métallique de l'éprouvette (b) Faciès de rupture

FIGURE 1.15 – Éprouvette de contrôle de la taille de grain et faciès de rupture d'un alliage Mg-Zr [27]

Toutefois, ces études ont caractérisé des échantillons de métal provenant du haut du bain. La qualité du métal en profondeur n'a pas été caractérisée à ce jour. Or en basse-pression, le métal est prélevé au fond du creuset. Aucune procédure dédiée à la basse-pression n'a pu être trouvée dans la littérature. Ainsi, les règles de préparation et les zones de prélèvement de l'alliage adaptées dans le creuset ne sont pas connues.

1.5 Conclusion

Ce chapitre a présenté un état de l'art des spécificités de la réalisation de pièces de fonderie en RZ5. Les règles de conception et de fabrication traditionnelles des pièces ont été détaillées. L'étude du procédé basse-pression a montré un potentiel d'amélioration par rapport aux autres procédés de coulée : il est possible de contrôler la vitesse de remplissage et le tube de coulée permet un masselottage des pièces par le bas. Toutefois, le choix de l'orientation des grappes a été peu étudiés en basse-pression. De plus, le lien entre la vitesse de remplissage et la rampe de pression n'est pas clairement identifié à cause de la présence d'oscillations. La détermination de l'origine de ces oscillations est donc nécessaire. En outre, le manque de données sur le RZ5 empêche la définition d'une rampe minimale de remplissage. Un essai de coulabilité spécifique à la basse-pression avec des moules imprimés doit donc être développé pour caractériser un temps critique de remplissage. Par ailleurs, l'étude des propriétés de l'alliage de RZ5 a montré l'importance de son affinage pour la qualité métallurgique finale. Toutefois, les règles de préparation actuelles ont uniquement été appliquées à la coulée par gravité. Ainsi, l'intervalle de temps après brassage et la zone de prélèvement adéquats en basse-pression sont inconnus. La pertinence de l'application des règles métiers actuelles au procédé basse-pression reste à prouver.

Ces verrous permettent de définir les axes de recherche de ce travail. Ainsi, les règles de préparation de l'alliage de RZ5 en basse-pression seront tout d'abord étudiées (chapitre 3). Ensuite, les phénomènes d'écoulement en basse-pression seront caractérisés pour déterminer l'origine du phénomène d'oscillation (chapitre 4), puis la solidification du RZ5 lors du remplissage sera étudiée grâce au développement d'un essai de coulabilité (chapitre 5). Pour mener ces analyses, une méthode de caractérisation *in situ* à l'échelle industrielle doit être développée. De plus, la composition, la microstructure et le chemin de solidification doivent être caractérisés pour définir l'impact des paramètres de coulée sur la qualité des pièces. En outre, des simulations numériques peuvent être utilisées pour compléter les essais expérimentaux. Il sera donc développé dans le chapitre 2 les méthodes expérimentales et numériques mises en place pour cette étude.

1.6 Références

[1] Collectif CTIF, *Guide du tracé des pièces moulées en alliages légers*. Editions techniques des industries de la fonderie, 1987. 9

[2] G. Lagrené, "Fonderie et moulage des alliages de magnésium," *Techniques de l'Ingenieur*, 2000. 9, 10, 26, 27

[3] G. Hénon, C. Mascré, and G. Blanc, *Recherche de la qualité des pièces de fonderie*. Editions techniques des industries de la fonderie, 1971. 9, 10, 18

[4] G. BELLANGER, "Remplissage des pièces moulées en sable. Système d'attaque," *Techniques de l'ingénieur*, vol. m3566, 2006. 10

[5] Collectif CTIF, *Masselotage en moulage sable*. Editions techniques des industries de la fonderie, 1994. 9, 10

[6] Collectif CTIF, *Le remplissage des empreintes de moules en sable*. Editions techniques des industries de la fonderie, 1984. 10

[7] G. Facy and M. Pompidou, *Précis de fonderie 2ème edition*. AFNOR, 1992. 9

[8] J. Campbell, *Castings*. Elsevier Science, 2003. 9, 10, 11, 16, 17, 18, 19, 21, 26

[9] N. Chvorinov, "Theory of solidification of castings," *Giesserei*, vol. 27, pp. 177–225, 1940.

[10] M. Tiryakioglu, E. Tiryakioglu, and D. R. Askeland, "Statistical investigation of the effects of the shape, size and superheat on solidification times of castings," *Transaction of the American Foundrymen's society*, vol. V 105 PPER, no. P 907-913, p. 1997, 2015.

[11] F. Havlicek and T. Elbel, "Geometrical modulus of a casting and its influence on solidification process," vol. 11, no. 4, pp. 170–176, 2011. 9

[12] E. S. Almaghariz, B. P. Conner, L. Lenner, R. Gullapalli, G. P. Manogharan, B. Lamoncha, and M. Fang, "Quantifying the Role of Part Design Complexity in Using 3D Sand Printing for Molds and Cores," *International Journal of Metalcasting*, vol. 10, no. 3, pp. 240–252, 2016. 11

[13] R. Singh, "Three Dimensional Printing for Casting Applications : A State of Art Review and Future Perspectives," *Advanced Materials Research*, vol. 83-86, pp. 342–349, dec 2009.

[14] G. Budzik, "Possibilities of utilizing 3DP technology for foundry mould making," *Archives of Foundry Engineering*, vol. 7, no. 2, pp. 65–68, 2007.

[15] D. Snelling, Q. Li, N. Meisel, C. B. Williams, R. C. Batra, and A. P. Druschitz, "Lightweight Metal Cellular Structures Fabricated via 3D Printing of Sand Cast Molds," *Advanced Engineering Materials*, vol. 17, pp. 923–932, jul 2015. 11

[16] A. V. Koltygin and V. E. Bazhenov, "Development of a Substitute for Z Cast Molding Sand Used on Installations of 3D Printing for Obtaining Aluminum, Magnesium, and Iron Casting," *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*, vol. 53, no. 1, pp. 38–41, 2012. 11

[17] D. Brabazon, D. Kennedy, and M. Tyrell, "Development of technique for 3D printed mould intricate rapid casting," in *Solid Freeform Fabrication Symposium*, pp. 800–808, 2010.

[18] S. S. Bobby, "A Preliminary Investigation of Gypsum Bonded Moulds By Three Dimensional Printing," *IJRET : International Journal of Research in Engineering and Technology*, vol. 03, no. 06, pp. 501–507, 2014. 11

[19] D. Snelling, H. Blount, C. Forman, K. Ramsburg, A. Wentzel, C. Williams, and A. Druschitz, "The effects of 3D pritned molds on metal castings," *Solid Freeform Fabrication Symposium*, pp. 827–845, 2013.

[20] K. Nyembwe, M. Mashila, P. J. M. van Tonder, D. J. de Beer, and E. Gonya, "Physical properties of sand parts produced using a voxeljet VX1000 three-dimensional printer," *South African Journal of Industrial Engineering*, vol. 27, pp. 110–121, nov 2016. 11

[21] J. A. Dantzig and J. W. Wiese, "Modeling of heat flow in sand castings : Part II. Applications of the boundary curvature method," *Metallurgical Transactions B*, vol. 16, pp. 203–209, jun 1985. 11

[22] G. Dour, *Fonderie : alliages, procédés, propriétés d'usage, défauts*. Aide-mémoire de l'ingénieur, Dunod, 2009. 11, 12, 18

[23] K. Nyembwe, D. de Beer, J. van der Walt, and S. Bhero, "Assessment of Surface Finish and Dimensional Accuracy of Tools," *South African Journal of Industrial Engineering*, vol. 23, no. November, pp. 130–143, 2012. 11

[24] F. J. Edler, G. Lagrené, and R. Siepe, "Thin-walled Mg Structural Parts by a Low-pressure Sand Casting Process," in *Magnesium Alloys and their Applications*, no. D, pp. 553–557, Weinheim, FRG : Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, may 2006. 11, 12, 13, 26

[25] J. Hogg, H. Westengen, and D. Albright, "Low pressure sand casting of magnesium alloys," in *Proceedings of the International Symposium on Extraction, Refining and Fabrication of Light Metals, Ottawa, Ontario*, Sahoo, M ; Pinfold, P, 1991. 11, 13, 14

[26] M. Colombié, *Matériaux Métalliques - 2ème édition*. dunod ed., 2008. 12, 22, 23, 24

[27] H. E. Friedrich and B. L. Mordike, *Magnesium Technology : Metallurgy, Design Data, Applications*. Springer Berlin Heidelberg, 2006. 12, 13, 23, 24, 26, 27

[28] M. S. Dargusch, G. Dour, N. Schauer, C. M. Dinnis, and G. Savage, "The influence of pressure during solidification of high pressure die cast aluminium telecommunications components," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 180, no. 1-3, pp. 37–43, 2006. 12

[29] A. a. Luo, "Magnesium casting technology for structural applications," *Journal of Magnesium and Alloys*, vol. 1, no. 1, pp. 2–22, 2013. 12, 23

[30] F. Bonollo, J. Urban, B. Bonatto, and M. Botter, "Gravity and low pressure die casting of aluminium alloys : a technical and economical benchmark," *La Metallurgia Italiana*, no. 6, pp. 23–32, 2005. 12

[31] M. Sadayappan, J. P. Thomson, and M. Sahoo, "Casting Fluidity of Magnesium Alloy AZ91 in Gravity and Low Pressure Casting," *AFS transactions*, pp. 747–753, 2006. 12, 18, 21

[32] J. Thomson, S. Xu, M. Sadayappan, P. Newcombe, L. Millette, and M. Sahoo, "Low Pressure Casting of Magnesium Alloys AZ91 and AM50," 2004. 12

[33] P. Fu, A. a. Luo, H. Jiang, L. Peng, Y. Yu, C. Zhai, and A. K. Sachdev, "Low-pressure die casting of magnesium alloy AM50 : Response to process parameters," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 205, no. 1-3, pp. 224–234, 2008. 13

[34] J. Duan, D. Maijer, S. Cockcroft, and C. Reilly, "Development of a 3D Filling Model of Low-Pressure Die-Cast Aluminum Alloy Wheels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, pp. 5304–5315, dec 2013. 13

[35] Q. Yan, H. Yu, Z. Xu, B. Xiong, and C. Cai, "Effect of holding pressure on the microstructure of vacuum counter-pressure casting aluminum alloy," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 501, no. 2, pp. 352–357, 2010. 13

[36] A. Sanitas, N. Coniglio, M. Bedel, and M. El Mansori, "Investigating surface roughness of ZE41 magnesium alloy cast by low-pressure sand casting process," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2017. 13, 18

[37] S.-G. Liu, F.-Y. Cao, X.-Y. Zhao, Y.-D. Jia, Z.-L. Ning, and J.-F. Sun, "Characteristics of mold filling and entrainment of oxide film in low pressure casting of A356 alloy," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 626, pp. 159–164, 2015. 14, 15, 17

[38] Z.-T. Fan and S. Ji, "Low pressure lost foam process for casting magnesium alloys," *Materials Science and Technology*, vol. 21, no. 6, pp. 727–734, 2005. 14

[39] J. Zeng, P. Gu, Y. Zou, and Z. Xu, "Simulation of mold filling under counter gravity for A356 alloy and A356/SiCp composite," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 499, pp. 130–133, jan 2009. 14, 15

[40] H. Puga, J. Barbosa, T. Azevedo, S. Ribeiro, and J. Alves, "Low pressure sand casting of ultrasonically degassed Al7SiMg alloy : Modelling and experimental validation of mould filling," *Materials & Design*, vol. 94, pp. 384–391, 2016. 14, 17

[41] A. Viswanath, M. V. Manu, S. Savithri, and U. T. S. Pillai, "Numerical simulation and experimental validation of free surface flows during low pressure casting process," *Journal of Materials Processing Tech.*, vol. 244, pp. 320–330, 2017. 15

[42] J.-H. Kuo, F.-L. Hsu, and W.-S. Hwang, "Development of an interactive simulation system for the determination of the pressure–time relationship during the filling in a low pressure casting process," *Science and Technology of Advanced Materials*, vol. 2, no. 1, p. 131, 2001. 15, 17

[43] E. S. Duff, *Fluid Flow Aspects of Solidification Modelling : Simulation of Low Pressure Die Casting* . PhD thesis, The University of Queensland, 1995. 15, 17, 20, 21

[44] J. Campbell, "Sixty Years of Casting Research," *Metallurgical and Materials Transactions A : Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 46, no. 11, pp. 4848–4853, 2015. 15

[45] J. A. Dantzig and M. Rappaz, *Solidification*. Engineering sciences, EPFL Press, 2009. 16, 18

[46] L. Wang, H. Rhee, and S. Felicelli, "Oxide film and porosity defects in magnesium alloy AZ91," *Shape Casting : The 3rd International Symposium*, pp. 123–130, 2009. 16

[47] X. Dai, M. Jolly, X. Yang, and J. Campbell, "Modelling of liquid metal flow and oxide film defects in filling of aluminium alloy castings," *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, vol. 33, p. 012073, 2012. 16

[48] X. Yang, X. Huang, X. Dai, J. Campbell, and J. Tatler, "Numerical modelling of entrainment of oxide film defects in filling of aluminium alloy castings," *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 17, no. 6, pp. 321–331, 2004.

[49] F. Bahreinian, S. M. a. Boutorabi, and J. Campbell, "Critical gate velocity for magnesium casting alloy (ZK51A)," *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 19, no. 1, pp. 45–51, 2006. 17

[50] J. Runyoro, S. M. A. Boutorabi, and J. Campbell, "Critical gate velocities for film-forming casting alloys : a basis for process specification," *AFS Transactions*, vol. 100, pp. 225–234, 1992. 16, 17

[51] C. Bailly and G. Comte-Bellot, *Turbulence*. Experimental Fluid Mechanics, Springer International Publishing, 2015. 17

[52] J. J. Hernandez-Ortega, R. Zamora, J. Palacios, J. Lopez, and F. Faura, "An Experimental and Numerical Study of Flow Patterns and Air Entrapment Phenomena During the Filling of a Vertical Die Cavity," *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 132, no. 5, p. 051011, 2010. 17

[53] R. Cuesta, A. Delgado, A. Maroto, and D. Mozo, "Numerically modeling oxide entrainment in the filling of castings : The effect of the webber number," *JOM*, vol. 58, pp. 62–65, nov 2006. 17

[54] C. Reilly, N. R. Green, and M. R. Jolly, "The present state of modeling entrainment defects in the shape casting process," *Applied Mathematical Modelling*, vol. 37, no. 3, pp. 611–628, 2013. 17

[55] D. M. Stefanescu, *Science and Engineering of Casting Solidification*. Springer International Publishing, 2015. 18

[56] B. Garda, *Essais de coulabilité en fonderie : Aspects thermiques , hydrodynamiques et structures de solidification*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1993. 18, 19, 21, 22

[57] M. Flemings, "Fluidity of metals - techniques for producing ultra-thin section castings," *The British Foundryman*, pp. 312–325, 1964. 18, 19, 21

[58] M. Flemings, E. Niiyama, and H. Taylor, "Fluidity of aluminium alloys : An experimental and quantitative evaluation," 1961. 20

[59] J. E. Niesse, M. Flemings, and H. Taylor, "Application of theory in understanding fluidity of metals," *Transactions of the american foundrymen's Society*, pp. 685–697, 1959. 18, 19

[60] M. Di Sabatino, L. Arnberg, and F. Bonollo, "Simulation of Fluidity in Al- Si Alloys," *Metallurgical Science and Technology*, pp. 3–10, 2013. 18, 20

[61] B. A. Dewhirst, *Castability Control in Metal Casting via Fluidity Measures : Application of Error Analysis to Variations in Fluidity Testing*. PhD thesis, Worcester Polytechnic Institute, 2008. 18, 19, 21

[62] Z. Konopka, A. Zyska, M. Łągiewka, and M. Nadolski, "The Influence of Pressure Die Casting Parameters on the Castability of AlSi11-SiCp Composites," *Archives of Foundry Engineering*, vol. 15, pp. 29–34, jan 2015. 18

[63] K. J. Laws, B. Gun, and M. Ferry, "Effect of die-casting parameters on the production of high quality bulk metallic glass samples," *Materials Science and Engineering A*, vol. 425, pp. 114–120, 2006. 18, 22

[64] S. L. Sin and D. Dubé, "Influence of process parameters on fluidity of investment-cast AZ91D magnesium alloy," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 386, no. 1-2, pp. 34–42, 2004. 18

[65] G. Timelli and F. Bonollo, "Fluidity of aluminium die castings alloy," *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 20, no. 6, pp. 304–311, 2007. 18

[66] H.-K. Luk and B. Darvell, "Casting system effectiveness— measurement and theory," *Dental Materials*, vol. 8, no. 2, pp. 89–99, 1992. 20

[67] M. Di Sabatino, F. Syvertsen, L. Arnberg, and A. Nordmark, "An improved method for fluidity measurement by gravity casting of spirals in sand moulds," *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 18, pp. 59–62, feb 2005. 21

[68] M. Górny, "Structure of ductile iron in thin walled castings," *Archives of foundry engineering*, vol. 7, no. 4, pp. 73–78, 2007. 21

[69] W. Qudong, L. Yizhen, Z. Xiaoqin, D. Wenjiang, Z. Yanping, L. Qinghua, and L. Jie, "Study on the fluidity of AZ91+xRE magnesium alloy," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 271, no. 1-2, pp. 109–115, 1999. 21

[70] K. Laws, B. Gun, and M. Ferry, "Large-scale production of Ca65Mg15Zn20 bulk metallic glass samples by low-pressure die-casting," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 475, no. 1-2, pp. 348–354, 2008. 22

[71] J. Herenguel, *Métallurgie spéciale : Tome 1*. Imprimerie SAMIE, 1962. 22

[72] M. M. Avedesian and H. Baker, *ASM Specialty Handbook : Magnesium and Magnesium Alloys*. ASM Specialty Handbook, ASM International, 1999. 22, 23, 26

[73] AFNOR, "FDA65-700 : Magnésium et ses alliages – Caractéristiques, mise en oeuvre, applications," 2013. 23

[74] E. F. Emley, *Principles of Magnesium Technology*. Elsevier Science & Technology, 1966. 23, 24, 26, 27

[75] Magnesium Elektron, "Elektron RZ5 Data Sheet," 2006. 23, 24, 25, 26

[76] Z. Hildebrand, M. Qian, D. Stjohn, and M. Frost, "Influence of zinc on the soluble zirconium content in magnesium and the subsequent grain refinement by zirconium," *Magnesium Technology 2004*, no. October 2015, pp. 4–8, 2004. 24

[77] Y. Wang, G. Wu, W. Liu, S. Pang, and Y. Zhang, "Effects of chemical composition on the microstructure and mechanical properties of gravity cast Mg – x Zn – y RE – Zr alloy," *Materials Science & Engineering A*, vol. 594, pp. 52–61, 2014. 24, 25

[78] Y. Ali, D. Qiu, B. Jiang, F. Pan, and M.-x. Zhang, "Current research progress in grain refinement of cast magnesium alloys : A review article," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 619, pp. 639–651, 2015. 24

[79] M. Qian, D. H. StJohn, and M. T. Frost, "Effect of Soluble and Insoluble Zirconium on the Grain Refinement of Magnesium Alloys," *Materials Science Forum*, vol. 419-422, no. November, pp. 593–598, 2003. 24

[80] D. H. StJohn, M. Qian, M. a. Easton, P. Cao, and Z. Hildebrand, "Grain refinement of magnesium alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 36, no. 7, pp. 1669–1679, 2005. 24

[81] M. Sun, M. A. Easton, D. H. StJohn, G. Wu, T. B. Abbott, and W. Ding, "Grain Refinement of Magnesium Alloys by Mg-Zr Master Alloys : The Role of Alloy Chemistry and Zr Particle Number Density," *Advanced Engineering Materials*, vol. 15, no. 5, pp. 373–378, 2013. 24, 27

[82] Y. C. Lee, A. K. Dahle, and D. H. StJohn, "The role of solute in grain refinement of magnesium," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 31, pp. 2895–2906, nov 2000. 24

[83] P. Sasha and S. Viswanathan, "Grain Refinement of Magnesium by Zirconium : Characterization and Analysis," in *Transactions of American Foundry Society*, vol. 119, pp. 469–480, 2011. 24, 25, 27

[84] M. Hämäläinen, "Thermodynamic evaluation of the Mg-Zr system," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 422, no. 1-2, pp. 173–177, 1998. 24

[85] H. Okamoto, "Mg-Zr (Magnesium-Zirconium)," *Journal of Phase Equilibria*, vol. 23, no. 2, pp. 198–199, 2002. 24

[86] Ma Qian, D. H. StJohn, and M. T. Frost, "Characteristic zirconium-rich coring structures in Mg-Zr alloys," *Scripta Materialia*, vol. 46, no. 9, pp. 649–654, 2002. 24

[87] M. Qian, "Heterogeneous nucleation on potent spherical substrates during solidification," *Acta Materialia*, vol. 55, no. 3, pp. 943–953, 2007.

[88] M. Qian, "Heterogeneous nuclei size in magnesium–zirconium alloys," *Scripta Materialia*, vol. 50, pp. 1115–1119, apr 2004. 24, 27

[89] M. Qian, D. St John, M. Frost, and M. Barnett, "Grain refinement of pure magnesium using rolled Zirmax® master alloy (MG-33.3ZR)," in *Minerals, Metals and Materials Society. Meeting (2003 : San Diego, Calif.)* (H. I. Kaplan, ed.), TMS. 24

[90] P. SAHA, *An analysis of the grain refinment of magnesium by zirconium*. PhD thesis, The University of Alabama, Tuscaloosa, Alabama, 2010. 24

[91] W. C. Neil, M. Forsyth, P. C. Howlett, C. R. Hutchinson, and B. R. W. Hinton, "Corrosion of magnesium alloy ZE41 - The role of microstructural features," *Corrosion Science*, vol. 51, no. 2, pp. 387–394, 2009. 24, 25

[92] M. Qian, D. H. Stjohn, and M. T. Frost, "Zirconium Alloying and Grain Refinement of Magnesium alloys," in *Magnesium Technology 2003*, no. July, pp. 209–214, 2003. 24, 27

[93] W. Xiao, S. Jia, J. Wang, Y. Wu, and L. Wang, "Effects of cerium on the microstructure and mechanical properties of Mg–20Zn–8Al alloy," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 474, pp. 317–322, feb 2008. 25

[94] B. Dybowski, R. Jarosz, A. Kiełbus, and J. Cwajna, "Influence of Pouring Temperature on Castability and Microstructure of QE22 and RZ5 Magnesium Casting Alloys," *Solid State Phenomena*, vol. 191, pp. 137–144, 2012. 25

[95] M. Qian, L. Zheng, D. Graham, M. Frost, and D. StJohn, "Settling of undissolved zirconium particles in pure magnesium melts," *Journal of Light Metals*, vol. 1, no. 3, pp. 157–165, 2001. 26, 27

[96] F. BAZILE, "Données numériques sur le magnésium et ses alliages," *Techniques de l'ingénieur*, 2001. 26

[97] B. D. Lee, U. H. Beak, K. W. Lee, G. S. Han, and J. W. Han, "Protective Properties of SF6 under Various Carrier Gases for the Protection of Molten Mg," *Materials Transactions*, vol. 54, no. 1, pp. 66–73, 2013. 26

[98] B. Palmer, "Sf6 Emissions From Magnesium," tech. rep., Cheminfo Services, Inc. of Toronto, Canada)., Toronto, s.d. 26

[99] 3M, "3M ™ Novec ™ 612 Magnesium Protection Fluid," 2010. 26

[100] M. Qian, Z. C. G. Hildebrand, and D. H. St. John, "The loss of dissolved zirconium in zirconium-refined magnesium alloys after remelting," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 40, no. 10, pp. 2470–2479, 2009. 27

[101] Y. Tamura, N. Kono, T. Motegi, and E. Sato, "Grain refining mechanism and casting structure of Mg-Zr alloys," 1998. 27

[102] M. Qian and D. H. Stjohn, "Grain nucleation and formation in Mg–Zr alloys," *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 22, no. 1, pp. 256–259, 2009. 27

Chapitre 2

Approches méthodologiques expérimentales et numériques

Sommaire

2.1 Introduction . . . 36
2.2 Méthodes de préparation des moules . . . 36
2.2.1 Conception des moules . . . 36
2.2.2 Impression des moules . . . 37
2.2.3 Préparation des moules . . . 38
2.3 Méthode de préparation et de coulée de l'alliage . . . 38
2.3.1 Four basse-pression . . . 38
2.3.2 Préparation de l'alliage de RZ5 . . . 40
2.3.3 Instrumentation et coulée . . . 42
2.4 Méthodes de caractérisation . . . 44
2.4.1 Mesure de la composition chimique . . . 44
2.4.2 Analyses micrographiques . . . 45
2.4.3 Analyse calorimétrique différentielle à balayage . . . 47
2.5 Outils de simulation numérique . . . 49
2.5.1 Simulation des écoulements : Fluent . . . 49
2.5.2 Simulation de la coulabilité : Procast . . . 51
2.5.3 Simulation thermodynamique . . . 52
2.6 Conclusion . . . 54
2.7 Références . . . 55

2.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de décrire l'ensemble des méthodes expérimentales et numériques utilisées dans ce travail. Elles s'appuient sur la plateforme LowCast/INOVSYS des Arts et Métiers d'Aix-en-Provence. La chaine de fabrication incluant l'impression des moules, la préparation de l'alliage et la coulée instrumentée sera tout d'abord présentée. Une fois les pièces coulées, ces dernières ont été analysées par différents moyens de caractérisation qui seront décrits. Pour finir, les outils de simulation numérique utilisés seront détaillés.

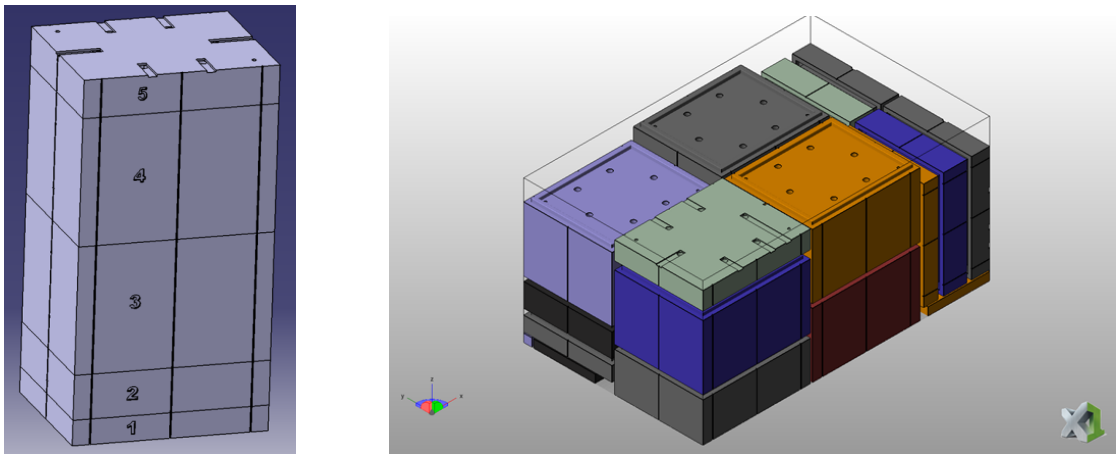
2.2 Méthodes de préparation des moules

2.2.1 Conception des moules

La procédure de conception des moules commence par la définition de la grappe dans le logiciel de conception assistée par ordinateur (CAO) Catia®. Comme il a été montré au chapitre 1, on applique habituellement à la pièce un facteur d'échelle permettant de compenser le retrait solide après la fin de la solidification. Dans le cadre de cette thèse, les problématiques dimensionnelles n'étant pas traitées, ce retrait faible (de l'ordre de 1%) n'a pas été pris en compte pour la conception des éprouvettes. Le moule est obtenu par soustraction de la grappe à une forme géométrique simple (cylindre ou parallélépipède). Ce moule n'est en général pas imprimable en l'état et doit être découpé de façon à pouvoir :

- entrer dans la zone d'impression de dimensions 800x500x400mm ;
- retirer le sable non aggloméré (sans résine) ;
- insérer les refroidisseurs, les noyaux et l'instrumentation ;
- assurer la solidité et l'étanchéité du moule ;
- remmouler sans collision, serrer et transporter le moule .

La conception du moule nécessite généralement plusieurs itérations avant l'obtention d'un moule fiable. Une fois les différentes parties du moule conçues (Figure 2.1a), elles sont exportées au format STL dans le logiciel de conception NetFabb®(Figure 2.1b) de façon à positionner les différentes parties dans la zone d'impression appelée jobbox puis être imprimées.



(a) Modèle d'un moule sous Catia

(b) Insertion des éléments du moule dans la jobbox sous NetFabb

FIGURE 2.1 – Conception des moules pour l'impression 3D

2.2.2 Impression des moules

La machine d'impression utilisée (Figure 2.2) est une S-PRINT de marque EXONE™. Elle nécessite le réglage de plusieurs paramètres principaux :

- vitesse de déplacement du chariot de dépôt de sable (Rs) ;
- résolution des points de résine (Xr) ;
- taux d'activateur (Act) ;
- temps de mélange (Mix) ;
- épaisseur de couche (Lt) ;
- tension de la tête d'impression (Volt).

FIGURE 2.2 – Imprimante 3D au sable Exone de la plateforme LowCast des Arts et Métiers d'Aix-en-Provence

Ainsi, à partir d'un sable à silice de granulométrie AFS 97 (taille de grain moyenne 0,14 mm) également fourni par Exone™, l'imprimante construit par couches successives selon l'axe z les moules en sable avec le mélange sable, résine et dans le cas du magnésium un inhibiteur. L'inhibiteur permet de limiter la réaction chimique du magnésium avec les constituants du sable et ainsi éviter les défauts de surface. Les étapes d'impression sont décrites ci-dessous :

- aspiration du sable du silo vers la machine ;
- mélange du sable avec le catalyseur et l'inhibiteur ;
- chargement du recoater (chariot de dépose du sable) ;
- mise en place de la jobbox dans la machine avec le plateau en position haute ;
- dépose d'une couche de sable ;
- impression de la résine selon la CAO ;
- descente du plateau d'une épaisseur de couche ;
- dépose de la couche suivante ;
- répétition des 3 étapes précédentes autant de fois que nécessaire (selon la CAO) ;
- fin d'impression, aspiration du sable non imprégné de résine et sortie du moule de la jobbox.

La figure 2.3 illustre la phase d'aspiration et de nettoyage du moule. Cette étape consiste a retirer le sable non imprimé du moule pour obtenir la forme finale du moule. Les paramètres d'impression ont été conservés fixes durant toute l'étude et sont résumés dans la table 2.1. Les valeurs moyennes

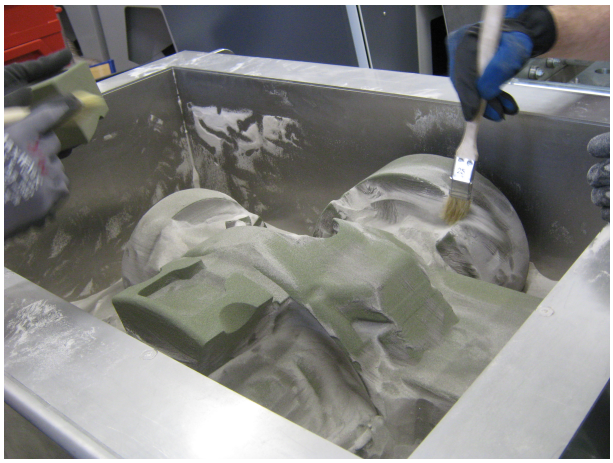


FIGURE 2.3 – Phase d'aspiration et de nettoyage d'un noyau en sable imprimé

mesurées de densité, de perméabilité AFS [1] et de résistance mécanique par flexion 3 points sont résumées dans la table 2.2. Les propriétés thermiques résultantes (capacité thermique et conductivité) n'ont pas pu être mesurées dans le cadre de ce travail.

Sable	Xr(mm)	Rs(%)	Act(%)	Mix(s)	Volt (V)	Lt(mm)
FS001	0.12	14%	0.18%	60	78	0.28

TABLEAU 2.1 – Paramètres d'impression utilisés

Densité moyenne ($kg.m^{-3}$)	Perméabilité moyenne (GP)	Résistance à la flexion (MPa)	
		z	x,y
1340 ± 50	90 ± 20	1,6 ± 0,3	2,5 ± 0,3

TABLEAU 2.2 – Propriétés physiques mesurées du sable imprimé

2.2.3 Préparation des moules

Une phase souvent réalisée industriellement est la phase de poteyage. Elle consiste à répandre sur la surface du moule une couche liquide. Selon sa nature elle permet de favoriser ou de limiter les échanges thermiques [1]. Cette isolation permet aussi de diminuer la rugosité [2, 3] et d'empêcher la réaction du magnésium avec le sable si elle contient de l'inhibiteur [4]. Ce poteyage étant appliqué manuellement et les géométries du moule pouvant empêcher sa dépose, il génère des variabilités. Il a ainsi été fait le choix de ne pas utiliser de poteyage pour les moules afin de conserver une bonne répétabilité. Si le moule est en plusieurs parties, il est assemblé et des tiges filetées sont insérées pour le maintien. Les moules assemblés sont placés à l'étuvage à 100˚C pendant une nuit afin de réduire leur taux d'humidité. En effet, outre le risque de réaction avec le magnésium, l'humidité modifie les propriétés thermiques du moule (conductivité, résistance mécanique ...) [5].

2.3 Méthode de préparation et de coulée de l'alliage

2.3.1 Four basse-pression

Le four basse-pression de marque KURTZ est présenté sur la figure 2.4. Il permet de couler des alliages d'aluminium ou de magnésium. Il est composé d'un système de gestion des gaz de marque

1. La perméabilité AFS mesurée en GP est déterminée à partir du débit d'air circulant à travers un cylindre de sable de diamètre 50 mm et de hauteur 50 mm pour une différence de pression donnée

ASKI, d'un système de régulation de pression précis au mbar, d'une table de coulée et d'un four à résistance électrique fermé par le couvercle, auquel est fixé le tube de coulée chauffé.

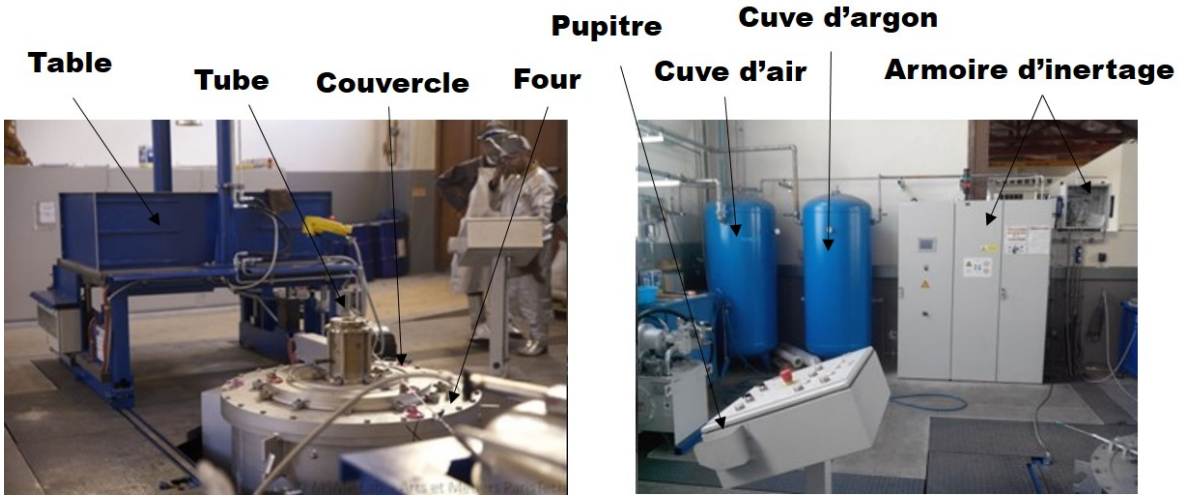


FIGURE 2.4 – Four basse-pression Kurtz : table, four, et tube de coulée à gauche et de mélange des gaz ASKI à droite

La figure 2.5 montre une vue en coupe schématique simplifiée du four basse-pression sans la table et sans le moule. Entre les modes aluminium et magnésium, les dimensions du creuset et du tube sont sensiblement différentes. Les principales dimensions issues du plan de construction sont résumées dans le tableau 2.3.

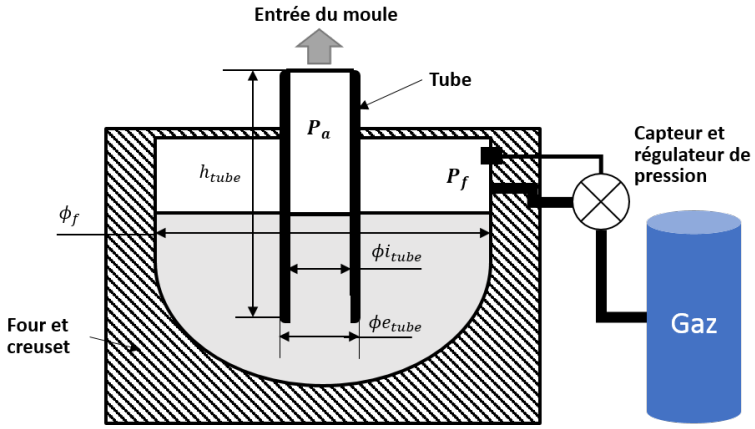


FIGURE 2.5 – Vue en coupe simplifiée du four basse-pression

Mode	Aluminium	Magnésium
ϕ_f (mm)	545	456
h_{tube} (mm)	953	908
ϕi_{tube} (mm)	70	71
ϕe_{tube} (mm)	100	160

TABLEAU 2.3 – Principales dimensions (en mm) du four basse-pression selon l'alliage utilisé

Dans le cas du magnésium, la protection du métal dans le four et la mise en pression sont réalisées par un mélange d'argon et de 0,5% d'hexafluorure de soufre (SF_6). Ce mélange est géré par l'armoire ASKI puis stocké dans une cuve tampon de 900 L. Afin de pouvoir réaliser les opérations de brassage

et de vidage du four (lingotage) qui se font à four ouvert, un système annexe, conçu et ajouté par l'ENSAM (Figure 2.6), utilise des bouteilles pré-mélangées de $CO_2 + 1,75\%SF_6$. L'inertage lors des ces opérations se fait grâce à des diffuseurs (Figure 2.7a) et un couvercle de brassage dédié permet l'envoi du gaz via une étoile de gazage directement en surface du bain (Figure 2.7b). Dans le cas de la coulée d'alliage d'aluminium, le système d'inertage n'est pas utilisé et le gaz de pressurisation est de l'air sec.

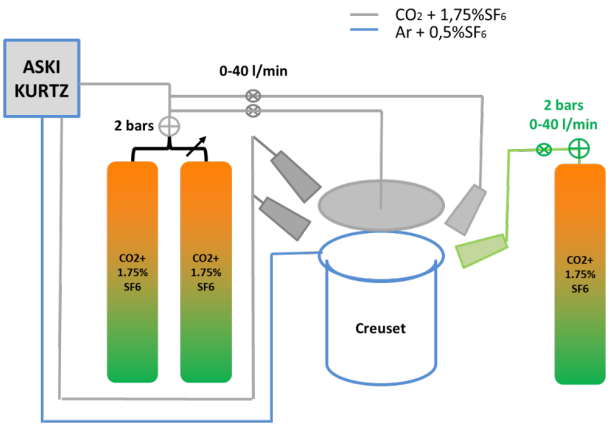
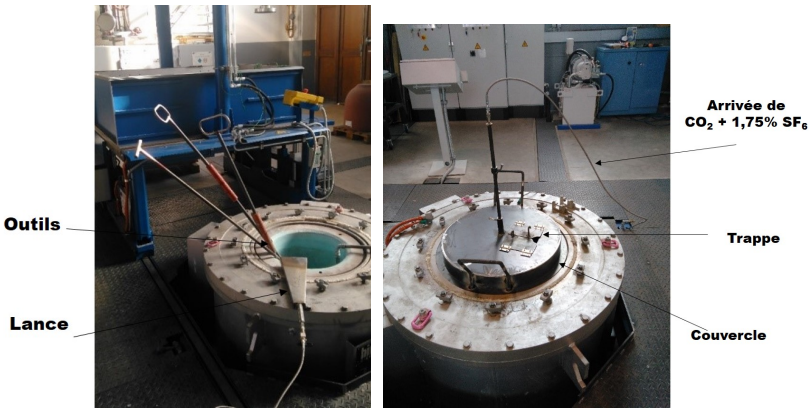


FIGURE 2.6 – Installation d'inertage mixte conçue pour les alliages de magnésium



(a) Outils séchant dans le creuset et lance d'inertage

(b) Couvercle de brassage

FIGURE 2.7 – Présentation des outillages utilisés pour la préparation et l'inertage des alliages de magnésium

2.3.2 Préparation de l'alliage de RZ5

Comme il est détaillé à la section 1.4.3, la préparation de l'alliage de RZ5 est une opération primordiale pour la qualité métallurgique. Trois types de lingots sont utilisés pour obtenir les proportions souhaitées en éléments d'alliage :

- lingots de RZ5 brut ;
- lingots de Zirmax® ;
- lingots de TR .

Les lingots de RZ5 brut sont les lingots de base de l'alliage. Le Zirmax® permet d'augmenter le taux de zirconium de l'alliage brut et les lingots de TR permettent de compenser la dilution liée à l'ajout de Zirmax®. Leur composition nominale fournie par le fabricant (Magnesium Elektron) est résumée dans le tableau 2.4 ; le matériau de base des lingots étant du magnésium.

Composition (%m)			
	Zr	Zn	TR
RZ5	0.52	4.0	1.3
Zirmax®	33	-	-
Lingots TR	-	5	14

TABLEAU 2.4 – Composition nominale des lingots utilisés (Données Magnesium Elektron)

Une procédure de préparation adaptée à notre procédé a été mise en place en suivant les règles habituelles [6, 7] et les conseils apportés par l'entreprise Magnesium Elektron. Cette procédure comporte les étapes suivantes :

- insertion des lingots dans le creuset avec le mélange suivant : 93,7 %m de RZ5, 5,9 %m de Zirmax® et 0,5 %m de TR ;
- préchauffe à 400˚C ;
- mise en fusion du métal à une température de 700°C sous inertage d'argon ;
- stabilisation de la température à 760˚C (Température de coulée figée pour toutes les études présentées ultérieurement) ;
- premier écrémage (Inertage CO_2, débit adapté au besoin) ;
- brassage : à l'aide d'un outil en acier, mouvement circulaire vertical, en grattant le fond du creuset, pendant 2 minutes soit 80-100 coups (Inertage CO_2, débit adapté au besoin) ;
- deuxième écrémage (Inertage CO_2, débit adapté au besoin) .

FIGURE 2.8 – Phase de brassage de l'alliage : l'opérateur brasse l'alliage protégé avec la lance par l'inertage au $CO_2 + SF_6$ provenant des bouteilles de pré-mélange à l'arrière plan.

La figure 2.8 illustre la phase de brassage manuelle de l'alliage durant laquelle le bain d'alliage est protégé de l'oxydation par plusieurs opérateur avec des lances d'inertage diffusant du $CO_2 + SF_6$. Une fois l'alliage fondu et brassé, il est nécessaire de clore l'enceinte en intégrant le couvercle et tube de coulée. L'opération de fermeture dure 10 minutes à 5 personnes. Elle comprend :

- retrait du couvercle de brassage ;
- positionnement au pont roulant du couvercle de coulée contenant le tube et serrage des brides de maintien ;
- connections des résistances chauffantes du tube et thermocouples de mesure de la température du bain ;

- mesure du niveau de métal à l'aide d'un télémètre laser ;
- allumage des résistances chauffantes du tube à 760°C ;
- déplacement de la table de coulée au-dessus du four ;
- positionnement du moule sur la table et serrage ;
- branchement de l'instrumentation .

2.3.3 Instrumentation et coulée

2.3.3.1 Acquisition des températures et de la hauteur du métal

Afin d'obtenir les champs de température lors de la coulée, des thermocouples de type K sont insérés dans les moules. Pour permettre leur extraction après la solidification du métal, ils sont intégrés dans des aiguilles métalliques en acier de diamètre 0,8 mm pincées sur le thermocouple. Ces thermocouples de diamètre 0,5 mm sont isolés électriquement de la masse, ce qui permet d'utiliser des contacts électriques tout en ne perturbant pas la mesure des températures. La figure 2.9 montre le moule instrumenté positionné sur la table de coulée et bridé.

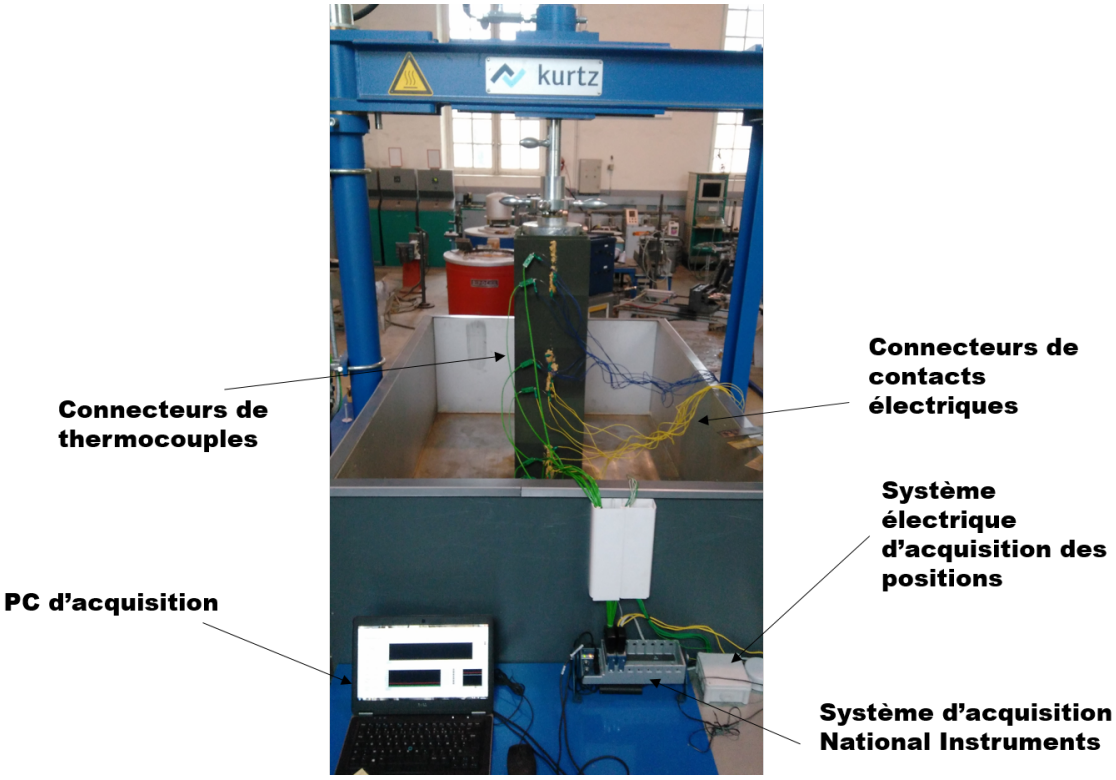


FIGURE 2.9 – Moule instrumenté positionné sur la table de coulée et système d'acquisition

Le four basse-pression n'étant pas instrumenté pour les besoins de ce travail, un système d'acquisition des températures et des hauteurs remplies a du être conçu spécifiquement. Cette instrumentation a été développée à partir d'une carte d'acquisition National Instruments et du logiciel Labview. La figure 2.9 montre les différents éléments du système et la position des capteurs dans le moule. La figure 2.10 montre la fenêtre du programme Labview réalisé et détaille le principe d'acquisition.

L'acquisition à 100 Hz mesure 9 voies de thermocouples (2 seulement sont présentés sur la figure 2.10). La précision des thermocouples type K classe 2 est fonction de la température mesurée T ($\pm 0,0075 \cdot T$ °C). De plus, le système électronique réalisé au laboratoire permet l'acquisition des positions du métal via des contacts électriques positionnés dans le moule. Ces contacts métalliques (clous de diamètre 1 mm ou pinces positionnées sur les aiguilles des thermocouples isolés) sont reliés

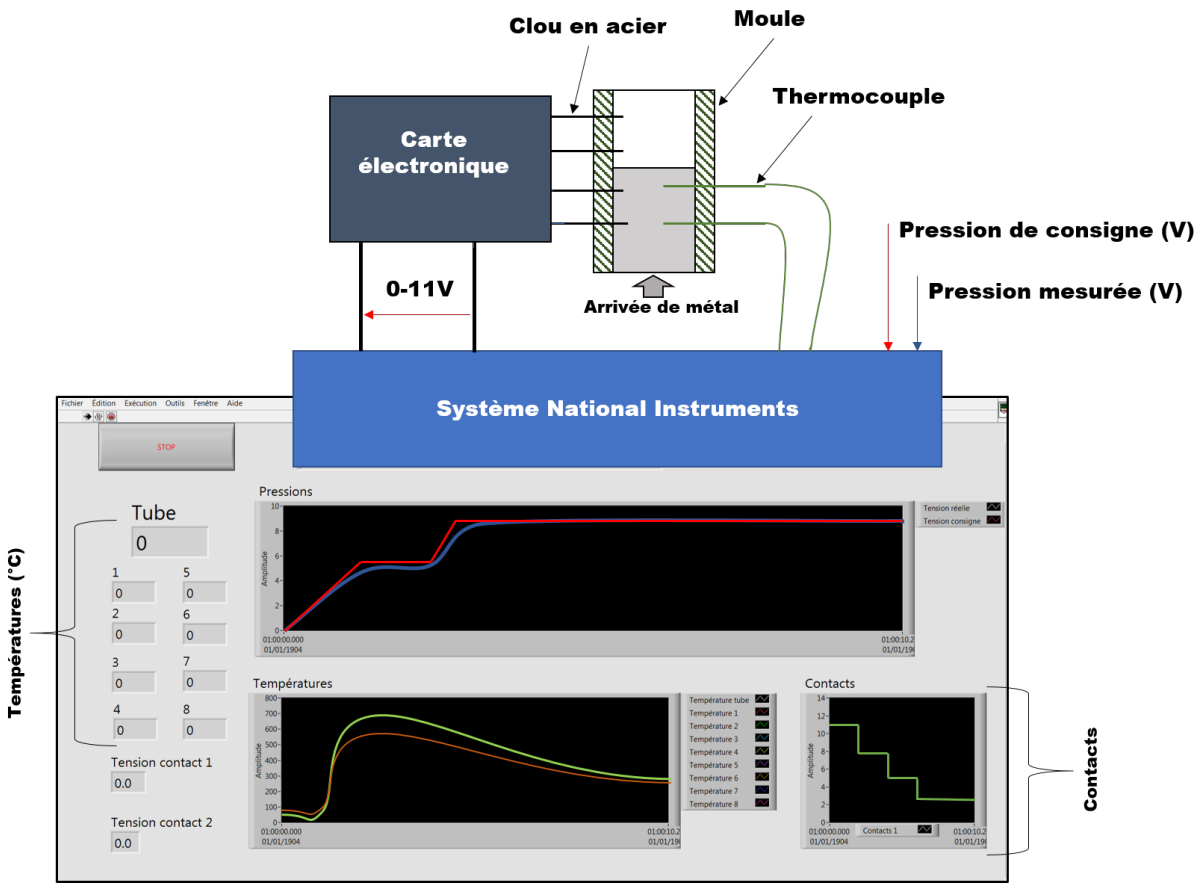


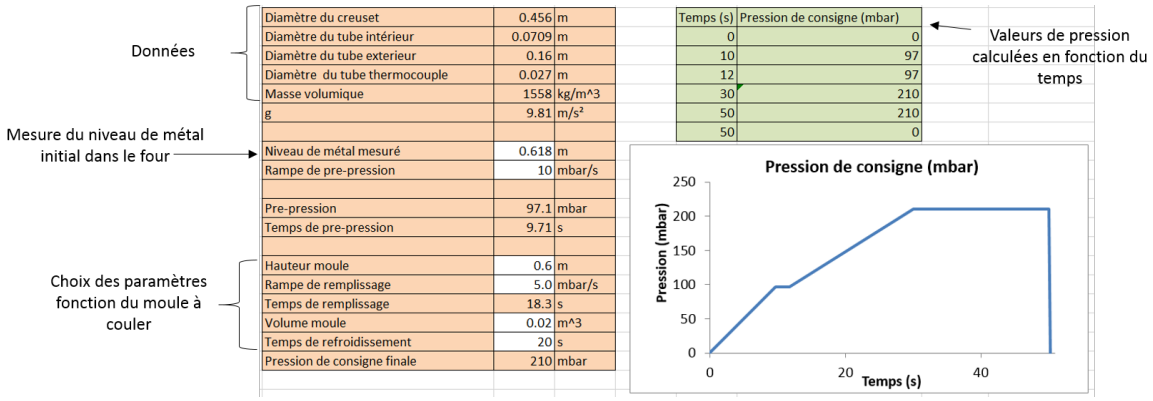
FIGURE 2.10 – Principe de fonctionnement du système d'acquisition des températures et des hauteurs

par un câble au système électronique d'une tension initiale de 11 V. A chaque contact du métal avec un contact, la tension est diminuée de 0,05 V et on obtient ainsi une courbe de tension fonction du temps avec des créneaux représentant le suivi du niveau de métal dans le moule au cours du remplissage.

2.3.3.2 Réglage de la pression

Grâce aux dimensions du four et de la hauteur du niveau de métal dans le creuset, la courbe d'évolution de pression de consigne machine P_c est calculée grâce à un tableur de calcul. La figure 2.11 montre les données utilisées et la courbe de pression résultante. Les valeurs de pression sont obtenues grâce au principe de Pascal en prenant en compte les variations de hauteur de métal dans le creuset lié au transfert de métal du four vers la pièce. La gamme de rampes admissibles par la machine est 1 à 30 mbar/s avec une pression maximale de 1 bar. La pression calculée avec ce tableau est rentrée dans l'interface de l'automate sous forme d'une table de pression en fonction du temps.

Après le lancement de l'acquisition, l'automate pressurise le four selon la rampe de consigne P_c. Le métal est poussé dans le tube puis le moule est progressivement rempli. Lorsque la température mesurée au niveau du haut du tube grâce au système d'acquisition s'approche du solidus, la pression est relâchée. Le moule est retiré de la table puis les opérations sont répétées jusqu'au dernier moule. Le couvercle du four est retiré pour avoir accès au métal restant dans le creuset. En effet, comme le tube ne plonge pas jusqu'au fond du bain, une quantité de métal de l'ordre de 30 kg reste dans le fond du creuset. Cette quantité de métal est donc vidée manuellement à la louche et est ensuite coulée par gravité dans des lingotières (lingotage).



Diamètre du creuset	0.456	m
Diamètre du tube intérieur	0.0709	m
Diamètre du tube exterieur	0.16	m
Diamètre du tube thermocouple	0.027	m
Masse volumique	1558	kg/m^3
g	9.81	m/s²
Niveau de métal mesuré	0.618	m
Rampe de pre-pression	10	mbar/s
Pre-pression	97.1	mbar
Temps de pre-pression	9.71	s
Hauteur moule	0.6	m
Rampe de remplissage	5.0	mbar/s
Temps de remplissage	18.3	s
Volume moule	0.02	m^3
Temps de refroidissement	20	s
Pression de consigne finale	210	mbar

Temps (s)	Pression de consigne (mbar)
0	0
10	97
12	97
30	210
50	210
50	0

FIGURE 2.11 – Tableau conçu pour le calcul de la rampe de pression de consigne

2.4 Méthodes de caractérisation

2.4.1 Mesure de la composition chimique

2.4.1.1 Principe de mesure

Comme il a été montré au paragraphe 1.4.2.2, la composition du RZ5 est un point clé dans la qualité des pièces. Une méthode pour déterminer la composition chimique, est la spectrométrie d'émission optique à source étincelle – ou *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy* – (ICP-OES). Cette méthode est couramment utilisée dans l'industrie pour la mesure de la composition des matériaux solides métalliques grâce à sa rapidité. Une étincelle issue d'une décharge électrique fait fondre une zone superficielle de l'échantillon qui engendre un plasma à l'équilibre dans une atmosphère d'argon. Les atomes excités dans le plasma rayonnent sous forme de photons. Ils sont captés par un capteur CCD via le système optique. A partir de la longueur d'onde et de la quantité de photons (en nombre de coups par seconde), les quantités de chaque élément chimique sont déterminées à partir d'une base de données et d'une calibration adaptée [8].

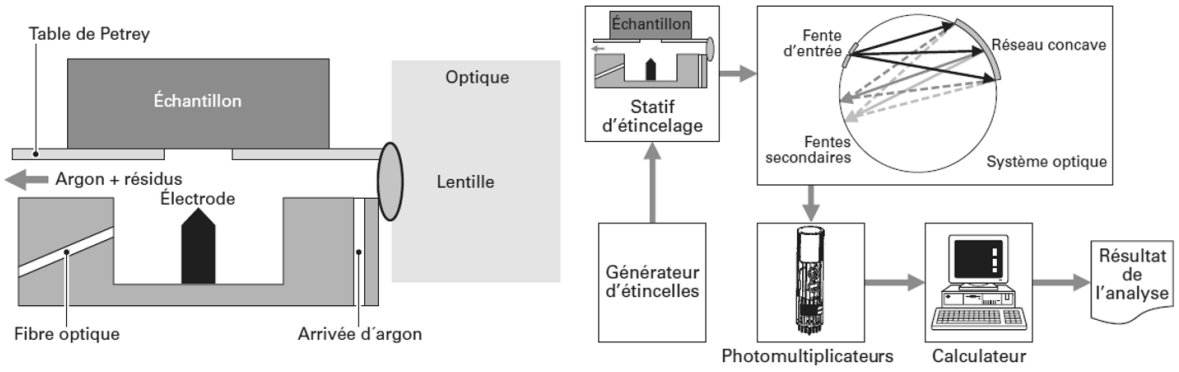


FIGURE 2.12 – Principe de mesure par spectrométrie à étincelle [8]

2.4.1.2 Équipement et calibration

Le spectromètre utilisé est un Spectromaxx Mx5M BT (Figure 2.13). Ce spectromètre est fourni avec une calibration générique pour les alliages de magnésium. Avant chaque série de mesures, une calibration de la machine est effectuée avec un échantillon de référence en acier. De plus, l'utilisation de trois pions calibrés en alliage de magnésium contenant zirconium, zinc et terres rares a permis d'affiner les courbes de régression qui relient le nombre de coups à la concentration en éléments. En effet, la détermination de la composition se fait grâce à une courbe de calibration expérimentale reliant le nombre de coups comptés par les CCD d'une longueur d'onde caractéristique d'un élément

à la composition connue d'échantillons de référence. Les courbes de régression étant spécifiques à chaque type de matériau, le fournisseur ne donne pas les incertitudes de mesure de la machine. L'erreur de mesure de calibration a été estimée grâce à l'écart type entre les compositions expérimentales calibrées et la courbe de régression résultante. Ces valeurs et les limites supérieures des calibrations des principaux éléments d'alliages sont présentées dans la table 2.5.

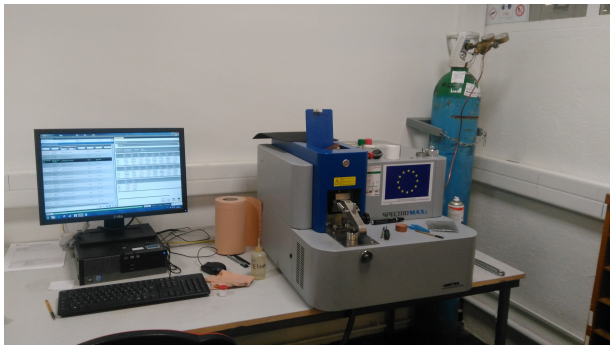


FIGURE 2.13 – Machine de spectrométrie Spectromaxx Mx5M BT

Element	Zn	Ce	Zr	Pr	Nd	La
Limite de calibration (%m)	7.00	4.50	0.90	0.40	3.80	0.72
Ecart type de calibration (%m)	0.07	0.07	0.02	0.01	0.06	0.04

TABLEAU 2.5 – Limites et écarts types de calibration du spectromètre

2.4.1.3 Préparation des échantillons et résultats des mesures

Pour chaque zone de mesure, l'échantillon est poli avec un papier abrasif de granulométrie 120 et nettoyé à l'alcool pour supprimer la contamination superficielle. Une estimation du volume de métal vaporisé par l'étincelle a été mesurée par micrographie. La figure 2.13 présente les clichés obtenus sur un échantillon de RZ5. La zone fondue mesurée possède un diamètre moyen de 2,4 mm (figure 2.14a) et une profondeur maximale de 90 µm (figure 2.14b). En considérant que les grains ont un diamètre moyen de l'ordre de 30 µm [7], cela représente une mesure de l'ordre de 6400 grains au niveau de la surface. Pour chaque échantillon, la mesure est répétée plusieurs fois en fonction de la surface de mesure disponible. Les résultats seront ainsi présentés dans la suite avec une composition moyenne de la zone mesurée et l'écart type de mesure associée.

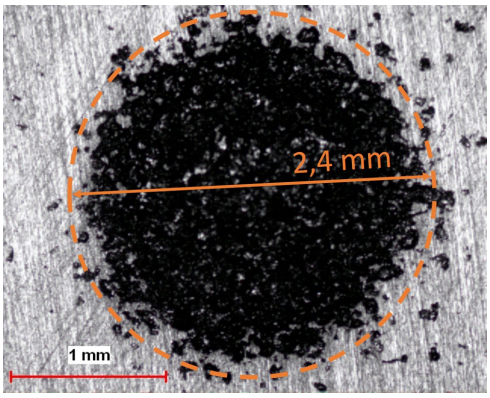
2.4.2 Analyses micrographiques

2.4.2.1 Préparation des échantillons

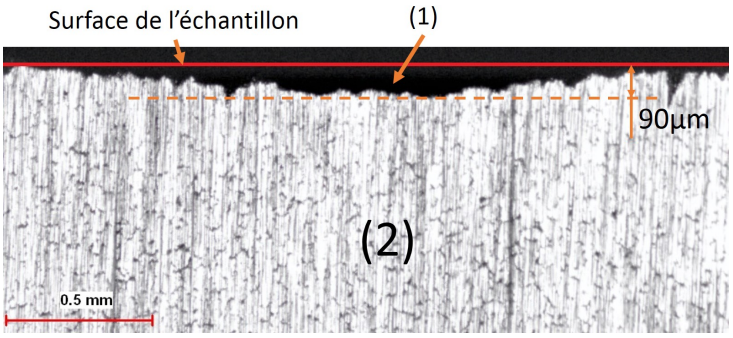
Afin d'observer la microstructure, les échantillons sont d'abord découpés grâce à une tronçonneuse. Ils sont ensuite polis avec des disques de granulométrie successive 120, 500 et 1200. Un polissage avec des suspensions diamantées de 3µm, 1µm et 0,05µm est ensuite réalisé. Les échantillons polis sont trempés dans un bac à ultrasons pour décoller les impuretés restées en surface. L'échantillon est alors attaqué chimiquement pendant 10 s en déposant l'attaque chimique dont la composition est présentée en table 2.6. L'échantillon est rincé à l'alcool puis séché par souffle d'air chaud. Il est ensuite observé par microscopie optique ou électronique.

2.4.2.2 Microscopie optique

La microstructure est tout d'abord observée avec un microscope optique Olympus BX41M. Les clichés sont réalisés grâce à une caméra puis traités dans le logiciel ImageJ. L'objectif principal de ces micrographies optiques est le comptage de la taille des grains selon la norme ASTM E112-96 [9]. Pour



(a) Vue de face de la zone mesurée



(b) Vue en coupe de la zone mesurée : (1) Zone vaporisée , (2) intérieur de l'échantillon

FIGURE 2.14 – Zone mesurée par spectrometrie

Éléments	% Volumique
HNO_3	17
CH_3COOH	13
Éthanol	53
Eau	17

TABLEAU 2.6 – Solution d'attaque chimique utilisée

cela, au minimum 5 lignes interceptant plus de 50 joints de grains sont tracées sur chaque cliché. Il est compté pour chaque ligne le nombre d'intersections et la longueur de la ligne. Une fois les n lignes remplies, la moyenne $\overline{X}$ et l'écart type σ des n mesures sont calculés. L'intervalle de confiance à 95% IC95 est donné selon la formule :

$$IC95 = \frac{t.\sigma}{\sqrt{n}} \tag{2.1}$$

La valeur de t en fonction du nombre de lignes n est donnée par la norme. Ce coefficient correspond aux valeurs des tables de la loi de Student. La valeur du pourcentage relatif de confiance IC% correspondant à cette mesure est obtenue en divisant l'intervalle de confiance IC95 par la moyenne $\overline{X}$. La règle générale proposée par la norme indique qu'une valeur de IC% inférieure à 10% est acceptable. La taille de grain observée est alors donnée par $\overline{X} \pm \sigma$. Si IC% est supérieur à 10%, une ligne supplémentaire doit être tracée et le calcul réalisé une autre fois.

2.4.2.3 Microscopie électronique

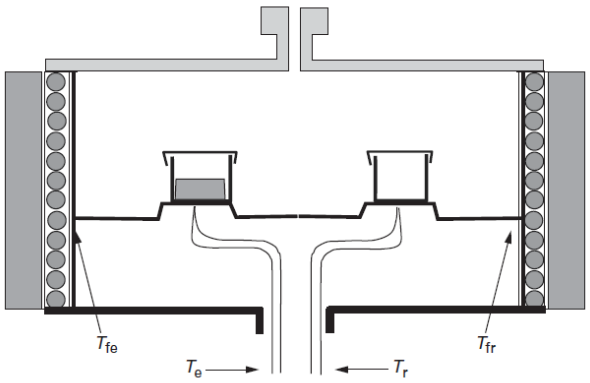
L'observation à fort grossissement des surfaces est cependant limitée par la résolution spatiale des faisceaux optiques. De plus, cette observation visuelle ne permet pas de déterminer la composi-

tion locale. Afin de caractériser plus finement la microstructure du RZ5, des caractérisations au microscope électronique à balayage (MEB) ont été réalisées. Un microscope JEOL 7001F avec le logiciel INKA d'Oxford Instruments ont été utilisés pour l'imagerie et la réalisation de mesures de composition chimique qualitatives par analyse dispersive en énergie – ou *Energy Dispersive X-ray Spectrometry*– (EDS). Les paramètres spécifiques utilisés seront directement présentés pour chaque échantillon analysé.

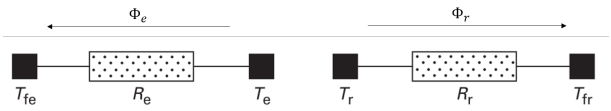
2.4.3 Analyse calorimétrique différentielle à balayage

2.4.3.1 Principe de mesure

L'évolution de la fraction solide en fonction de la température d'un alliage peut être mesurée grâce à un appareillage de mesure de calorimétrie différentielle à balayage – ou *Differential Scanning Calorimetry*– (DSC). Le principe de la DSC est de mesurer une différence d'énergie absorbée par une référence et un échantillon soumis aux mêmes régimes de chauffe et de refroidissement dans un four. Deux technologies principales existent. La première est celle du DSC à compensation de puissance : chaque creuset est placé dans une enceinte séparée, chacune chauffée par une résistance électrique. En ajustant la puissance électrique de chaque enceinte, la régulation assure l'égalité entre la température de consigne et la température moyenne des cavités. Le flux thermique est ainsi directement obtenu à partir des puissances électriques [10]. Dans le cas du DSC à flux de chaleur (utilisé dans le cadre de ce travail), deux échantillons sont placés dans la même enceinte pilotée en température (Figure 2.15a). La mesure effectuée est la mesure de quatre températures : T_e , T_{fe} , T_r , T_{fr} les températures respectives échantillon, paroi four côté échantillon, référence, paroi four côté référence. La donnée utile est le flux thermique échangé avec l'échantillon $\Delta\Phi$. Une modélisation doit ainsi être réalisée par l'appareillage pour remonter à ce flux. Un modèle simplifié est proposé en figure 2.15b. On considère une résistance thermique entre paroi du four et référence (R_r) ainsi qu'une résistance entre paroi et échantillon mesuré (R_e). Le bilan thermique proposé dans l'équation 2.2 permet de remonter au flux thermique $\Delta\Phi$ entrant en jeu dans les transformations de l'échantillon .



(a) Schéma de principe



(b) Modèle simplifié des flux thermiques

FIGURE 2.15 – Principes du DSC à flux de chaleur [10]

$$\Delta\Phi = \Phi_e - \Phi_r = \frac{T_{fe} - T_e}{R_e} - \frac{T_{fr} - T_r}{R_r} \tag{2.2}$$

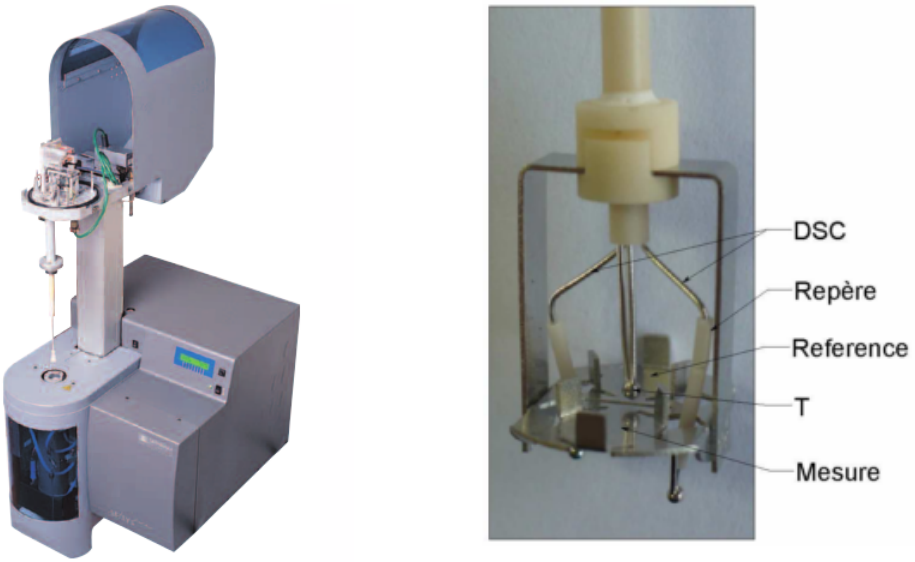
Ce modèle simple ne prend pas en compte de nombreux facteurs thermiques (capacité thermique du creuset, résistance échantillon/creuset ...). Des modèles plus précis existent pour chaque machine. Le point clé pour la précision de la mesure est ainsi la calibration de leurs constantes. Cette calibration s'effectue en plusieurs étapes. Dans un premier temps, l'appareil doit être calibré à vide pour s'assurer de sa symétrie géométrique. Cette géométrie sera assurée par une différence de flux $\Delta\Phi \simeq 0$. Ensuite, il faut calibrer l'appareil en température et en flux de chaleur à partir d'échantillons de référence dont les températures et les enthalpies de fusion sont connues. La table 2.7 présente les métaux standards de calibration pour les températures correspondant aux alliages légers. Il peut également être nécessaire de réaliser des essais "à blanc" afin de supprimer des effets indésirables (déformation du creuset, changement de géométrie de l'échantillon due au passage solide-liquide, humidité ...). Par ailleurs, toutes ces calibrations doivent s'effectuer avec des cycles de températures identiques et des masses semblables entre calibration et mesure. En effet, ces deux facteurs sont les principales causes d'erreurs de mesure. Pour éviter l'oxydation un gaz de balayage est présent. Son débit doit ainsi également être constant [10]. Différentes méthodes de calibration existent permettant d'améliorer, soit la précision, soit la rapidité de mesure [10–13].

Matériaux	Indium	Étain	Plomb	Zinc	Aluminium	Argent
Température de fusion (°C)	156.60	231.95	327.47	419.53	660.33	961.93
Chaleur latente de fusion (J/g)	28.62	60.22	23.08	108.06	399.87	104.73

TABLEAU 2.7 – Matériaux de calibration DSC [10]

2.4.3.2 Appareillage et méthode

L'appareil SETARAM SETSYS Evolution ATG 16/18 (Figure 2.16a) utilisé est un système de mesure mixte de thermogravimétrie et DSC à flux de chaleur. Sa température de service est de 20 à 1600°C avec une précision de mesure de masse de 0,03 µg. La figure 2.16b présente la canne où sont positionnés les creusets en aluminine (non visibles sur la figure) contenant les thermocouples de mesure.



(a) Système de mesure (b) Aperçu de la canne DSC (sans creuset)

FIGURE 2.16 – Système DSC SESTYS Evo ATG 16/18 [14]

Après deux mises sous vide dans l'enceinte (0,18mbar), les analyses sont réalisées sous balayage

d'azote avec un débit de 50 mL/min. Le cycle de chauffe et de refroidissement en température est réalisé à 5˚C par minute. Un flux d'azote pour protéger de l'oxydation après une mise sous vide évacuant l'air est présent dans la chambre. La calibration a été réalisée entre 20˚C à 970˚C. Les échantillons présentés en table 2.7 ont été utilisés. Ils possèdent une pureté supérieure à 99,99 % avec une masse d'environ 25 mg. Chaque échantillon de calibration a été cyclé deux fois avant d'être utilisé comme étalon. Les mesures ont ensuite été réalisées en gardant les mêmes conditions expérimentales avec un cyclage identique des échantillons.

2.5 Outils de simulation numérique

2.5.1 Simulation des écoulements : Fluent

Les particularités du procédé LPC ont été détaillées dans la section 1.3. Il a été montré l'importance de la détermination du lien entre rampe de pression et vitesse de remplissage pour limiter les défauts de remplissage. Néanmoins, ce lien est difficile à définir analytiquement de part la complexité des phénomènes couplés entrant en jeu : écoulement instationnaire, interactions entre gaz et métal, échanges thermiques et phénomènes de solidification. Pour limiter les essais à l'échelle industrielle et identifier les facteurs clés, la simulation numérique est utilisée. Néanmoins, des hypothèses simplificatrices ont été prises. On suppose que le remplissage est réalisé au dessus de la température de liquidus de l'alliage à une température constante. Seuls les écoulements sont pris en compte, les échanges thermiques et les phénomènes de solidification sont négligés. L'alliage et le gaz sont considérés comme des fluides newtoniens incompressibles avec une masse volumique ρ, une viscosité μ et une tension de surface γ constantes.

Afin de déterminer le régime d'écoulement dans le système basse-pression, le nombre de Reynolds doit être estimé. Pour cela, la rampe $\dot{P_f}$ de pression dans le four est reliée au nombre de Reynolds R_e en associant les équations 1.2 et 1.4 présentées au paragraphe 1.3 :

$$\dot{P_f} = \frac{R_e g \mu}{d_c} \tag{2.3}$$

Il est ainsi possible de calculer une rampe limite en définissant la transition du régime laminaire à turbulent à R_e = 2000. Pour le système étudié, on calcule cette rampe limite au niveau du tube de dimension caractéristique d_c=70 mm. On obtient une rampe critique de 3,2 mbars/s dans le cas de l'aluminium [2] et une rampe critique de 2,7 mbar/s pour le magnésium [3]. Dans l'intervalle des rampes admissibles par le four basse-pression (1-30 mbar/s), des écoulements turbulents dans le tube seront donc rencontrés.

Les équations générales de la mécanique des fluides consistent à résoudre dans un référentiel non accéléré la conservation de la masse, la conservation de quantité de mouvement et la conservation de l'énergie [17, 18] :

$$\begin{cases} \frac{\partial(\rho\vec{v})}{\partial t} + \nabla(\rho\vec{v}) = S_\varphi \\ \frac{\partial\rho\vec{v}}{\partial t} + \nabla\left(\rho\mathbf{v}\otimes\vec{v}\right) = -\nabla P + \nabla.\bar{\bar{\tau}} + \rho\vec{g} + \vec{F_e} \\ \frac{\partial(\rho H)}{\partial t} + \nabla(\rho H\vec{v}) = \lambda\Delta T + \frac{\partial P}{\partial t} + \vec{v}\nabla P + \nabla\tau \end{cases} \tag{2.4}$$

où $\vec{v}$, P, $\vec{F_e}$,S_φ désignent respectivement, le vecteur vitesse, la pression du fluide, les forces extérieures et un terme source. $\bar{\bar{\tau}}$ est le tenseur des contraintes visqueuses obtenu à partir de la viscosité dynamique μ et la vitesse $\vec{v}$ par
:

2. $\mu = 0{,}00113\ kg.m^{-1}.s^{-1}$ [15]
3. $\mu = 0{,}00097\ kg.m^{-1}.s^{-1}$ [16]

$$\bar{\bar{\tau}} = \mu\left[\nabla\vec{v}^{\,t} + \nabla\vec{v}\right] - 2/3\mu(\nabla\vec{v})\bar{\bar{I}} \tag{2.5}$$

Ces équations ne sont pas linéaires et leur résolution est la principale problématique des codes de calculs. La difficulté réside également dans le fait que ces phénomènes de turbulence se développent dans une grande gamme d'échelles. Pour les résoudre, différentes méthodes existent [17, 19] :

- la simulation numérique directe consiste à résoudre tous les phénomènes sans modèle de turbulence et nécessite une puissance de calcul importante ;
- la simulation des grandes échelles ou large-eddy simulation (LES) nécessite de choisir une échelle de coupure ; au dessus de cette échelle la turbulence est calculée et en deçà elle est modélisée par une moyenne spatiale ;
- les modélisations RANS (Reynolds Averaged Navier-Stokes) sont les plus économes en ressources ; elles consistent à moyenner temporellement les équations de Navier-Stockes en modélisant entièrement la turbulence.

L'objectif de ce travail n'étant pas le développement d'une simulation détaillée de la turbulence du fluide en LPC, c'est la méthode $\kappa-\epsilon$ de la famille RANS qui a été choisie pour une première approche. Cette méthode est la plus utilisée pour la simulation de cas industriels, les valeurs de calage du modèle sont disponibles dans la littérature et les puissances de calculs nécessaires ne sont pas élevées. De plus, des simulations du procédé de fonderie basse-pression avec ce modèle ont permis d'obtenir des résultats qualitativement cohérents avec l'expérience dans la littérature [20, 21]. Dans le modèle $\kappa-\epsilon$, les composantes des vitesses u_i et la pression p sont décomposées en une grandeur moyenne et une grandeur fluctuante :

$$\begin{cases} u_i = \overline{U_i} + u_i' \\ p = \overline{P} + p' \end{cases} \tag{2.6}$$

La turbulence y est modélisée via l'introduction de la viscosité turbulente μ_t, reliée à l'énergie cinétique turbulente κ et au taux de dissipation de la turbulence ϵ selon :

$$\mu_t = C_\mu \rho \frac{\kappa^2}{\epsilon} \tag{2.7}$$

Dans le cas d'un écoulement incompressible, il est donc nécessaire de résoudre les équations moyennées de continuité, de conservation du moment et de l'énergie [17] :

$$\begin{cases} \dfrac{\partial \bar{U}_i}{\partial x_i} = 0 \\ \dfrac{\partial \bar{U}_i}{\partial t} + \bar{U}_j \dfrac{\partial \bar{U}_i}{\partial x_j} = -\frac{1}{\rho}\dfrac{\partial P^*}{\partial x_j} + \dfrac{\partial}{\partial x_j}\left[(\nu + \nu_t)\dfrac{\partial \bar{U}_i}{\partial x_j}\right] \\ \dfrac{\partial \rho\bar{h}}{\partial t} + \bar{U}_j \dfrac{\partial \rho\bar{h}}{\partial x_j} = \dfrac{\partial}{\partial x_j}\left[\left(\frac{\mu}{\sigma} + \frac{\mu_t}{\sigma_t}\right)\dfrac{\partial \bar{h}}{\partial x_j}\right] + \dfrac{\partial \bar{P}}{\partial t} + \bar{U}_j \dfrac{\partial \bar{P}}{\partial x_j} + \bar{\phi}] + \rho\epsilon \end{cases} \tag{2.8}$$

De plus, la détermination de l'énergie cinétique turbulente κ et du taux de dissipation de la turbulence ϵ sont réalisées par deux équations de transport supplémentaires [17] :

$$\begin{cases} \dfrac{\partial \rho\bar{\kappa}}{\partial t} + \bar{U}_i \dfrac{\partial \rho\bar{\kappa}}{\partial x_i} = \dfrac{\partial}{\partial x_j}\left[\left(\mu + \frac{\mu_t}{C_\kappa}\right)\dfrac{\partial \bar{\kappa}}{\partial x_j}\right] + P_k + \rho\epsilon \\ \dfrac{\partial \rho\epsilon}{\partial t} + \bar{U}_i \dfrac{\partial \rho\epsilon}{\partial x_i} = \dfrac{\partial}{\partial x_j}\left[\left(\mu + \frac{\mu_t}{C_\epsilon}\right)\dfrac{\partial \bar{\epsilon}}{\partial x_j}\right] + \frac{\epsilon}{\bar{\kappa}}\left(C_{\epsilon 1}P_\kappa - C_{\epsilon 2}\rho\epsilon\right) \end{cases} \tag{2.9}$$

Avec $\bar{h}$ l'enthalpie moyenne, $P_\kappa = -\rho\overline{u_i' u_i'}\dfrac{\partial \bar{U}_i}{\partial x_j}$ la production de l'énergie cinétique turbulente par l'écoulement moyen, $P^* = \bar{P} + 2\rho\bar{\kappa}/3$ la pression modifiée et $\sigma = \mu C_p/\lambda$ le nombre de Prandtl. Ce modèle nécessite le calage des 5 constantes présentées dans le tableau 2.8 : ces valeurs sont disponibles dans la littérature [17] et proposées par défaut dans Fluent [18].

En plus de la modélisation de l'écoulement turbulent, il est nécessaire de modéliser l'écoulement biphasique. La méthode utilisée est le suivi d'interface Volume Of Fluid (VOF). Le modèle VOF est

C_μ	0.09
$C_{\epsilon 1}$	1.44
$C_{\epsilon 2}$	1.92
C_κ	1.0
C_ϵ	1.3

TABLEAU 2.8 – Constantes du modèle $\kappa - \epsilon$ utilisées

une technique de suivi de surface libre projetée sur un maillage fixe eulérien. La méthode est basée sur le concept d'une fraction volumique de phase dans un volume de contrôle. La fraction volumique de la phase évolue de 1 avant la surface libre dans le liquide pour passer à zéro dans le gaz après l'interface. Ainsi, à partir d'une fraction volumique χ_i de chaque phase i , il faut calculer les propriétés du mélange dans les volumes de contrôle à l'interface. Par exemple, la masse volumique du mélange est obtenue à partir de la fraction volumique de la première phase [18] :

$$\rho = \chi_1 \rho_1 + (1 - \chi_1)\rho_2 \tag{2.10}$$

Les autres propriétés (comme la viscosité) sont calculées de la même manière. Grâce au calcul des ces propriétés, l'équation du moment est résolue pour tout le domaine et le champ des vitesses $\vec{u}$ déduit est partagé par les phases. En outre, la tension de surface entre les deux phases peut être prise en compte sous forme d'un terme source dans l'équation du moment. Dans notre cas, il n'y a pas d'échange de matière entre les deux phases. Le suivi de l'interface est réalisé à partir des équations de continuité sur une des deux phases et de conservation de la fraction volumique en résolvant le système [18] :

$$\begin{cases} \frac{\partial}{\partial t}\left(\chi_1 \rho_1\right) + \nabla\left(\chi_1 \rho_1 \vec{u}\right) = 0 \\ \chi_2 = 1 - \chi_1 \end{cases} \tag{2.11}$$

Ces modèles ont été utilisés dans le logiciel ANSYS Fluent pour simuler les écoulements. Il est inclus dans l'environnement ANSYS Workbench qui permet l'import ou la réalisation de géométries (2D ou 3D), la réalisation du maillage, la mise en données et le lancement du calcul ainsi que la visualisation des résultats via CFD-Post. La version 16.1 a été utilisée au cours de ce travail. La résolution par volumes finis de ces équations à été calculée avec l'algorithme de résolution SIMPLE (Semi-Implicit Method for Pressure Linked Equation) basé sur la pression. Les détails de ces schémas numériques et de ces modèles sont disponibles dans le manuel d'utilisation de Fluent [18] ainsi que dans des ouvrages dédiés à la turbulence [17, 19].

2.5.2 Simulation de la coulabilité : Procast

Afin de prédire l'apparition des défauts lors du remplissage, le logiciel Procast 2015 (v10.7) fourni par la société ESI a été utilisé. Il permet la prédiction des principaux défauts de fonderie comme la malvenue, les retassures ou la porosités gazeuses avec un code éléments finis. Toutefois, les modèles propriétaires ne sont pas clairement explicités dans la documentation [22]. Dans ce travail, seule la malvenue a été étudiée. L'état de l'art présenté au paragraphe 1.3.4 a montré que la malvenue a été peu étudiée en basse-pression. Les études existantes nécessitent des paramètres de calage, comme la fraction solide de blocage, non connus pour le RZ5. La simulation numérique peut donc être tout a fait adaptée pour la déterminer en la comparant à des résultats expérimentaux. Ce phénomène complexe couple des phénomènes d'écoulements instationnaires, d'écoulements dans la zone pâteuse, d'échanges thermiques, de germination et de croissance des grains. Des simplifications ont donc été faites :

- seuls les écoulements et les échanges thermiques sont considérés ;
- le chemin de solidification de l'alliage est imposé et l'alliage est décrit par l'évolution de son enthalpie fonction de la température ;

- l'alliage est considéré comme un fluide jusqu'à la fraction solide de blocage puis comme en solide fixe au delà ;
- le moule est considéré comme un solide isotrope ;
- les échanges à l'interface entre le métal et le moule sont modélisés par une résistance thermique ;
- les propriétés physiques comme la masse volumique, la conductivité ou la viscosité sont uniquement fonction de la température.

Avec ces hypothèses, la modélisation de l'alliage au dessous de la fraction solide de blocage utilise les équations classiques de la mécanique des fluides (équations 2.4) où les propriétés physiques sont fonction de la température. Au dessus de la fraction solide de blocage fs_b, l'alliage est modélisé comme un solide non mobile tout comme le moule. Dans ce cas, seul les effets thermiques sont calculés grâce à l'équation de la chaleur en enthalpie avec S(T) un terme source [22–24] selon :

$$\frac{\partial(\rho H)}{\partial t} = \lambda \Delta T + S(T) \tag{2.12}$$

Le densité de flux thermique ϕ entre l'alliage à une température T et la paroi du moule à une température T_m est calculée avec un coefficient d'échange K fonction de la température [22] :

$$\phi = K(T - T_m) \tag{2.13}$$

Le calcul de ce cas d'étude a été réalisée avec la résolution des écoulements en laminaire et le modèle VOF pour la modélisation de la surface libre. Le pas temps adaptatif utilisé est géré par le logiciel. Les autres paramètres numériques utilisés sont ceux proposés par défaut dans le logiciel pour la coulée LPC.

2.5.3 Simulation thermodynamique

2.5.3.1 Principe

Pour déterminer numériquement les propriétés de l'alliage de RZ5, le logiciel Thermo-Calc®a été utilisé. Il utilise une méthode de calcul de diagramme de phases (CALPHAD). La première étape nécessaire pour le calcul est l'acquisition des bases de données matériaux et des modèles physiques associés. Dans le cas du magnésium, la base de données utilisée est la base TTMG5 fournie par ThermoTech. Elle permet de prendre en compte les principaux éléments présents dans le RZ5 (Mg, Zr, Zn, Ce, La, Nd) [25]. A partir des équations d'état, des propriétés physiques de chaque phase et de modèles thermodynamiques, le logiciel calcule les énergies libres de Gibbs du système. Grâce à la minimisation de cette fonction pour différents paramètres (température, pression, composition...) les diagrammes d'équilibre sont extraits [26–28]. A partir de ces diagrammes, le logiciel peut extraire les propriétés physiques associées. Bien que les possibilités du logiciel soient nombreuses, seul le calcul du chemin de solidification et de l'enthalpie ont étés étudiés dans ce travail.

2.5.3.2 Calcul de la fraction solide et de l'enthalpie fonction de la température

Deux modèles sont proposés pour calculer l'évolution de la fraction solide fs avec la température de l'alliage de RZ5 : bras de levier et Scheil. Dans le modèle de bras de levier, la diffusion est supposée complète dans le solide et le liquide. Ce modèle s'applique donc bien pour des refroidissements lents. Dans le cas où la diffusion dans le solide est supposée nulle et totale dans le liquide le modèle de Scheil s'applique. L'équilibre thermodynamique est toujours supposé au niveau de l'interface solide/liquide [26, 28, 29].

L'enthalpie en fonction de la température est ensuite calculée avec une loi des mélanges correspondant aux phases stables à ces concentrations. En considérant H_i l'enthalpie massique et f_i la

fraction massique de la phase i , H_l l'enthalpie massique et f_l la fraction massique de la phase liquide, le calcul de l'enthalpie H massique de l'alliage en fonction de la température est donné par [26] :

$$H(T) = f_l H_l(T) + \sum_i (f_i) H_i(T) \tag{2.14}$$

2.6 Conclusion

Ce chapitre regroupe l'ensemble des moyens de fabrication, de caractérisation et de simulation mis en œuvre dans ce travail. Cet environnement d'étude à l'échelle industrielle permet de reproduire les contraintes, les variabilités et les configurations de coulée de pièces réelles. La méthodologie de conception et d'impression 3D des moules en sable permet de tester différentes géométries de moules avec une répétabilité de leurs propriétés. Ensuite, ces moules peuvent être coulés avec des rampes de remplissage variables grâce au four basse-pression. Leur instrumentation lors de la coulée permet d'obtenir une caractérisation directe du remplissage. La mesure de la composition, l'analyse de la microsctructure et la détermination du chemin de solidification, obtenus post-coulée, permettent de caractériser la présence de défaut dans les pièces coulées. De plus, les moyens de simulation numérique utilisés complètent les observations expérimentales afin de mieux identifier les phénomènes physiques mis en jeu.

Grâce à cette approche couplant la coulée instrumentée à l'échelle industrielle, la caractérisation des propriétés des pièces coulées et la simulation numérique du procédé, il est à présent possible d'étudier l'effet des méthodes de préparation et de coulée du RZ5 en basse-pression. Ces études doivent définir des règles de paramétrage adaptées limitant les défauts dans les pièces et donc la réduction du nombre d'itérations à l'échelle industrielle.

A partir des équipements présentés dans ce chapitre, il est étudié dans le chapitre suivant la pertinence de l'utilisation des règles métiers actuelles de préparation du RZ5 avec le procédé basse-pression.

2.7 Références

[1] L. Hsueh-Shang, J. Yaokawa, and K. Anzai, "Effect of Die-Surface Treatment on Magnesium Alloys Fluidity," *MATERIALS TRANSACTIONS*, vol. 47, no. 3, pp. 883–888, 2006. 38

[2] S. S. Bobby, "A Preliminary Investigation of Gypsum Bonded Moulds By Three Dimensional Printing," *IJRET : International Journal of Research in Engineering and Technology*, vol. 03, no. 06, pp. 501–507, 2014. 38

[3] K. Nyembwe, D. de Beer, J. van der Walt, and S. Bhero, "Assessment of Surface Finish and Dimensional Accuracy of Tools," *South African Journal of Industrial Engineering*, vol. 23, no. November, pp. 130–143, 2012. 38

[4] G. Lagrené, "Fonderie et moulage des alliages de magnésium," *Techniques de l'Ingenieur*, 2000. 38

[5] J. Campbell, *Castings*. Elsevier Science, 2003. 38

[6] E. F. Emley, *Principles of Magnesium Technology*. Elsevier Science & Technology, 1966. 41

[7] H. E. Friedrich and B. L. Mordike, *Magnesium Technology : Metallurgy, Design Data, Applications*. Springer Berlin Heidelberg, 2006. 41, 45

[8] R. MEILLAND, "Spectrométrie d'émission optique à source étincelle (partie 1)," *Techniques de l'Ingenieur*, 2005. 44

[9] ASTM, "ASTM E 112-96(2004) Standard Test Methods for Determining Average Grain Size." 2004. 45

[10] J. Grenet and B. Legendre, "Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)," *Techniques de l'Ingenieur*, 2010. 47, 48

[11] A. Shimkin, "Optimization of DSC calibration procedure," *Thermochimica Acta*, vol. 566, pp. 71–76, 2013.

[12] E. Gmelin and S. M. Sarge, "Calibration of differential scanning calorimeters," *Pure and Applied Chemistry*, vol. 67, no. 11, pp. 1789–1800, 1995.

[13] C. I. Braga, M. C. Rezende, and M. L. Costa, "Methodology for DSC calibration in high heating rates," *Journal of Aerospace Technology and Management*, vol. 3, no. 2, pp. 179–192, 2011. 48

[14] SETARAM, "SETSYS Evolution State of Art," 2010. 48

[15] N. Kund and P. Dutta, "Numerical study of influence of oblique plate length and cooling rate on solidification and macrosegregation of A356 aluminum alloy melt with experimental comparison," *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, vol. 51, pp. 159–170, jun 2015. 49

[16] M. Qian, L. Zheng, D. Graham, M. Frost, and D. StJohn, "Settling of undissolved zirconium particles in pure magnesium melts," *Journal of Light Metals*, vol. 1, no. 3, pp. 157–165, 2001. 49

[17] C. Bailly and G. Comte-Bellot, *Turbulence*. Experimental Fluid Mechanics, Springer International Publishing, 2015. 49, 50, 51

[18] ANSYS Inc., "Ansys Fluent Theory Guide," 2013. 49, 50, 51

[19] M. Lesieur, *Turbulence in Fluids*, vol. 84 of *Fluid Mechanics and its Applications*. Dordrecht : Springer Netherlands, 2008. 50, 51

[20] J. Duan, D. Maijer, S. Cockcroft, and C. Reilly, "Development of a 3D Filling Model of Low-Pressure Die-Cast Aluminum Alloy Wheels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, pp. 5304–5315, dec 2013. 50

[21] H. Puga, J. Barbosa, T. Azevedo, S. Ribeiro, and J. Alves, "Low pressure sand casting of ultrasonically degassed Al7SiMg alloy : Modelling and experimental validation of mould filling," *Materials & Design*, vol. 94, pp. 384–391, 2016. 50

[22] ESI, "ProCAST 2016.0 User's Guide," 2016. 51, 52

[23] A. M. Bianchi, Y. Fautrelle, and J. Etay, *Transferts thermiques*. Collection de l'Agence universitaire de la Francophonie, Presses polytechniques et universitaires romandes, 2004.

[24] J. P. Barrand and J. F. Sacadura, *Initiation aux transferts thermiques*. Technique et Documentation, 1993. 52

[25] Thermo-Calc, "TTMG5 database," 2017. 52

[26] EPFL, ESI, Calcom, C. Beckermann, W. Boettinger, H. Combeau, J. Dantzig, M. M. Krane, A. Ludwig, and M. Rappaz, "Solidification Course 2016," 2016. 52, 53

[27] Thermo-Calc, "Thermo-Calc Software," 2017.

[28] J. A. Dantzig and M. Rappaz, *Solidification*. Engineering sciences, EPFL Press, 2009. 52

[29] G. Dour, *Fonderie : alliages, procédés, propriétés d'usage, défauts*. Aide-mémoire de l'ingénieur, Dunod, 2009. 52

Chapitre 3

Méthodes de préparation du RZ5 en basse-pression

Sommaire

3.1 Introduction . . . 58
3.2 Développement d'une méthode de caractérisation des propriétés de l'alliage de RZ5 en profondeur dans le creuset . . . 58
3.2.1 Méthode expérimentale . . . 58
3.2.2 Cas étudié . . . 59
3.3 Évolution des propriétés de l'alliage en fonction du temps et de la profondeur . . . 60
3.3.1 Conditions de refroidissement des échantillons . . . 60
3.3.2 Caractérisation de la composition . . . 60
3.3.3 Caractérisation de la microstructure . . . 61
3.3.4 Caractérisation du chemin de solidification . . . 65
3.4 Détermination du lien entre recette et composition résultante . . . 70
3.4.1 Phénomènes à l'origine du gradient de composition . . . 70
3.4.2 Définition de la masse des particules de Zr dans le Zirmax . . . 71
3.4.3 Développement d'un modèle liant recette et composition résultante . . . 73
3.4.4 Application du modèle au cas d'étude . . . 74
3.5 Simulation des transferts de matière entre le bain et la pièce en basse-pression . . . 76
3.5.1 Géométrie considérée . . . 76
3.5.2 Simulation du remplissage . . . 76
3.5.3 Simulation du vidage . . . 77
3.6 Conclusion . . . 80
3.7 Références . . . 81

3.1 Introduction

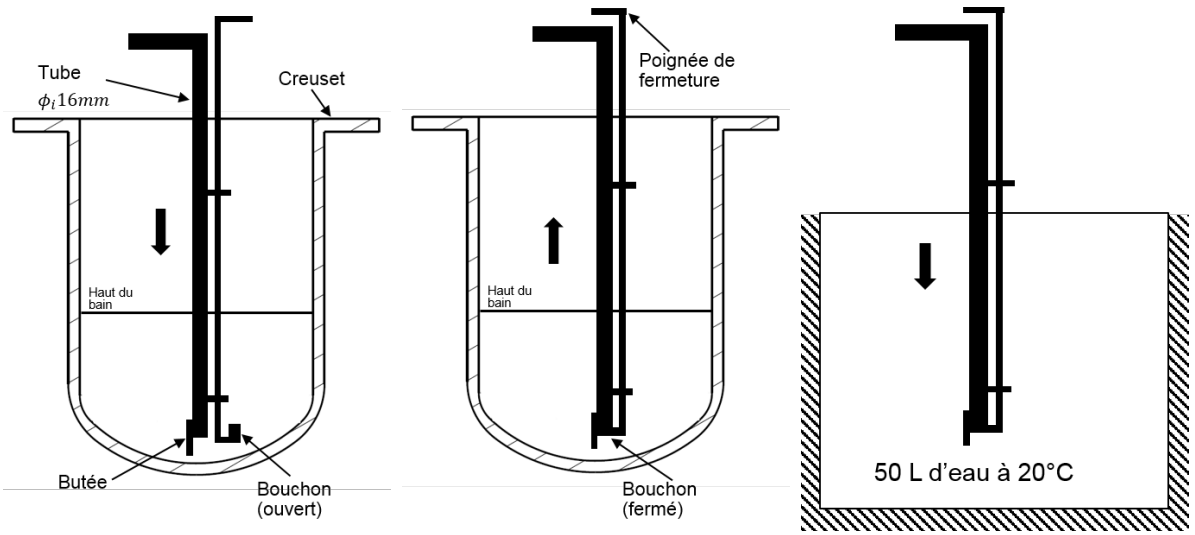
L'étude des règles de préparation des alliages de type Mg-Zr faite à la section 1.4.3 a montré que les règles métiers actuelles consistent à saturer l'alliage en zirconium pour obtenir une taille de grain adaptée. Toutefois, toutes ces études ont été réalisées en prélevant des échantillons dans le haut du creuset dans le cadre de la coulée par gravité. Or, en basse-pression, le métal est prélevé dans le bas du creuset. La qualité du métal et sa zone de prélèvement dans le creuset sont ainsi aujourd'hui inconnues. En outre, les transferts de métal du creuset vers la pièce lors du remplissage puis de la pièce vers le creuset lors du vidage n'ont pas été étudiés.

L'objectif de ce chapitre est donc de définir dans quelle mesure les règles de préparation actuelles de l'alliage de RZ5 sont adaptées à la basse-pression. Pour cela, une méthode de caractérisation des propriétés de l'alliage en profondeur dans le creuset est proposée pour prélever des échantillons dans un bain industriel. Les résultats expérimentaux d'évolution de la composition, de la microscroture et du chemin de solidification sont analysés. Ensuite, un modèle est proposé pour corréler la recette à la composition résultante dans le bain. Les transferts de matière entre le creuset et la pièce coulée sont ensuite simulés pour lier les propriétés de l'alliage dans le creuset à la qualité finale de la pièce coulée.

3.2 Développement d'une méthode de caractérisation des propriétés de l'alliage de RZ5 en profondeur dans le creuset

3.2.1 Méthode expérimentale

La figure 3.1 illustre la méthode de caractérisation développée. La première étape (figure 3.1a) consiste à insérer lentement un tube préchauffé jusqu'au fond du bain d'alliage liquide pour réaliser le carottage. Ce dispositif contient un mécanisme de blocage en bas du tube. L'opérateur verrouille ainsi le bas du tube puis ressort la carotte (figure 3.1b). Pour limiter la ségrégation lors du refroidissement, le tube contenant l'alliage liquide est immédiatement plongé dans un grand volume d'eau à température ambiante (figure 3.1c).



(a) Remplissage de la carotte (b) Verrouillage du bouchon et extraction (c) Trempe de la carotte dans l'eau

FIGURE 3.1 – Schéma de la méthodologie de carottage développée

Le développement de cette méthode consistant à plonger du magnésium liquide dans de l'eau a nécessité plusieurs itérations. Des essais en aluminium, puis en magnésium, avec des faibles volumes

ont été réalisés. Leur objectif était de s'assurer que le volume d'eau était suffisamment important pour réaliser une trempe de l'alliage, tout en empêchant une explosion due à la vaporisation de l'eau et aux réactions chimiques du magnésium. De plus, divers systèmes de retenue du métal, par dépression et par bouchon, ont été étudiés.

Le principe retenu est l'utilisation d'un tube en acier fermé par le bas. Le diamètre intérieur du tube de 16 mm permet de prélever le métal à l'état liquide pendant le remplissage tout en limitant le volume de métal total. La longueur du tube de 1 m est adaptée à la profondeur du creuset à caractériser. Le dispositif de verrouillage est réalisé par un mécanisme rotatif avec une poignée en haut. L'étanchéité du bouchon est obtenue par un contact cone-cone usiné. Une butée de 20 mm de hauteur est ajoutée au bas du tube pour permettre le déplacement du bouchon au fond du creuset. Les 20 mm d'alliage à l'extrême fond du bain ne sont donc pas prélevés.

3.2.2 Cas étudié

Afin de caractériser l'évolution de la qualité du bain avec la recette métier à l'échelle industrielle, la procédure décrite au chapitre 2.3 a été réalisée : 77,3 kg d'alliage de RZ5 avec les additifs ont été positionnés dans le creuset et mis en chauffe. La composition moyenne résultante de l'alliage a été calculée à partir de la composition nominale donnée par le fournisseur. Le tableau 3.1 résume les proportions des lingots utilisés et les concentrations massiques résultantes moyennes dans le creuset.

	Composition moyenne (%m)			
	Zr	Zn	TR	Proportion (%m)
ZE41	0.5	4.0	1.3	93.7
Zirmax®	33.0	-	-	5.9
TR	-	5.0	14	0.5
Alliage	2.4	3.8	1.3	100

TABLEAU 3.1 – Composition nominale des lingots et composition résultante moyenne de l'alliage dans le creuset

La température de prélèvement est de 760 ˚C et la hauteur du bain est de 320 mm. Un premier carottage est réalisé avant le brassage. L'alliage est ensuite brassé manuellement pendant deux minutes, puis des échantillons sont prélevés 17, 22, 30, 40, 50 et 80 minutes après le brassage.

Une fois toutes les carottes refroidies, le cylindre de magnésium obtenu est extrait du tube et sa longueur est mesurée. Le tableau A.1 présenté en annexe résume les longueurs obtenues. Les carottes sont moins longues que la hauteur du bain. Ces différences de hauteurs peuvent s'expliquer par :

- la présence de la butée de 20 mm ;
- le positionnement non parfaitement centré dans le creuset hémisphérique lors du carottage ;
- les fuites éventuelles en bas de la carotte lors de la remontée du tube.

La figure 3.2 montre un des échantillons obtenus et les découpes réalisées. Les carottes sont coupées perpendiculairement à la profondeur tous les 20 mm à partir du bas. Ces échantillons sont ensuite analysés : la moitié des échantillons est réservée pour une mesure de composition et l'autre moitié pour une analyse de microstructure. De plus, un échantillon a été analysé par DSC pour définir le chemin de solidification de l'alliage.

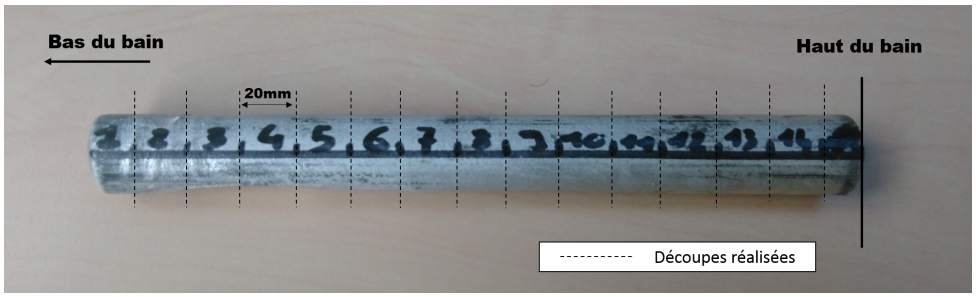


FIGURE 3.2 – Échantillon de carottage obtenu et découpes réalisées

3.3 Évolution des propriétés de l'alliage en fonction du temps et de la profondeur

3.3.1 Conditions de refroidissement des échantillons

Pour s'assurer que le remplissage et la trempe se sont bien déroulés, l'évolution de la température a été mesurée sur une des carottes. La figure 3.3 montre l'évolution de la température mesurée par thermocouple dans le haut d'un des tube. Le tube est initialement préchauffé, la température de l'air à l'intérieur est de 220 °C, puis le tube est plongée dans le métal à $t = 58s$. Le métal à l'intérieur atteint une température proche de 720 °C. Cette température est en dessous de la température du bain (760 °C) à cause de l'échange thermique avec l'acier de la carotte. Elle reste néanmoins bien au dessus du liquidus, ce qui garantit un remplissage totalement liquide. La carotte est ensuite trempée dans l'eau à $t = 77s$. Le refroidissement brutal mesuré entre "A" et "B" est de 154 °C/s. Ce taux de refroidissement permet de supposer une faible ségrégation lors de la solidification.

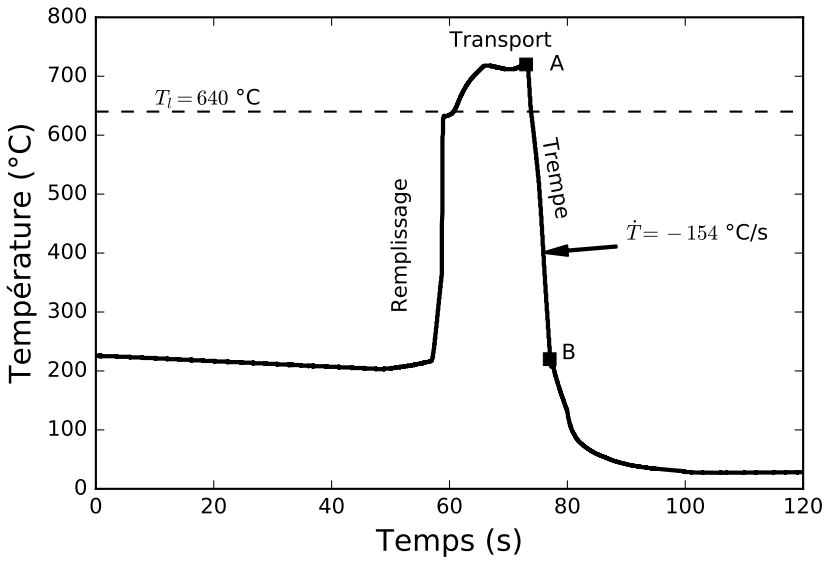


FIGURE 3.3 – Profil de température mesuré sur la carotte prélevée avant brassage

3.3.2 Caractérisation de la composition

La composition chimique a été mesurée par ICP-OES selon la procédure décrite au chapitre 2.4.1 : 5 points de mesure sont réalisés aléatoirement sur la section de l'échantillon pour différentes profondeurs. La figure 3.4 montre l'évolution de la composition en zirconium en fonction de la profondeur pour les différentes carottes. Les points représentent la moyenne de la composition mesurée sur l'échantillon et la barre d'erreur représente l'écart type de mesure. Avant brassage, la composition en

zirconium est homogène autour d'une valeur moyenne de 0,54%m sur une profondeur entre 0 et 200 mm. Cette zone sera appelée zone A. Il est possible de noter de faibles écarts types sur cette zone avant brassage. Cela peut être un indicateur de l'homogénéité de l'alliage. En dessous de 200 mm, appelée zone B, la composition en Zr augmente fortement et dépasse 1%m [1]. Après brassage, les mesures montrent une augmentation de la teneur moyenne en Zr dans la zone A. Cette concentration est globalement constante au cours du temps jusqu'à 80 min à une valeur moyenne entre 0,69%m et 0,72%m. On note ici des écarts types plus importants qu'avant brassage indiquant plus d'hétérogénéités dans l'alliage. Dans la zone B, les concentrations se dispersent et tendent vers des valeurs supérieures à 1 %m comme avant brassage. Les compositions observées dans la zone A sont bien en deçà de la composition nominale moyenne du bain (C_{zrT}=2,4 %m). Même si la mesure dans la zone B n'a pas été possible, on sait que la composition doit être très supérieure à 1 %m pour conserver la quantité de Zr introduite.

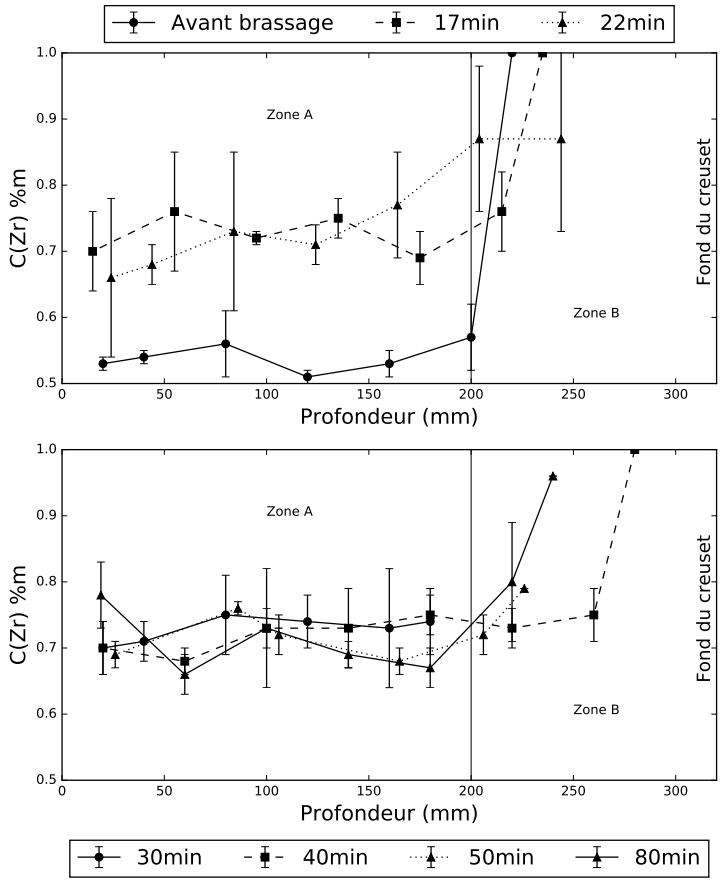


FIGURE 3.4 – Composition en zirconium mesurée dans les carottes en fonction de la profondeur et du temps

Un fort gradient de concentration est donc présent. La tolérance de concentration en Zr admissible pour le RZ5 est comprise entre 0,5 et 1,0%m [1]. Si la zone A est tout le temps dans la tolérance, le fond de la zone B avec une concentration moyenne en Zr supérieure à 1%m n'est pas dans la tolérance et doit être évitée.

3.3.3 Caractérisation de la microstructure

Même si le taux de refroidissement observé n'est pas similaire aux conditions de coulée en moule en sable, la microstructure des carottes a été étudiée pour estimer l'impact de la préparation. Une

1. Limite de mesure du spectromètre

analyse de taille de grain a été réalisée sur la moitié des échantillons prélevés dans les carottes avec la méthode présentée au paragraphe 2.4.2.2. Pour chaque échantillon, deux clichés d'une zone de 1,5 mm^2 au centre et une zone au bord ont été analysés. La figure 3.5 montre la taille de grain mesurée en fonction de la profondeur, au centre des carottes pour les différentes carottes. Pour tous les échantillons de toutes les carottes, la taille de grain moyenne sur le cliché s'étend de 17 μm à 30 μm sans tendance claire avec la profondeur ou le temps. Les mêmes constatations peuvent être faites en regardant l'évolution de la taille de grain au bord des échantillons en fonction de la profondeur présentée sur la figure A.1 en annexe.

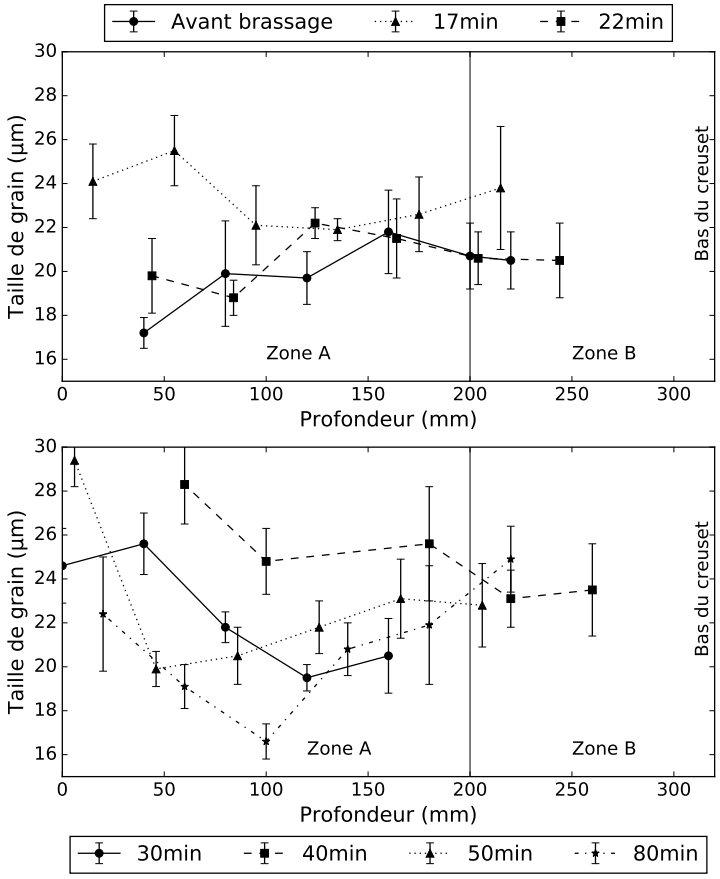


FIGURE 3.5 – Taille de grain moyenne mesurée sur une zone de 1,5 mm^2 au centre des carottes en fonction de la profondeur et du temps

Néanmoins, des variations importantes sont mesurées au sein d'une même carotte. La taille de la microstructure est principalement liée à la composition, au taux de refroidissement, à l'efficacité et au nombre des particules affinantes. Pour tester l'effet de la composition, la taille de grain moyenne mesurée sur une section (au centre et au bord) a été comparée à la composition moyenne en Zr, Zn, Ce, La, Pr, Nd, Ni, Si, Fe . La figure 3.6 montre les variations de la taille de grain mesurée sur la zone au centre des carottes en fonction de la composition mesurée sur la face adjacente. On ne note pas de tendance claire. Ainsi, la composition totale en Zr n'influe pas significativement sur la taille de grain dans ces conditions. De même, aucune corrélation n'a été observée pour les autres éléments.

On remarque cependant sur la figure 3.6 deux zones distinctes correspondants à la carotte avant brassage et aux carottes après brassage pour le cas du Zr. L'analyse sur les autres éléments chimiques n'a pas été menées. Ces variabilités peuvent s'expliquer par une hétérogénéité lié au mélange du bain : des inclusions d'oxydes ou de particules étrangères présentent au fond du creuset et mélangées lors du brassage peuvent potentiellement modifier l'efficacité du raffinement. Le dernier paramètre impactant sur la taille de grain, le taux de refroidissement, n'a pas pu être testé. En effet, le taux de refroidissement n'a été mesuré qu'en un point et sur une seule carotte. L'origine de ces hétérogénéi-

tés locales de taille de grain n'est donc pas clairement identifiée.

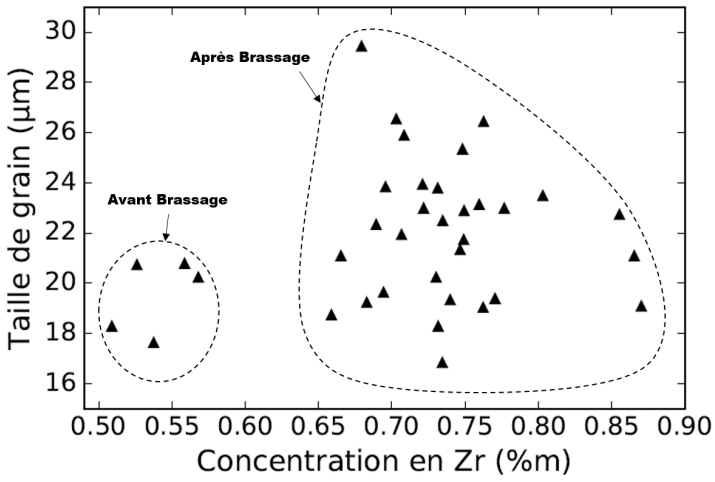


FIGURE 3.6 – Taille de grain moyenne mesurée sur la zone au centre des carottes en fonction de la concentration en Zr mesurée sur la section adjacente

Après avoir étudié la taille moyenne des grains, trois échantillons ont été sélectionnés et analysés au microscope électronique. Ces échantillons correspondent à une profondeur de 220 mm ± 5 mm donc en limite haute de la zone B. Ils permettent de comparer plus finement les microstructures obtenues à cette profondeur avant brassage, 17 min après brassage et 80 minutes après brassage. La figure 3.7 montre la comparaison des microstructures observées au MEB.

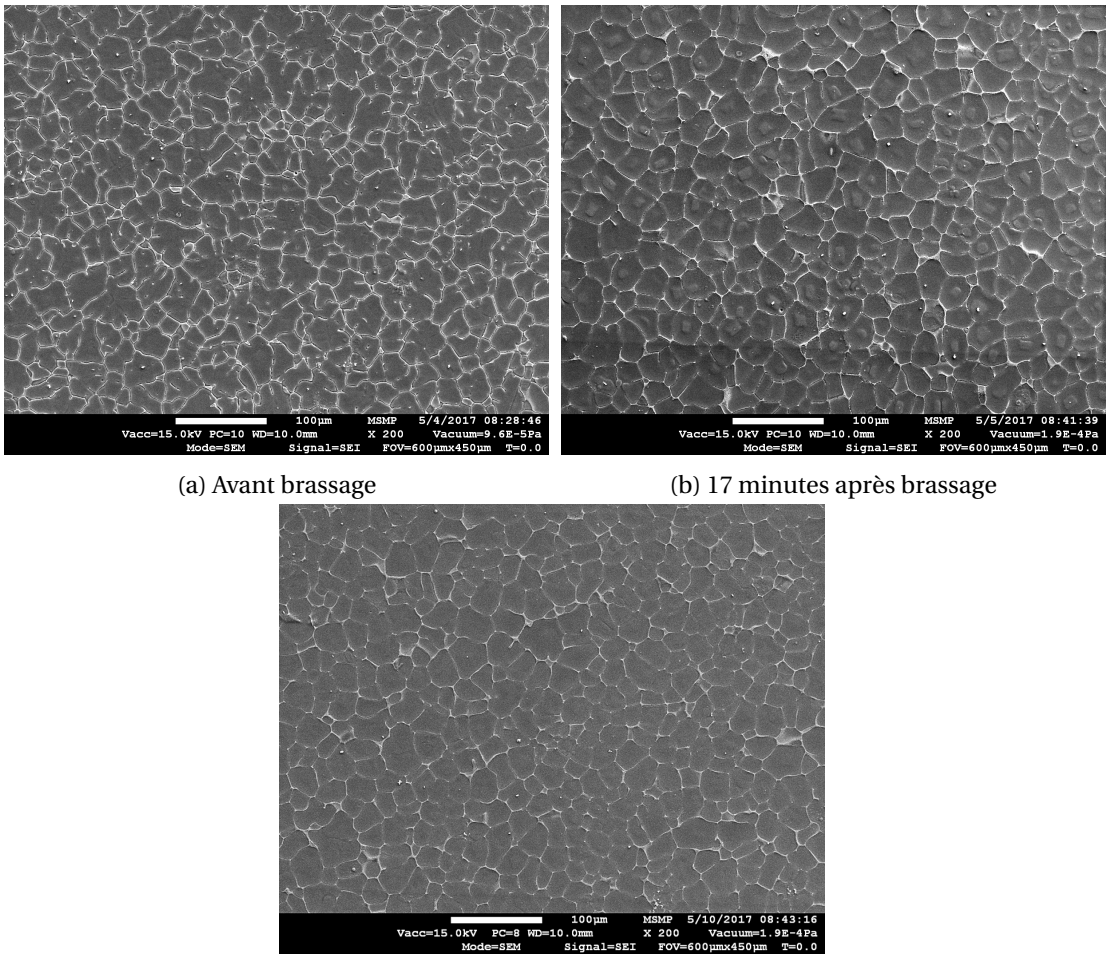
On retrouve visuellement la similarité de taille de grain. Cependant, la forme des grains est différente selon les cas. La figure 3.7a montre la microstructure obtenue avant brassage. On observe des grains équiaxes avec des formes complexes pouvant être proches de dendrites. La figure 3.7b montre la microstructure obtenue 17 minutes après brassage, consistant en des grains globulaires équiaxes avec des cœurs bien visibles au centre des grains. La figure 3.7c correspond à 80 minutes après brassage. On retrouve une structure intermédiaire entre les deux précédentes avec des grains globulaires mais avec des cœurs moins visibles au centre. Pour une même carotte, les micrographies optiques montrent les mêmes types de structure que les observations au microscope électronique quelle que soit la profondeur.

Pour les échantillons avant brassage et 17 minutes après brassage, la répartition qualitative en composition d'un grain a été mesurée par EDS. La figure 3.8 montre les cartes qualitatives de concentration en Mg, Zr, Zn, Ce et La pour ces deux échantillons.

Sur la figure 3.8a, on retrouve en détail la forme complexe d'un grain avant brassage. Ce grain contient en son centre un cœur riche en zirconium entouré par la phase primaire de magnésium. On peut également voir sur la carte de composition en Zn, la présence de zinc au niveau du cœur. Cela peut s'expliquer par la formation connue de précipités inter-métalliques Zr-Zn [2]. On retrouve ensuite également le zinc et les terres rares aux joints de grain correspondant aux observations de la littérature [3].

La figure 3.8b montre les mêmes cartes pour l'échantillon prélevé 17 minutes après brassage. On note ici clairement la différence de forme de grain avec l'échantillon avant brassage. Le grain est globulaire. Les distributions en composition sont qualitativement identiques. On retrouve la phase magnésium, avec au centre un cœur riche en Zr, entourée aux joints de grains de la phase eutectique riche en terres rares et en zinc. Sur les grains voisins, des zones plus claires sont visibles. Elles sont susceptibles d'être d'autres cœurs riches en Zr non débouchants au niveau de la coupe.

La différence de forme des grains peut être expliquée par le brassage modifiant la distribution en



(a) Avant brassage

(b) 17 minutes après brassage

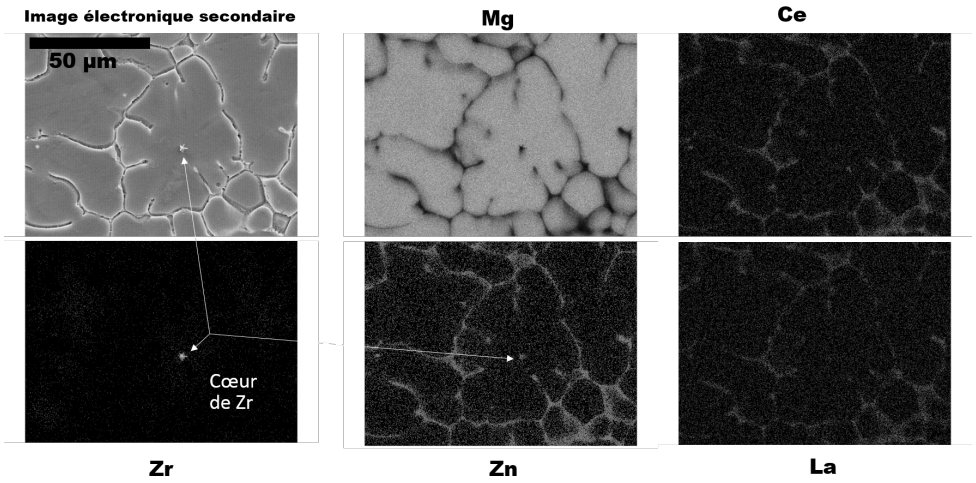
(c) 80 minutes après brassage

FIGURE 3.7 – Micrographie électronique comparative des échantillons prélevés à 220 mm de profondeur

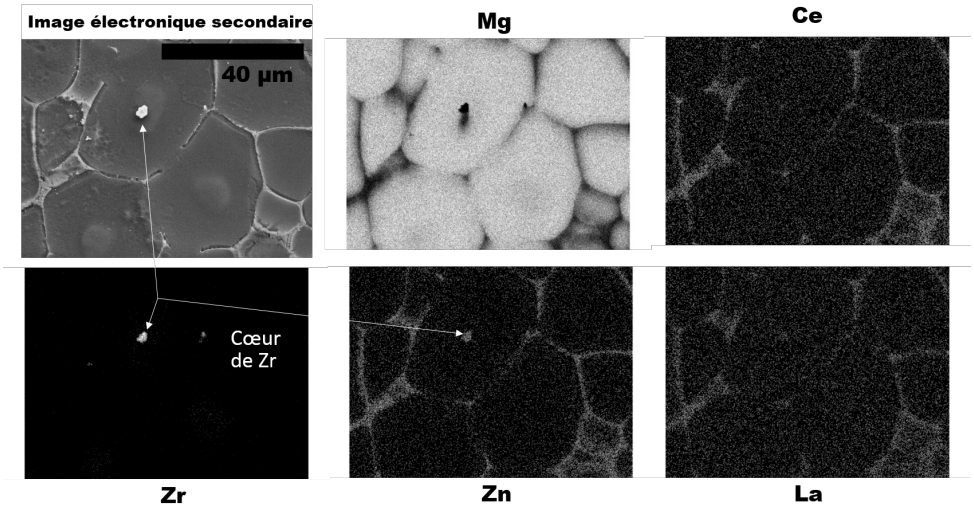
taille des particules affinantes. Cette différence de distribution de particules, bien que ne changeant que peu la taille de grain, peut en changer la forme. En effet, le diamètre à partir duquel un grain sphérique commence à se déstabiliser est proportionnel à la taille du germe initial [4]. Dans la mesure où les conditions de refroidissement de trempe ne correspondent pas à celles dans des moules en sable, ce point n'a pas été développé.

Les carottes n'ont cependant pas permis de prélever du métal tout au fond du bain. Afin de caractériser le fond de la zone B, un échantillon a été prélevé après lingotage sur un lingot correspondant au fond du bain. La figure 3.9 montre la micrographie électronique de cet échantillon. Cette dernière révèle la mauvaise qualité du bain dans cette zone. Les cartes élémentaires EDS confirment la présence d'oxydes accompagnés par des zones riches en particules de zirconium. Il est ainsi clair que le fond du creuset doit être évité pour obtenir un alliage de qualité. De plus, le brassage mélange cette zone avec le reste du bain et introduit probablement des oxydes ou des crasses qui expliquent les hétérogénéités en composition (figure 3.4) et en taille de grain (figure 3.6) plus importantes après brassage.

Ces résultats montrent la différence nette entre la zone A de concentration en Zr dans les tolérances du RZ5, sans oxydes et la zone B riche en Zr contenant des oxydes et des amas de Zr. Seule la zone A doit donc être utilisée pour la coulée. Dans cette zone avant le brassage, la composition en zirconium dans le bain est homogène autour d'une valeur de 0,5% m. Après le brassage, pendant un large intervalle de temps, la composition en zirconium monte à un pourcentage proche de 0,7% m. Même si les tailles de grain observées sont similaires quelle que soit la composition, il est possible



(a) Avant brassage (temps d'acquisition 1000 s)



(b) 17 minutes après brassage (temps d'acquisition 900 s)

FIGURE 3.8 – Cartes de compositions qualitatives observées par EDS à une profondeur de 220 mm (Distance de travail 10 mm, tension 15 kV)

que le taux de refroidissement plus faible dans les moules en sable modifie ce comportement. Outre un impact sur la microstructure, cette variation de composition peut avoir une influence sur la coulabilité, la génération des retassures ou la sensibilité à la fissuration. Dans la mesure où la génération de ces défauts se produit au moment de la solidification de l'alliage, un indicateur de l'impact de la concentration en zirconium sur ces défauts pourrait être la variation du chemin de solidification.

3.3.4 Caractérisation du chemin de solidification

Afin de définir l'impact de la composition sur le chemin de solidification une étude par DSC a été menée avec la méthodologie présentée au chapitre 2.4.3. Un échantillon prélevé dans la zone A après brassage a été sélectionné. Le tableau 3.2 résume sa composition mesurée par spectrométrie.

		Zn	Zr	Ce	La	Nd
S0	Moyenne (%m)	3.43	0.74	0.69	0.23	0.08
	Écart type (%m)	0.05	0.04	0.02	0.01	0.003

TABLEAU 3.2 – Composition mesurée de l'échantillon S0 utilisé pour l'étude DSC

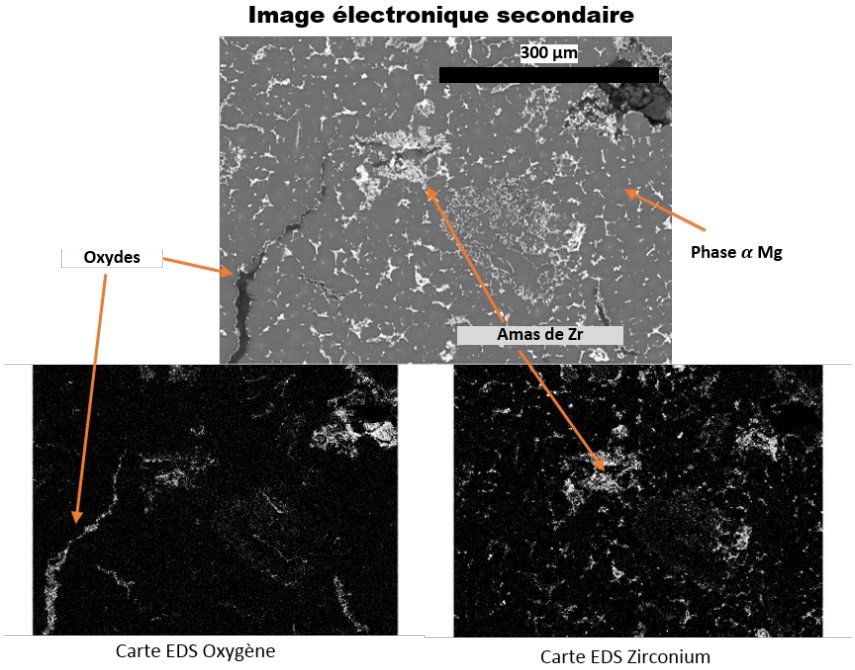


FIGURE 3.9 – Micrographie électronique et cartes EDS d'un échantillon prélevé au fond du bain (Distance de travail 10mm, tension 20kV et temps d'acquisition 700 s)

La figure 3.10a montre l'évolution du flux thermique mesuré en fonction de la température. Les deux pics visibles correspondent aux deux changements de phase principaux : le pic à 635°C correspond à la formation de la phase primaire α de magnésium et le deuxième pic à 528°C à la réaction eutectique. A partir de cette courbe, le chemin de solidification a été extrait. Pour cela, la ligne de base de flux thermique est interpolée en supprimant les pics de changement de phase. Cette ligne de base est soustraite au flux thermique mesuré. La figure 3.10b présente la courbe obtenue. Elle représente le flux thermique ϕ échangé par l'alliage entre le début de la solidification à 635°C et la fin à 510 °C.

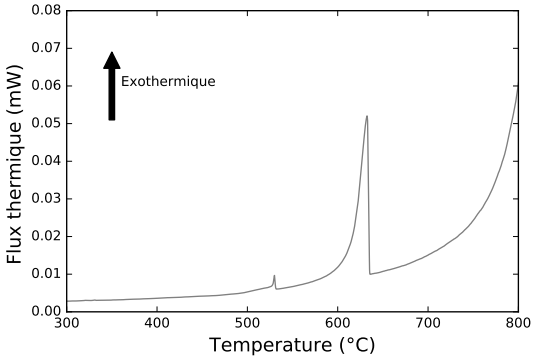
La fraction solide en fonction de la température a ensuite été calculée selon :

$$fs(\mathrm{T}) = \frac{\int_{\mathrm{T}_s}^{\mathrm{T}} \phi(\mathrm{T})}{\int_{\mathrm{T}_s}^{\mathrm{T}_l} \phi(\mathrm{T})} \tag{3.1}$$

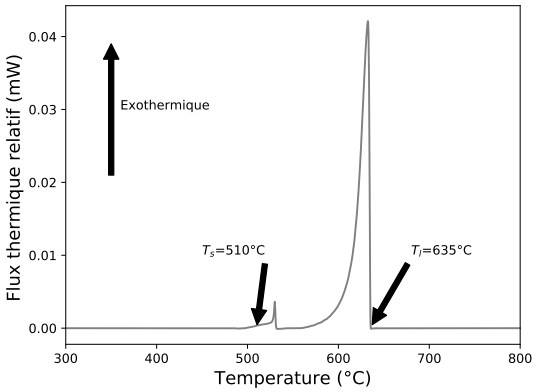
Avec cette équation, les masses volumiques de chaque phase, non connues, ne sont pas prises en compte : cela risque de créer des décalages avec la fraction solide réelle. La chemin de solidification ainsi calculé est présenté sur la figure 3.10c. Les températures de solidus et de liquidus peuvent ainsi être extraites pour ce cas.

Des divergences des courbes de flux thermique à haute température ont été observées et sont visibles sur la figure 3.10a. Ces divergences s'expliquent par des problématiques de flux de gaz dans le four. De plus, des réactions du magnésium à haute température se sont produites rendant l'appareillage inutilisable pour réaliser des mesures supplémentaires : les réactions envisagées étant des réactions avec le gaz de balayage ou avec l'humidité du four.

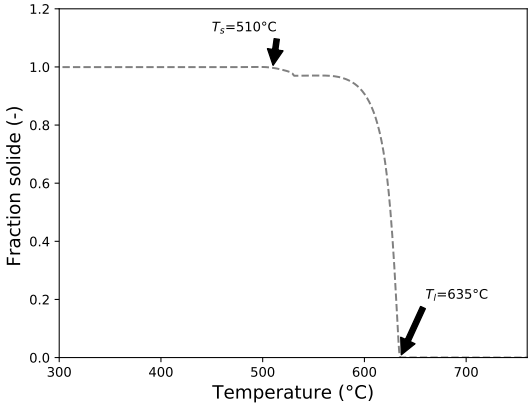
Cette mesure expérimentale a donc été complétée par des simulations thermodynamiques du chemin de solidification. Deux échantillons des carottes présentant des compositions en zirconium extrêmes dans la zone A ont été choisis. Les hauts taux de Zr obtenus dans la zone B n'ont pas été étudiés, car ils correspondent à un alliage de mauvaise qualité. Les chemins de solidification avec les modèle de bras de levier et de Scheil ont été simulés, puis ont été comparés à la courbe expérimentale



(a) Flux thermique mesuré par DSC



(b) Partie du flux thermique lié aux changements de phase



(c) Fraction solide calculée

FIGURE 3.10 – Résultats des mesures obtenues par DSC avec l'échantillon S0 à -5°C/min

obtenue par DSC.

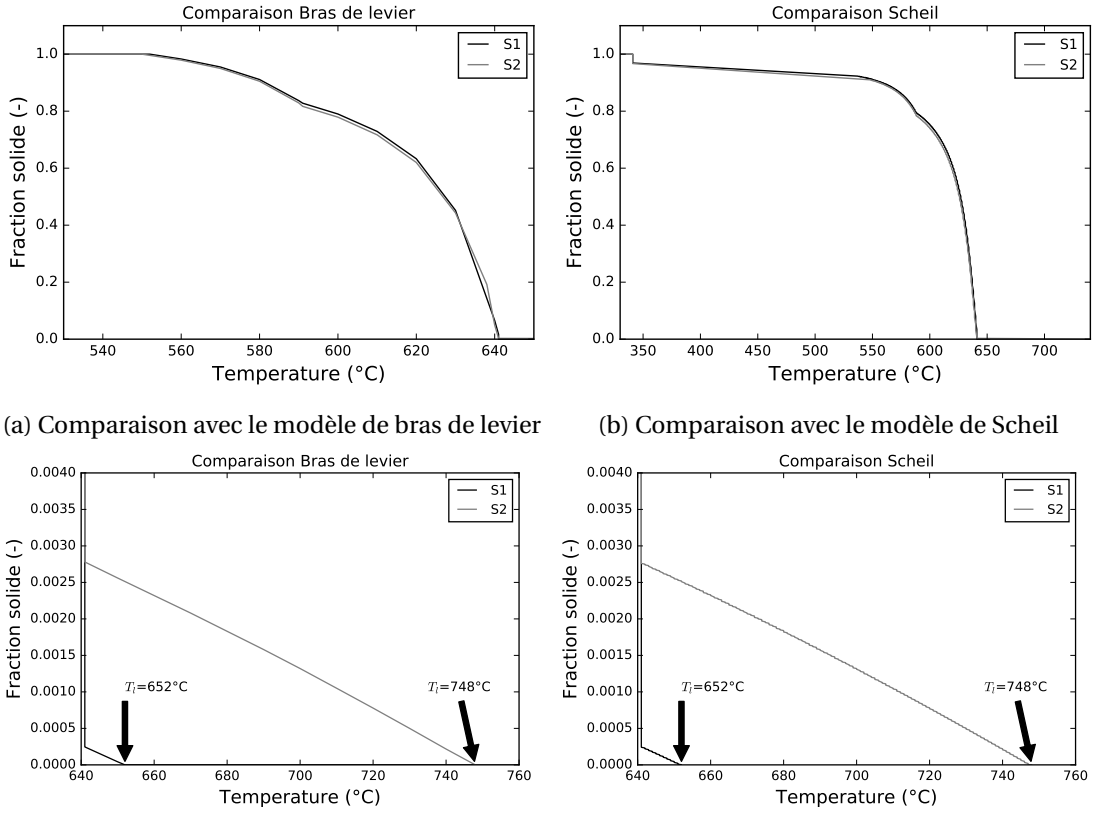
Le premier échantillon sélectionné, identifié S1, correspond à la composition moyenne en zirconium la plus faible mesurée avant brassage soit 0,51 %m. Le deuxième échantillon, identifié S2, correspond à la composition maximale mesurée après brassage soit 0,76%m. Les compositions détaillées de ces deux échantillons sont présentées en annexe dans la table A.2. Grâce à la méthode exposée au chapitre 2.5.3, les courbes d'enthalpie pour les compositions des échantillons S1 et S2 ont été calculées avec les modèles de bras de levier et de Scheil. Pour chaque cas, les valeurs de capacité thermique solide et liquide ainsi que la chaleur latente de fusion ont été extraites dans le tableau 3.3. Les courbes brutes sont présentées en annexe sur la figure A.2. Dans tous les cas simulés, les valeurs sont proches. Les variations en Zr étant faibles (0,25%m), les propriétés thermodynamiques sont peu modifiées. Les variations dues au modèle peuvent s'expliquer par les imprécisions du calcul numérique. Dans la gamme de composition 0,51-0,76% m de Zr, ces propriétés ne sont donc pas significativement affectées par le taux de Zr.

	C_p(liquide) (J/(°C.g))		C_p(solide) (J/(°C.g))		ΔH (J/(°C.g))	
	Bras de levier	Scheil	Bras de levier	Scheil	Bras de levier	Scheil
S1	1.4	1.4	1.1	1.1	333	324
S2	1.4	1.4	1.1	1.1	343	336

TABLEAU 3.3 – Valeurs simulées de l'enthalpie de fusion et des capacités thermiques solide et liquide

Le chemin de solidification a ensuite été étudié. Les figures 3.11a et 3.11b montrent l'évolution de

la fraction solide en fonction de la température pour les deux échantillons à l'équilibre thermodynamique (bras de levier) et avec le modèle de Scheil. Pour les deux modèles, les différences de chemin de solidification sont minimes entre une composition de Zr de 0,51 et 0,76 %m. Les figures 3.11c et 3.11d montrent les fractions solides proches du liquidus. Cet agrandissement révèle que la température de liquidus passe en réalité de 652 °C pour une concentration de 0,51 %m de Zr à 748°C pour une concentration de 0,76%m. Ces observations sont en accord avec le diagramme de phase Mg-Zr (figure 1.13) qui prévoit une augmentation du liquidus avec l'augmentation de concentration en Zr. Néanmoins, la faible fraction solide mise en jeu (0,0028) ne devrait pas impacter significativement les échanges thermiques. Il est ainsi possible de supposer un chemin de solidification indépendant de la concentration.



(a) Comparaison avec le modèle de bras de levier

(b) Comparaison avec le modèle de Scheil

(c) Comparaison avec le modèle de bras de levier

(d) Comparaison avec le modèle de Scheil

FIGURE 3.11 – Courbes du chemin de solidification simulé pour les échantillons S1 et S2 avec les modèles de bras de levier et de Scheil

En revanche, le modèle impacte fortement la fin de solidification. Le tableau 3.4 résume les températures de liquidus et de solidus pour les quatre cas. On voit ainsi que le solidus passe d'une valeur de 550°C pour le modèle de bras de levier, à 341°C pour le modèle de Scheil. Cela représente un écart de plus de 200°C. Or la température de solidus est extrêmement importante à connaitre pour le procédé LPC car elle permet de définir le moment où relâcher la pression.

	T_l(°C)		T_s(°C)	
	Bras de levier	Scheil	Bras de levier	Scheil
S1	652	652	552	341
S2	748	748	550	341

TABLEAU 3.4 – Valeurs simulées des températures de liquidus et de solidus de l'alliage

Ces courbes numériques ont été comparées avec la courbe expérimentale afin de déterminer le modèle le plus pertinent à utiliser. La figure 3.12 montre la comparaison des chemins de solidification simulés avec la mesure expérimentale. Pour tous les cas, les températures de liquidus sont proches. La température de solidus déterminée expérimentalement se situe entre les deux modèles. On voit ainsi que même dans des conditions de refroidissement lent (5°C/min), le RZ5 se solidifie hors-équilibre. Le modèle de bras de levier ne pourra ainsi pas être utilisé en condition de coulée. La température de solidus donnée par le modèle de Scheil diffère de plus de 160°C de la mesure expérimentale. Par ailleurs, la fraction solide mesurée n'est pas cohérente pour les fractions solides entre 0,6 et 1. Ce décalage peut principalement s'expliquer par les hypothèses du modèle de Scheil (diffusion parfaite dans le liquide et nulle dans le solide) non représentatives de l'alliage réel. De plus, les divergences de flux thermiques, mais aussi le calcul réalisé ne prenant pas en compte les masses volumiques de chaque phase peuvent générer ces écarts. En outre, la limite de validité de la base de données thermodynamique utilisé dans le calcul n'est pas connue.

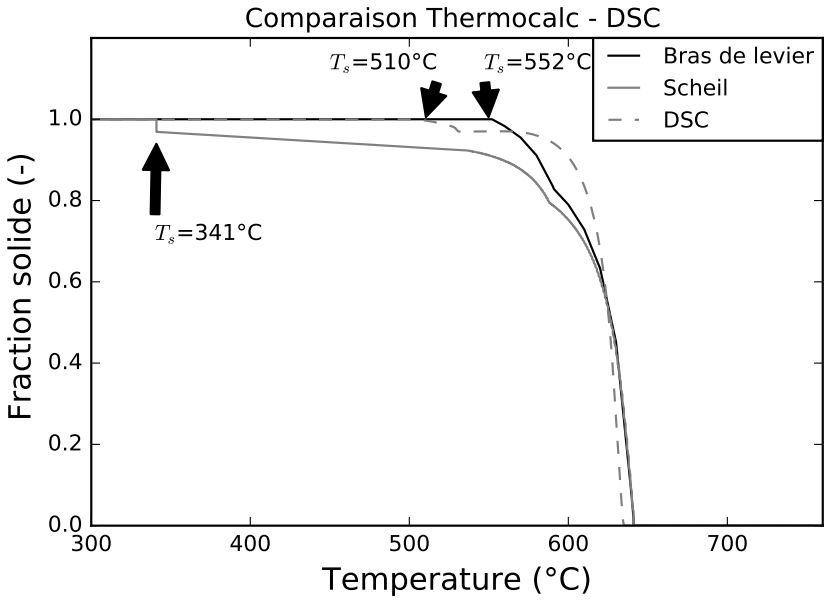


FIGURE 3.12 – Comparaison des chemins de solidification simulés et mesurés par DSC

Les résultats numériques et expérimentaux ont été comparés aux données de la littérature dans le tableau 3.5. Les températures correspondent au RZ5 et les autres données au magnésium pur. Les valeurs obtenues par simulation étant proches, l'utilisation des données du magnésium pur par le fondeur semble une bonne approximation. On voit que ce soit par simulation ou par DSC, les températures de liquidus sont globalement cohérentes. Pour le solidus, la comparaison entre la littérature et l'expérience DSC montre un bonne correspondance. Cependant, la valeur de solidus reste largement incertaines dans des conditions de coulée. La plage donnée par les modèles étant grande, des mesures expérimentales pendant une coulée sont nécessaires pour confirmer quelle valeur est la plus cohérente.

La méthode de caractérisation par carottage a montré que le bain est globalement divisé en deux zones. De plus, l'effet du brassage sur la composition est clairement visible. Cela est en accord avec les règles industrielles [6, 7] et les études précédentes [2, 8, 9]. Néanmoins, l'effet du temps est peu notable. Un temps de coulée maximum de 40 minutes après brassage est proposé industriellement avec cette recette [6]. Or, il a été montré expérimentalement une constance de la composition moyenne de la zone A jusqu'à 80 min après brassage. Cette constance permettrait une plus grande latitude lors des coulées en basse-pression. Dans tous les cas, la zone au fond du creuset riche en oxydes et en zirconium doit être évitée.

Propriétés	Littérature	Thermocalc	DSC
Chaleur spécifique solide Mg (J/(°C.g))	1 [5]	1.1	-
Chaleur spécifique liquide Mg (J/(°C.g))	1.3 [5]	1.4	-
Chaleur latente de fusion Mg (J/g)	355 [5]	324-343	-
Température de liquidus RZ5	640 [1]	641	635
Température de solidus RZ5	510 [1]	552-341	510

TABLEAU 3.5 – Comparaison des résultats DSC et Thermocalc à la littérature

Pour garantir la bonne qualité de l'alliage, deux axes peuvent être envisagés :

- modifier les proportions de la recette métier ou le type des lingots utilisés pour limiter la taille de la zone riche en Zr dans le fond du creuset et les temps de prélèvement possibles ;
- adapter la conception de la machine pour ne pas prélever le métal dans le fond du creuset .

Toutefois, comme il a été montré dans le premier chapitre, ni le lien entre recette et composition résultante en profondeur, ni la zone de prélèvement ne sont connus pour la coulée basse-pression. Ceci fait l'objet de la section suivante.

3.4 Détermination du lien entre recette et composition résultante

3.4.1 Phénomènes à l'origine du gradient de composition

Différents phénomènes peuvent expliquer le transport macroscopique de zirconium de la zone A vers la zone B. Cependant, il est bien connu que la sédimentation des particules de zirconium a un rôle majeur [10–12]. En effet, la concentration en zirconium moyenne de 2,4 %m étant largement au dessus de la limite de solubilité, des particules de zirconium insolubles sont présentes. Le tableau 3.6 permet de comparer les masse volumiques du magnésium et du zirconium à 760 ˚C : les particules de Zr ont donc une masse volumique de ρ_{zr} bien supérieure à celle du magnésium liquide. La distribution initiale du bain peut ainsi qualitativement être expliquée : pendant la chauffe, les particules de zirconium non solubles plus lourdes sédimentent directement dans le fond tandis que l'alliage de RZ5 fond. La concentration mesurée dans la zone A (0,54 %m) reste ainsi proche de la composition nominale initiale des lingots de RZ5 (0,52 %m). Ensuite, le brassage homogénéise la composition du bain en remontant les particules solides de zirconium de la zone B vers la zone A. Puis les particules de Zr insolubles sédimentent de nouveau. La faible composition en zirconium de 0,7 %m après 17 min indique que la majeure partie du zirconium a déjà sédimenté entre 0 et 17 min.

Propriété	**Valeur**	**Source**
ρ_{mg}	1558 $kg.m^{-3}$	[12]
ρ_{zr}	6520 $kg.m^{-3}$	[12]
μ	$0,97.10^{-3}$ $kg.m^{-1}.s^{-1}$	[12]

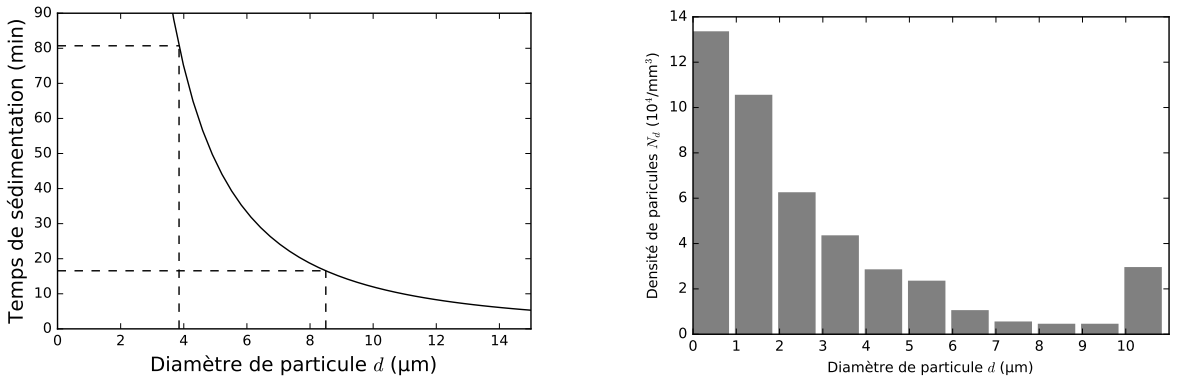
TABLEAU 3.6 – Propriétés physiques du magnésium et du zirconium à 760°C

Pour expliquer le transport de ces particules, un modèle de sédimentation utilisant la loi de Stockes a été proposé par Qian [12]. Dans un fluide de viscosité μ, il relie le diamètre d d'une particule solide supposée sphérique à sa hauteur de sédimentation h_s parcourue pendant le temps de sédimentation t_d selon :

$$t_d = \frac{18 h_s \mu}{g(\rho_{zr} - \rho_{mg}) d^2} \tag{3.2}$$

La figure 3.13a présente le temps de sédimentation calculé avec ce modèle en fonction du diamètre d de la particule pour une hauteur de sédimentation h_s=200 mm correspondant à la hauteur

de la zone A dans l'alliage avec une viscosité $\mu = 0,00097\ kg.m^{-1}.s^{-1}$ [12]. D'après ce modèle, 17 min après brassage, les particules de diamètre d>8,5 µm ont traversé entièrement la zone A. Ensuite, 80 minutes après brassage, seules les particules de diamètre d<3,9 µm n'ont pas encore totalement traversé la zone A .



(a) Temps de sédimentation de 200 mm d'une particule sphérique

(b) Distribution en taille de particules dans le Zirmax

FIGURE 3.13 – Sédimentation et distribution des particules de zirconium en fonction de leur taille

La figure 3.13b montre la distribution en taille de particules de Zr dans le Zirmax mesurée par Sun [13]. On observe que les particules de diamètre d>10 µm sont relativement nombreuses. Or, d'après le modèle, elles traversent la zone A en moins de 17 min. Ces particules de diamètre d>10 µm, de par leur taille, sont susceptibles de représenter une proportion massique importante de Zr. La sédimentation de ces particules massives peut donc qualitativement expliquer la chute de composition brutale entre 0 et 17 minutes après brassage. Au contraire, les particules de diamètre compris entre 4 et 9 µm sont relativement peu nombreuses (17%). Cette faible proportion pourrait expliquer la stabilité en zirconium dans la zone A durant l'intervalle 17-80 minutes. Cette explication qualitative permet une première approche, mais comme le changement en composition dépend de la masse des particules, le lien direct entre nombre de particules et composition résultante n'est pas possible. Il est ainsi nécessaire de déterminer la proportion massique correspondant à chaque diamètre de particule.

3.4.2 Définition de la masse des particules de Zr dans le Zirmax

La distribution des particules présentée en figure 3.13b présente le nombre de particules N_d de diamètre d par unité de volume de Zirmax. Cette distribution est utilisée afin de calculer le pourcentage massique représenté par chaque classe de diamètre de particules. En supposant les particules sphériques, il est possible d'exprimer pour chaque diamètre moyen de particule d, le volume occupé $V_p(d)$ par volume de Zirmax V_ζ selon :

$$\frac{V_p(d)}{V_\zeta} = N_d \frac{4}{3}\pi\left(\frac{d}{2}\right)^3 \tag{3.3}$$

Pour les particules de diamètre 0µm<d<10 µm, le diamètre moyen de la classe peut être utilisé pour le calcul (0,5µm ; 1,5 µm ;... ;9,5µm). En revanche, dans cette distribution, le diamètre moyen n'est pas proposé pour d>10 µm. Il doit ainsi être estimé. On décompose donc le volume total occupé par les particules de Zr (V_{pT}) comme la somme des volumes de toutes les classes de particules :

$$\frac{V_{pT}}{V_\zeta} = \frac{\sum_{d=0,5}^{d=9,5} V_p(d) + V_p(d > 10\mu m)}{V_\zeta} \tag{3.4}$$

Le Zirmax contient 33 %m de Zr dans une matrice de magnésium. Connaissant la masse de Zirmax m_ζ, la masse volumique du magnésium ρ_{mg} et du zirconium ρ_{zr} , le volume de Zirmax V_ζ est

donné par :

$$V_\zeta = m_\zeta \left(\frac{0,33}{\rho_{zr}} + \frac{0,67}{\rho_{mg}} \right) \tag{3.5}$$

De plus, d'après le diagramme de phase Mg-Zr (figure 1.13), on sait que le zirconium est soluble à 0,5 %m dans le magnésium à la température de coulée. Le pourcentage de Zr insoluble dans le Zirmax est ainsi de 32,5 %m. Le volume total V_{pT} occupé par les particules de Zirconium est donc :

$$V_{pT} = \frac{0,325 * m_\zeta}{\rho_{zr}} \tag{3.6}$$

En combinant les équations 3.4, 3.5 et 3.6 on obtient :

$$\frac{V_p(d > 10\mu m)}{V_\zeta} = \frac{0,325}{\rho_{zr}\left(\frac{0,33}{\rho_{zr}} + \frac{0,67}{\rho_{mg}}\right)} - \frac{\sum_{d=0,5}^{d=9,5} V_p(d)}{V_\zeta} \tag{3.7}$$

En reprenant l'équation 3.3, le diamètre moyen des particules supérieures à 10 μm est donné par :

$$d = 2\left(\frac{3V_p(d > 10\mu m))}{4\pi V_\zeta} \right)^{1/3} \tag{3.8}$$

L'application numérique à partir de la distribution présentée en figure 3.13b donne une valeur moyenne de 18 μm. Connaissant le diamètre moyen de toutes les classes de particules, il est à présent possible de calculer la part de concentration massique de la classe de particule d par unité de masse de Zirmax selon :

$$C_\zeta(d) = \frac{V_p(d)\rho_{zr}}{m_\zeta} = \frac{V_p(d)\rho_{zr}}{V_\zeta}\left(\frac{0,33}{\rho_{zr}} + \frac{0,67}{\rho_{mg}}\right) \tag{3.9}$$

La figure 3.14 montre la valeur du pourcentage massique représentée par chaque diamètre moyen dans le Zirmax $C_\zeta(d)$ en fonction du diamètre. La masse des particules de diamètre supérieur à 10 μm (supposé avec un diamètre moyen de 18 μm) représente la majeure partie de la masse de Zr insoluble dans le Zirmax. Ce sont donc ces particules qui ont un rôle prépondérant sur la composition chimique car elle représentent 88% de la masse de Zr dans le Zirmax. Or, ce sont aujourd'hui les particules les moins bien caractérisées en distribution.

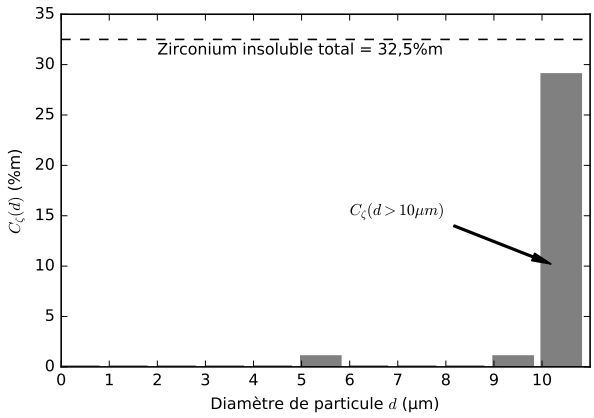


FIGURE 3.14 – Part de la masse représentée par chaque diamètre de particule dans le Zirmax

3.4.3 Développement d'un modèle liant recette et composition résultante

Connaissant à présent la part de masse représentée par les particules de zirconium dans le Zirmax (figure 3.14) et leur temps de sédimentation (figure 3.13a) en fonction de leur diamètre, il est possible de proposer un modèle pour lier la recette utilisée à la composition résultante. Pour cela, on suppose un bain d'alliage de masse volumique ρ constante séparé en deux zones :

- une zone A en haut du bain de volume V_a et de hauteur h_s ;
- une zone B en bas du bain de volume V_b.

Dans ce bain, les lingots introduits de RZ5, de TR et de Zirmax contenant une masse totale en zirconium (m_{zrT}) engendrent une composition totale en Zr (C_{zrT}). Le zirconium est présent dans ce bain sous une forme soluble et insoluble. Il est supposé que le zirconium insoluble provient uniquement du Zirmax introduit de masse m_ζ et qu'il n'y a pas de phénomènes de dissolution ou de précipitation. La masse de particules insolubles m_i présente dans le bain est ainsi :

$$m_i = m_\zeta . \sum_{d=0}^{d=d_{max}} C_\zeta(d) \tag{3.10}$$

Le moment juste après brassage $t = 0$ est choisi comme instant initial. A ce moment, on suppose que l'alliage est homogène dans tout le bain. La masse de particules insolubles à l'instant initial dans la zone A est ainsi donnée par :

$$m_i(A, t = 0) = \frac{V_a m_\zeta}{V_a + V_b} . \sum_{d=0}^{d=d_{max}(t=0)} C_\zeta(d) \tag{3.11}$$

La masse totale en zirconium dans la zone A à $t = 0$ est :

$$m_{zrA} = \frac{V_a m_{zrT}}{V_a + V_b} \tag{3.12}$$

La masse de zirconium soluble dans la zone A est alors donné par :

$$m_{sA} = m_{zrA} - m_i(A, t = 0) \tag{3.13}$$

Au cours du temps les particules sédimentent. Ainsi, on peut calculer pour chaque instant le diamètre maximal $d_{max}(t)$ des particules qui n'ont pas encore sédimentées d'une hauteur h_s à partir de l'équation 3.2 selon :

$$d_{max}(t) = \sqrt{\frac{18 h_s \mu}{g(\rho_{zr} - \rho_{mg})\, t_d}} \tag{3.14}$$

La masse des particules insolubles restantes dans la zone A à l'instant t est ainsi fonction du diamètre maximal qui n'a pas sédimenté selon :

$$m_i(A, t) = \frac{V_a m_\zeta}{V_a + V_b} . \sum_{d=0}^{d=d_{max}(t)} V_p(d) \tag{3.15}$$

On obtient alors la concentration maximale en Zr dans la zone A en fonction du temps selon :

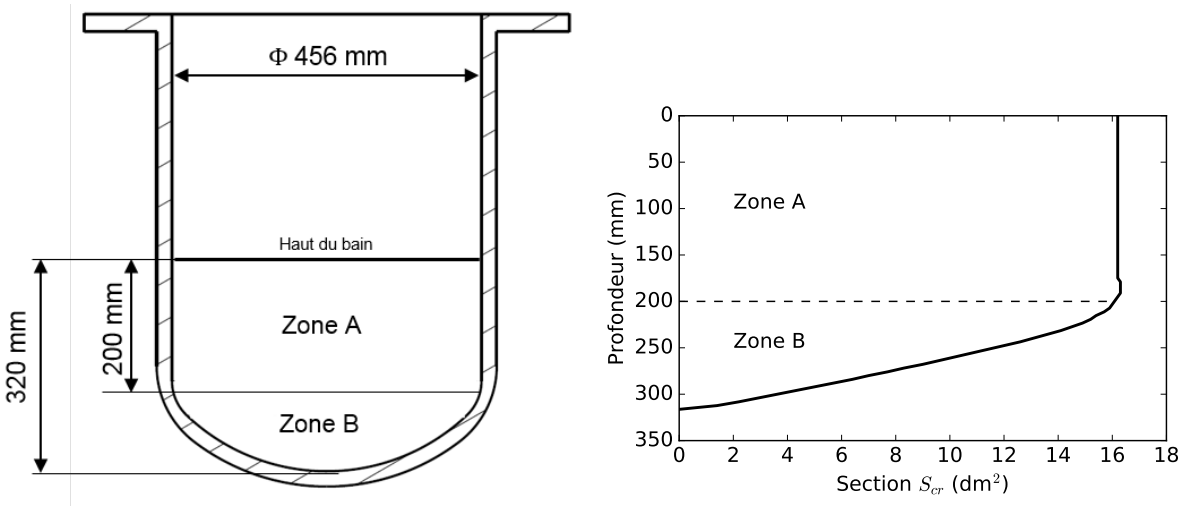
$$C_{zrA}(t) = \frac{m_{sA} + m_i(A, t)}{\rho V_a} \tag{3.16}$$

De plus, on peut lier la concentration en Zr dans la zone B grâce à la conservation de la masse :

$$C_{zrB}(t) = \frac{(V_a + V_b) C_{zrT} - V_a C_{zrA}(t)}{V_b} \tag{3.17}$$

3.4.4 Application du modèle au cas d'étude

Pour appliquer ces calculs à notre cas d'étude, un modèle CAO du volume de métal contenu dans le creuset a été réalisé à partir de la mesure des dimensions du creuset et du plan de construction. La figure 3.15a montre la vue en coupe du creuset modélisé. La figure 3.15b présente la courbe d'évolution de la section horizontale du creuset S_{cr} en fonction de la profondeur du bain définie grâce à cette CAO.



(a) Vue en coupe du creuset

(b) Evolution de la section S_{cr} avec la profondeur

FIGURE 3.15 – Géométries du creuset et évolution de la section horizontale du creuset avec la profondeur

A partir de la courbe d'évolution de la section du creuset S_{cr} en fonction de la hauteur, les volumes respectifs de la zone A et B en fonction de la profondeur sont définis. On obtient : V_a=33 L et V_b= 11 L. Le volume de la zone B, possédant une composition riche en zirconium, représente ainsi un quart du volume total V_T=44 L. La masse volumique de l'alliage est supposée être celle du magnésium pur à 760°C ρ=1558 kg.m^{-3} [12].

A partir de la masse des lingots positionnés dans le creuset présentée au 3.2.2, on connait la masse de Zirmax introduite m_ζ=4,5 kg, la masse totale en zirconium m_{zrT}=1,9 kg présente dans le bain ainsi que la concentration moyenne totale en Zr de C_{zrT}= 2,4%m. A partir de la distribution en taille développée au 3.4.2, on calcule, avec les équations 3.11 et 3.13, les masses en Zr soluble et insoluble initiales dans la zone A m_i(A,t=0)= 1,1 kg et m_{sA} = 0,3 kg.

Le tableau 3.7 présente les étapes de calcul pour aboutir à l'évolution de la concentration dans la zone A. Tout d'abord, avec l'équation 3.14, le diamètre de chaque classe de particules est relié à son temps de sédimentation t_d de la hauteur de la zone A h_s=200 mm. Cette hauteur est choisie à partir des mesures expérimentales de composition présentée au 3.3.2. Grâce à l'équation 3.15, il est calculé la masse maximale de particules restantes dans la zone A m_i(A,t) à un temps t.

t_d (s)	4786	532	191	98	59	40	28	21	17	13	4	0
d(µm)	0.5	1.5	2.5	3.5	4.5	5.5	6.5	7.5	8.5	9.5	18.3	-
m_i(A,t) (kg)	0	10^{-4}	0.002	0.007	0.018	0.032	0.053	0.068	0.080	0.094	0.113	1.102

TABLEAU 3.7 – Résultats du calcul de la masse maximale de Zr insoluble restante dans la zone A à partir du temps de sédimentation et du diamètre des particules

A partir de la masse de zirconium insoluble et soluble, du volume de la zone A, calculés précédemment et de la masse volumique moyenne de l'alliage, on calcule l'évolution de C_{zrA}(t), la concentration en Zr maximale dans la zone A, en fonction du temps avec l'équation 3.16. La figure 3.16 montre la concentration de Zr calculée, comparée à la moyenne expérimentale dans la zone A en fonction

du temps. Cette moyenne est calculée à partir des résultats de la figure 3.4, chaque point correspond ainsi à environ 30 mesures spectrographiques.

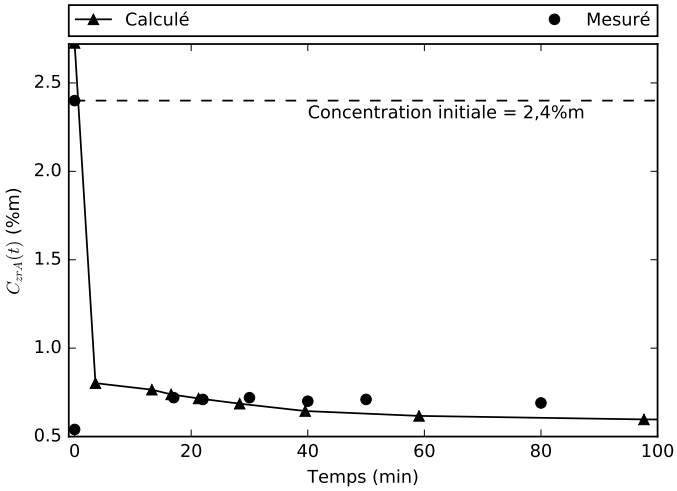


FIGURE 3.16 – Évolution de la composition en fonction du temps calculé dans la Zone A

A $t = 0s$, la concentration calculée est de 2,7 %m. Le deuxième point calculé à $t = 4s$ min correspond au temps que mettent les particules de diamètre moyen 18 μm à sédimenter. Ces particules représentant près de 90% de la masse des particules insolubles, la composition chute donc brutalement. Ensuite, le deuxième point correspond à la classe de particules ayant un diamètre moyen de 9,5 μm. A partir de ce moment, la proportion de masse étant faible, la composition évolue peu et tend vers 0,58 %m. La comparaison avec les données expérimentales montre un décalage entre le modèle et le calcul. Tout d'abord, la concentration initiale est surévaluée. Ensuite, le modèle prédit la chute rapide en composition mais sous-évalue la composition. Les tendances globales cohérentes permettent une première approche quantitative du phénomène d'évolution de la composition.

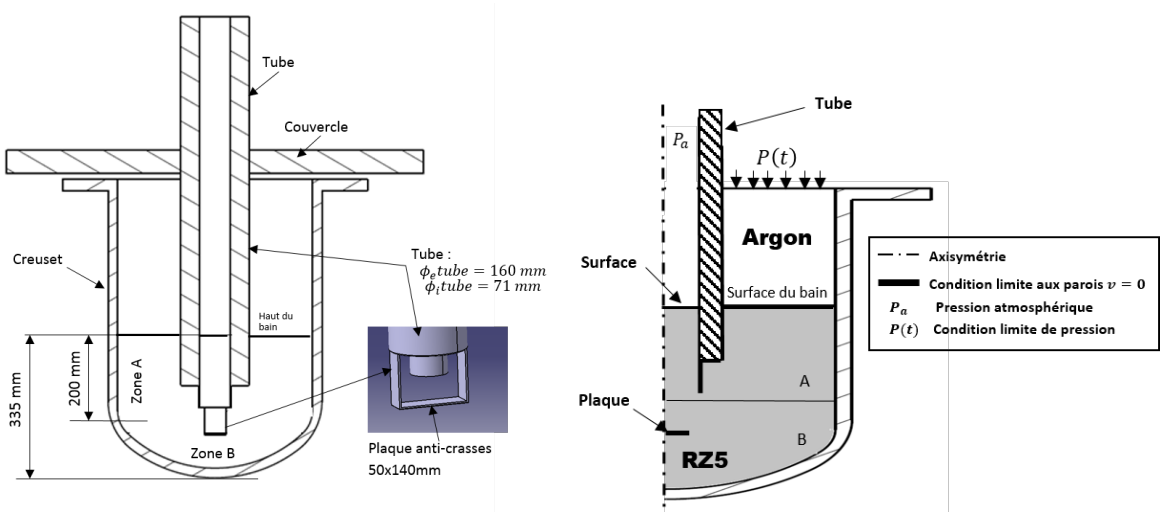
Toutefois, en l'état, le lien analytique entre la recette et la composition finale n'est pas complet. D'une part, la masse volumique de l'alliage n'est pas connue et ne tient pas compte des variations de composition. De plus, il est nécessaire de définir la hauteur de sédimentation expérimentalement. En outre, la composition est principalement influencée par les particules de diamètre supérieur à 10 μm dont la distribution n'est pas connue. La caractérisation de la distribution en taille des particules de tous les lingots, ainsi que la caractérisation de la masse volumique de l'alliage, permettraient de développer ce modèle. Le lien analytique de l'évolution de la concentration en fonction de la recette, pourrait permettre l'optimisation de la méthodologie de préparation de l'alliage. Dans tous les cas, il a été estimé que 88% du zirconium dans le Zirmax semble inutile car il sédimente trop vite. La limitation du nombre de particules de diamètre supérieur à 10μm peut constituer une amélioration permettant de diminuer la hauteur de la zone B et améliorer l'homogénéité du bain.

Bien que l'homogénéisation du bain puisse limiter la taille de la zone riche en crasses et en oxydes, cette dernière sera toujours présente. Il est donc important de connaitre la zone de prélèvement du métal dans le creuset et son transfert vers la pièce pour l'éviter. Pour cela, des simulations numériques des transferts de matière entre le creuset et la pièce ont été réalisées.

3.5 Simulation des transferts de matière entre le bain et la pièce en basse-pression

3.5.1 Géométrie considérée

Après avoir brassé l'alliage, le tube est descendu doucement dans le creuset et le four est fermé. La figure 3.17a présente la vue en coupe du four fermé dans le cas étudié, issue des plan de construction. Lorsque le tube est plongé dans le bain, le niveau de métal monte de 15 mm passant de 320 mm à 335 mm. Ce changement de hauteur étant faible, il est supposé que la distribution en Zr n'est pas modifiée. Le tube a une forme complexe et contient une plaque anti-crasses de dimensions 140 x 50 mm. Afin de simuler les déplacements du métal dans le creuset, des simplifications ont été faites. La figure 3.17b présente la géométrie en 2D axisymétrique considérée. La plaque non axi-symétrique a été remplacée par un plaque cylindrique de 5 mm d'épaisseur et de diamètre 50 mm. Cette dernière sous estime donc la surface de la plaque réelle.



(a) Géométrie réelle

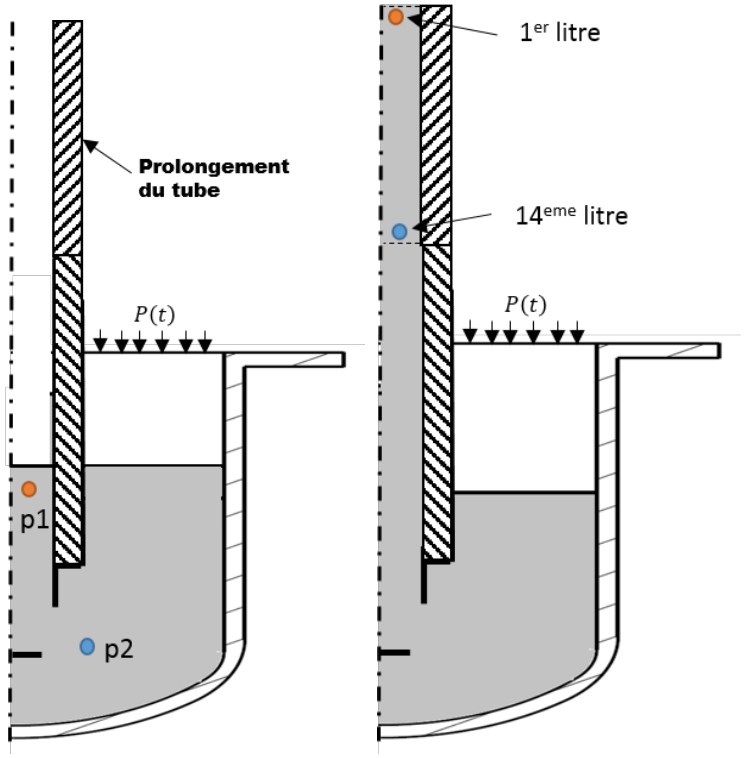
(b) Géométrie simplifiée en 2D axisymétrique

FIGURE 3.17 – Comparaison entre la géométrie réelle et la géométrie 2D axisymétrique simplifiée du tube en mode magnésium

La simulation de mécanique des fluides du transfert de matière a été réalisée avec les modèles $\kappa - \epsilon$ et VOF présentés au chapitre 2.5.1. Le RZ5 est considéré comme newtonien avec masse volumique constant dont les propriétés sont données dans le tableau 3.6. L'argon est également considéré comme newtonien avec une viscosité de 2,13x10$^{-5} kg.m^{-1}.s^{-1}$ et une masse volumique de 1,620 $kg.m^{-3}$ d'après la base de données de Fluent 16.1. Une condition limite de vitesse nulle est appliquée aux parois. Une condition limite de pression en haut du creuset simule la pression d'argon appliquée par la machine. La surface en haut du tube est considérée à pression atmosphérique. Avec cette géométrie, deux cas ont été simulés : le remplissage d'un pièce et le vidage du tube après solidification.

3.5.2 Simulation du remplissage

La figure 3.18 présente l'état initial et final considéré. A l'instant initial, le métal est dans le creuset avec une pression nulle. Une pression linéaire P(t) d'argon à 10 mbar/s est ensuite appliquée. Cette valeur correspond à une rampe utilisée sur des pièces industrielles. Le métal monte alors dans le tube. Ce tube a une hauteur (4,5 m) plus grande que la hauteur du tube de la machine (0,91m). Ce prolongement représente un volume de métal de 14 L correspondant au volume d'une pièce industrielle. Le remplissage se poursuit jusqu'à ce que le métal arrive en haut du prolongement correspondant à l'état final.



(a) État initial (b) État final

FIGURE 3.18 – Simulation de la zone prélevée dans le four lors du remplissage illustrant le déplacement de deux particules, localisées par les points colorés

Afin de déterminer la zone de prélèvement de chaque litre de métal, environ 8000 particules sans masse ont été insérées à l'instant initial. La position de chaque particule à l'instant final est ensuite reliée à sa position initiale. Le volume rempli correspondant à la zone initiale est ainsi reconstitué. La figure 3.19 montre la carte de chaque litre prélevé déterminé par simulation. Le premier litre est prélevé essentiellement dans le tube. Sa profondeur de prélèvement s'étend de la surface à environ 280 mm. Ensuite, les autres litres sont prélevés jusqu'à la fin du remplissage à 14 L. La zone de prélèvement du 14e litre s'étend d'une profondeur de 120 mm à une profondeur de 320 mm. Cette carte des volumes prélevés révèle qu'actuellement la majeure partie du métal présent dans une pièce provient de la zone B. Même si la plaque anti-crasse est sous estimée, cela ne changera pas significativement la zone de prélèvement. En effet, le bas du tube descend juste à une profondeur de 200 mm. Cela implique nécessairement le prélèvement dans la zone B.

3.5.3 Simulation du vidage

La figure 3.20 présente l'état initial et l'état final de la simulation du vidage du tube. A l'instant initial, la surface du métal est au niveau de l'interface tube et moule. Ici, la longueur du tube est la longueur du tube de la machine (0,91 m). En effet, le métal se solidifie dans le moule mais pas dans le tube qui est chauffé. La pression de l'argon est fixée à zéro, comme c'est le cas expérimentalement, et le métal chute dans le tube pour retourner vers le four. La simulation est arrêtée quand le métal se stabilise à niveau dans le four, correspondant à l'état final.

La figure 3.21 montre l'évolution de la surface du métal et de la vitesse du fluide sur les lignes de courant dans le métal pour différents instants après le relâchement de la pression dans le four (vidage du tube). A t=0s, le métal commence à redescendre dans le tube à une vitesse faible. Au fur et à mesure de sa descente, le métal accélère dans le tube et atteint une vitesse supérieure à 2 m/s au bout d'une seconde. Les lignes de courant restent alignées et le métal du fond du creuset remonte. Le métal arrive en bas du tube au bout de 2 secondes. A ce moment, on peut voir que la surface du fluide dans le tube est déformée ; cela peut être un signe de risque d'inclusions d'oxydes. De plus, un phénomène

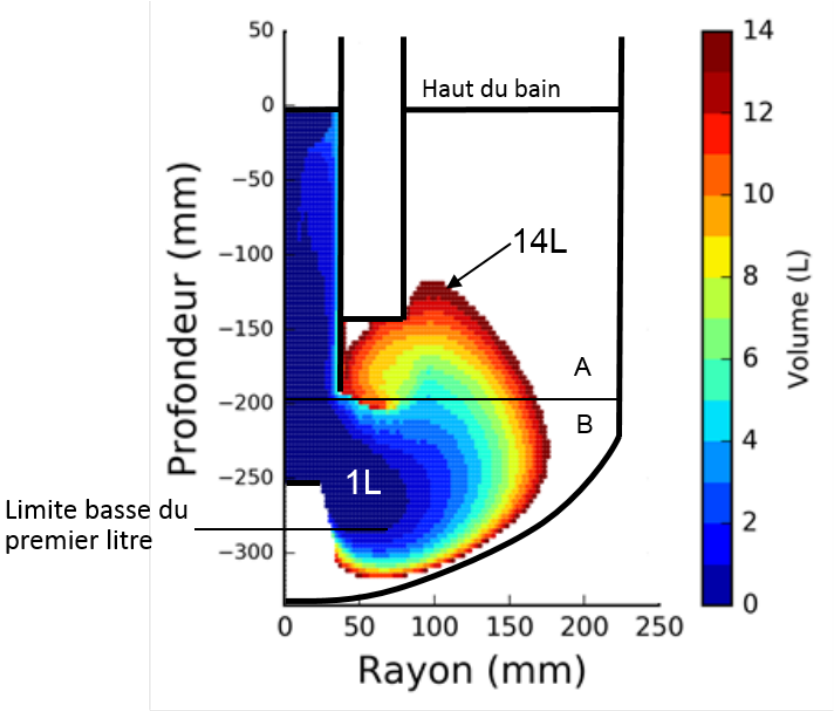
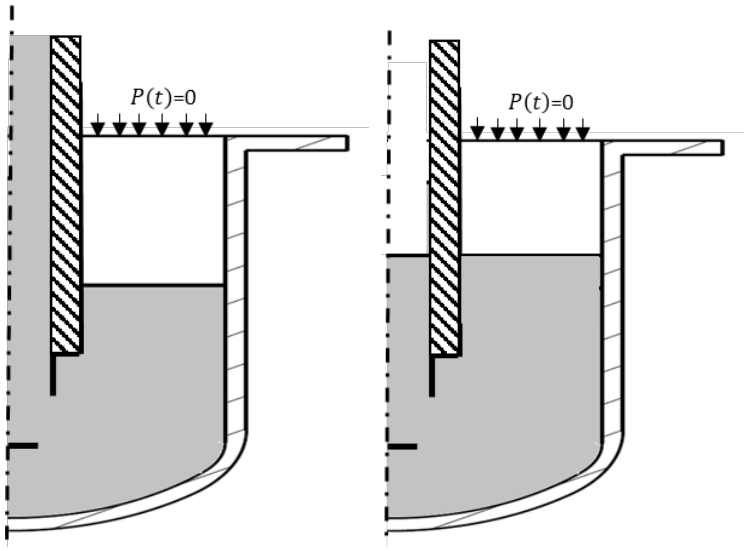


FIGURE 3.19 – Résultat de simulation présentant la zone de prélèvement du métal dans le bain



(a) État initial (b) État final

FIGURE 3.20 – Simulation du vidage du tube lors du relâchement de la pression

tourbillonnant est visible dans le bain qui brasse le métal. Ensuite, un phénomène d'oscillations du niveau de métal débute puis le niveau se stabilise progressivement à ±8 s . Ce comportement oscillant a pu être observé qualitativement lors des essais expérimentaux. Une mesure quantitative de l'écoulement lors de ces phases n'a pas été réalisée expérimentalement.

Cette simulation associée aux caractérisations précédentes montre ainsi l'importance de prendre en compte la phase de vidage après la phase de maintien. En plus de prélever du métal dans la zone B, le système actuel brasse la zone B avec la zone A lors de la descente du métal. Ce constat suggère avec cette conception de réaliser une coulée unique par préparation d'alliage pour en maitriser la qualité. L'étude du transfert de matière du bain vers la pièce puis de la phase de vidage montre que le système de coulée est en l'état non optimisé.

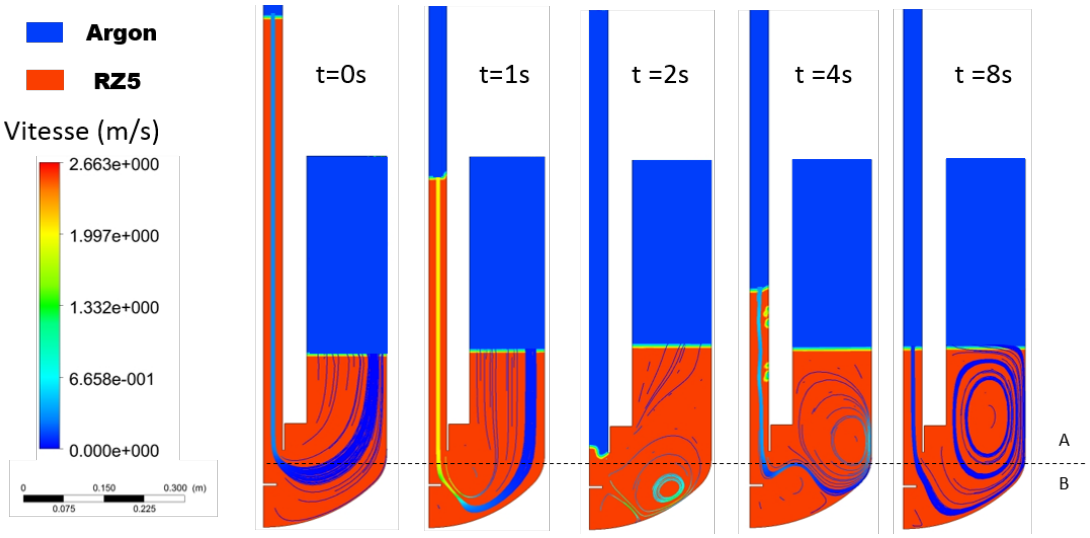


FIGURE 3.21 – Lignes de courant colorées en fonction de la vitesse du métal liquide pour différents temps lors du vidage

Pour optimiser la conception du four, le tube pourrait être relevé pour prélever du métal uniquement dans la zone A. Cependant, cela augmente les pertes de matière : un plus grand volume de métal au fond du creuset est ainsi inutilisé. Un tube mobile pour adapter la profondeur de prélèvement au volume de métal dans le four peut être une solution. Un autre optimisation serait la modification des géométries de la plaque anti-crasses ou du creuset pour guider le flux de métal uniquement vers la zone A à la montée et à la descende.

3.6 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de définir dans quelle mesure les règles actuelles de préparation des alliages Mg-Zr en gravité étaient transposables en basse-pression. La méthodologie développée a montré que la composition de l'alliage est homogène sur un intervalle de 17 à 80 min dans la zone supérieure du creuset. Cela permet de doubler les temps conseillés en coulée gravité. Néanmoins, la recette actuelle génère une zone riche en zirconium dans le bas du creuset. Le développement d'une simulation numérique a indiqué que lors d'une coulée, le métal est prélevé dans cette zone puis est entrainé dans la pièce. De plus, la simulation du vidage a montré un brassage du bain. En conséquence, la conception actuelle du système n'est pas optimale et les règles standards ne sont pas applicables. Des améliorations peuvent être proposées. Tout d'abord, l'amélioration de la distribution en taille des particules dans les lingots de Zirmax pourrait permettre la réduction de la taille de zone riche. Pour cela, le modèle proposé donnant la composition en fonction de la recette et de la distribution en taille pourrait être utilisé. De plus, des modifications de la conception du four basse-pression pourrait être faite pour prélever le métal plus haut dans le creuset.

Ces optimisations réalisées amèneraient à prélever du métal dans la zone homogène en zirconium . Dans notre cas d'étude, cette composition moyenne évolue entre 0,54 %m et 0,72 %m. L'observation de la microstructure a montré qu'avec le taux de refroidissement important obtenu, l'effet de la concentration ne change que peu la taille de grain. Afin d'améliorer la compréhension entre taux de refroidissement, taux de zirconium et taille de grain résultante, une caractérisation dédiée est à mener. L'effet de la composition sur le chemin de solidification a été étudié. La comparaison a montré que le chemin de solidification et les propriétés thermiques sont peu impactées par la variation de composition en Zr. En revanche, en comparant les modèles de Scheil et de bras de levier, il a été montré une variation de plus de 200 °C de la température de solidus. Cette étude pourrait être complétée par la détermination expérimentale du chemin de solidification pour des taux de refroidissements correspondant à des moules en sable. Une gamme de valeurs de températures de solidus plus restreinte pourrait ainsi être définie et être utilisée industriellement. Cette valeur est primordiale, car elle conditionne le relâchement de la pression lors d'un cycle de coulée.

Les méthodes de préparation adéquates de l'alliage étant à présent connues, le lien entre pression et vitesse de remplissage du moule en basse-pression vont être étudiés dans le chapitre suivant.

3.7 Références

[1] Magnesium Elektron, "Elektron RZ5 Data Sheet," 2006. 61, 70

[2] Z. Hildebrand, M. Qian, D. Stjohn, and M. Frost, "Influence of zinc on the soluble zirconium content in magnesium and the subsequent grain refinement by zirconium," *Magnesium Technology 2004*, no. October 2015, pp. 4–8, 2004. 63, 69

[3] W. C. Neil, M. Forsyth, P. C. Howlett, C. R. Hutchinson, and B. R. W. Hinton, "Corrosion of magnesium alloy ZE41 - The role of microstructural features," *Corrosion Science*, vol. 51, no. 2, pp. 387–394, 2009. 63

[4] J. A. Dantzig and M. Rappaz, *Solidification*. Engineering sciences, EPFL Press, 2009. 64

[5] F. BAZILE, "Données numériques sur le magnésium et ses alliages," *Techniques de l'ingénieur*, 2001. 70

[6] H. E. Friedrich and B. L. Mordike, *Magnesium Technology : Metallurgy, Design Data, Applications*. Springer Berlin Heidelberg, 2006. 69

[7] E. F. Emley, *Principles of Magnesium Technology*. Elsevier Science & Technology, 1966. 69

[8] P. Sasha and S. Viswanathan, "Grain Refinement of Magnesium by Zirconium : Characterization and Analysis," in *Transactions of American Foundry Society*, vol. 119, pp. 469–480, 2011. 69

[9] M. Qian and D. H. Stjohn, "Grain nucleation and formation in Mg–Zr alloys," *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 22, no. 1, pp. 256–259, 2009. 69

[10] M. Qian, D. H. Stjohn, and M. T. Frost, "Zirconium Alloying and Grain Refinement of Magnesium alloys," in *Magnesium Technology 2003*, no. July, pp. 209–214, 2003. 70

[11] S. K. Saha, "A study of grain refinement of AZ91E and Mg-9 wt.% Al alloys using Zinc Oxide," tech. rep., Master - Ryerson University, 2015.

[12] M. Qian, L. Zheng, D. Graham, M. Frost, and D. StJohn, "Settling of undissolved zirconium particles in pure magnesium melts," *Journal of Light Metals*, vol. 1, no. 3, pp. 157–165, 2001. 70, 71, 74

[13] M. Sun, M. A. Easton, D. H. StJohn, G. Wu, T. B. Abbott, and W. Ding, "Grain Refinement of Magnesium Alloys by Mg-Zr Master Alloys : The Role of Alloy Chemistry and Zr Particle Number Density," *Advanced Engineering Materials*, vol. 15, no. 5, pp. 373–378, 2013. 71

Chapitre 4

Caractérisation des phénomènes de remplissage en basse-pression

Sommaire

4.1 Introduction 84
4.2 Essais expérimentaux de caractérisation du remplissage 84
4.2.1 Dispositif expérimental 84
4.2.2 Effet du changement de section horizontale 86
4.2.3 Effet de la géométrie locale 91
4.3 Simulation numérique du remplissage 93
4.3.1 Définition des géométries à considérer 93
4.3.2 Plan d'expérience numérique 95
4.4 Développement d'un modèle analytique du dépassement maximal 100
4.4.1 Mise en équation 100
4.4.2 Comparaison du modèle analytique aux résultats expérimentaux et numériques 102
4.5 Développement d'un modèle analytique des oscillations 103
4.5.1 Méthode du Lagrangien et mise en équation 103
4.5.2 Comparaison du modèle aux expériences et aux simulations 106
4.6 Définition d'un critère de remplissage trop rapide en basse-pression 108
4.6.1 Calcul d'une vitesse maximale pour R < 1 108
4.6.2 Calcul d'une vitesse maximale pour R > 1 110
4.7 Conclusion 112
4.8 Références 113

4.1 Introduction

Il a été montré à la section 1.3 la nécessité de limiter la vitesse de remplissage pour limiter le risque d'inclusions d'oxydes. Les études existantes du remplissage en basse-pression ont montré que des oscillations peuvent être présentes et donc perturber l'écoulement. Néanmoins, les causes de ces oscillations ne sont pas identifiées. De plus, la géométrie du cas d'étude à considérer en simulation numérique permettant une représentativité de l'écoulement en basse-pression n'est pas connue. Actuellement, il n'existe donc pas de critère pour définir une rampe de remplissage maximale.

L'objectif de ce chapitre est d'identifier les paramètres de coulée permettant la maitrise de la vitesse de remplissage en basse-pression. Pour cela, des essais expérimentaux de caractérisation des écoulements sont développés, puis comparés à des simulations numériques. Les principaux facteurs générateurs d'oscillation sont ainsi identifiés. Deux modèles analytiques sont ensuite proposés pour lier la géométrie des pièces, la rampe de pression et les oscillations résultantes. Ces résultats permettent de proposer des critères analytiques simples de rampe de remplissage maximale en basse-pression.

4.2 Essais expérimentaux de caractérisation du remplissage

4.2.1 Dispositif expérimental

Ce chapitre se concentre sur les phénomènes hydrauliques en phase liquide et ne s'intéresse pas aux phénomènes de solidification. Pour des raisons de sécurité, il a été choisi d'utiliser un alliage d'aluminium pour s'affranchir des problématiques liées à l'oxydation des alliages de magnésium. Le comportement de l'aluminium pourra ensuite être transposé au magnésium à partir des propriétés hydrauliques : la masse volumique, la viscosité et la tension de surface. Ces valeurs sont détaillées dans le tableau 4.1.

Propriété	Aluminium	Magnésium
ρ ($kg.m^{-3}$)	2495 [1]	1558 [2]
μ ($kg.m^{-1}.s^{-1}$)	$1,13.10^{-3}$ [1]	$0,97.10^{-3}$ [2]
γ (N.m^{-1})	0,91 [3]	0,56 [3]

TABLEAU 4.1 – Propriétés physiques de l'aluminium et du magnésium utilisées

La figure 4.1 présente une vue en coupe transversale simplifiée du dispositif expérimental utilisé. Les dimensions du four basse-pression en mode aluminium ont été présentées au chapitre 2.3. Le système se compose :

- du creuset de diamètre ϕ_f arrondi sur la partie basse, inséré dans le four pressurisé par de l'air à une pression P_f ;
- du tube de coulée de hauteur h_{tube}, de diamètre intérieur ϕi_{tube} et de diamètre extérieur ϕe_{tube} ;
- du moule de hauteur 400 mm, d'un diamètre intérieur identique au tube sur une hauteur h_m=100mm, puis d'un changement de section brutal avec une cavité de section S_c.

La réalisation des essais commence par la mise en fusion de 170 kg d'alliage Al-Si13% dans le creuset, puis leur maintien à 750± 5°C . La pression dans le four P_f est ensuite pilotée à partir de la courbe de pression de consigne choisie P_c. La figure 4.2 présente une courbe type de pression de consigne P_c appliquée pour les essais. Elle se décompose en cinq étapes :

- de $t = 0$ à t_1 le tube est rempli avec une rampe de consigne 5 mbar/s ;
- de t_1 à t_2 la pression est stabilisée pendant une seconde ;

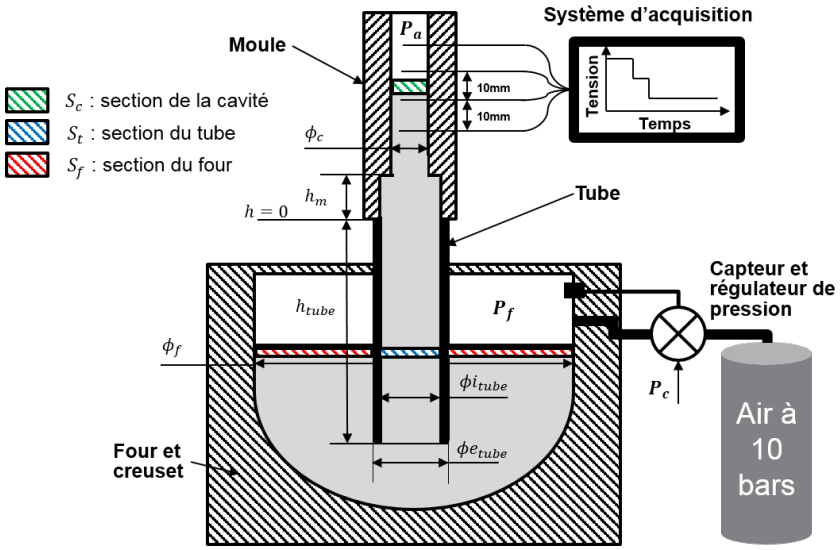


FIGURE 4.1 – Vue en coupe simplifiée du dispositif expérimental utilisé pour la caractérisation des écoulements

- de t_2 à t_3 le moule est rempli avec une rampe de consigne $\dot{P_c}$ différente selon l'essai ;
- de t_3 à t_4 la pression est stabilisée pendant quatre secondes pour stabiliser le niveau de métal ;
- à t_4 la pression est relâchée pour vider le moule et le tube .

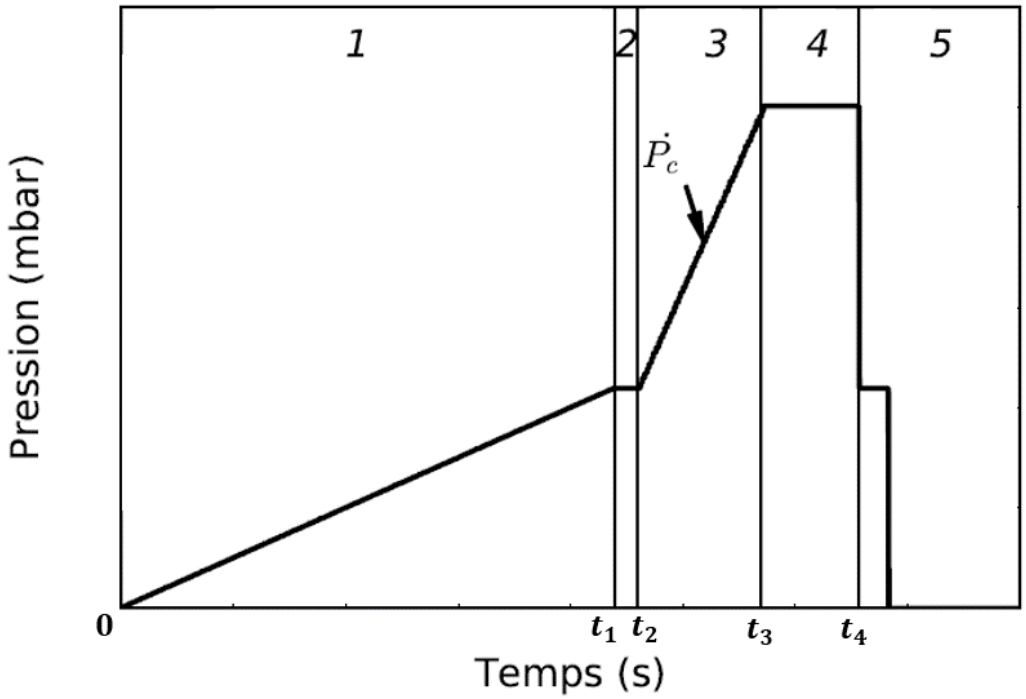


FIGURE 4.2 – Courbe de pression de consigne type utilisée pour les essais

Pour suivre la montée du métal dans les moules, le système d'acquisition présenté au chapitre 2.3 a été utilisé. Les contacts électriques (aiguilles en acier) sont positionnés dans les moules tous les 10 mm de hauteur. La précision de mesure en hauteur est de ±2 mm : elle est due au jeu de positionnement des aiguilles dans le sable. Les températures de l'alliage ont été mesurées grâce à deux thermocouples placés en bas et en haut des moules, afin de s'assurer que l'alliage est totalement li-

quide lors du remplissage.

Deux types de paramètres géométriques ont été testés expérimentalement : le changement de section horizontale R et la géométrie locale du changement en utilisant différentes dimensions caractéristiques d_c. L'objectif est d'identifier quel est leur impact sur la génération des oscillations lors du remplissage.

4.2.2 Effet du changement de section horizontale

4.2.2.1 Paramètres testés

Quatre types de moules ont étés utilisés pour caractériser l'effet du changement de section horizontale R. Il représente le rapport entre la section horizontale de la cavité cylindrique S_c et du tube S_t :

$$R = S_c / S_t \tag{4.1}$$

Les sections horizontales du four, du tube et de la cavité sont définies par :

$$\begin{cases} S_f = \pi(\phi_f{}^2 - \phi e_{tube}{}^2)/4 \\ S_t = \pi(\phi i_{tube}{}^2)/4 \\ S_c = \pi(\phi_c{}^2)/4 \end{cases} \tag{4.2}$$

Les moules étudiés sont décrits dans le tableau 4.2 : la surface verte représente la surface de la cavité S_c et la surface violette représente la surface du tube S_t vues du dessus. Pour R=1, le moule ne contient pas de changement de section, et S_c=S_t. Pour chaque géométrie, les rampes de consigne $\dot{P}_c$ testées sont détaillées avec le nombre d'essais entre parenthèses.

	Groupe 1	Groupe 2		
R (-)	1	0.5	0.24	0.125
Forme				
$\dot{P}_c$ (mbars/s)	5 (4), 15(4), 25(3)	5, 10, 15, 20, 25	5, 10, 15, 20	5, 10, 15, 20, 25(2)

TABLEAU 4.2 – Changements de sections et rampes de consignes testés expérimentalement

Après la réalisation des coulées, les courbes de pression et de température sont étudiées.

4.2.2.2 Résultats de pression et de température

Afin de s'assurer que les essais ne font pas intervenir de phénomènes de solidification, les températures du métal ont été mesurées. Pour toutes les expériences, les températures mesurées de l'alliage lors de la coulée dans le moule se situent entre 750°C et 650°C. Ces températures, au moins 80°C au dessus de la température de liquidus, montrent que l'alliage remplit le moule en phase totalement liquide.

Viswanath [4] a observé que le régulateur de pression pouvait être générateur de variabilité des résultats. Les courbes de pression de consigne P_c et de pression mesurée P_f ont donc été comparées. Pour toutes les expériences, le comportement est similaire ; ainsi, seule une courbe type est détaillée. La figure 4.3 montre l'évolution temporelle de la pression de consigne P_c et de la pression mesurée P_f dans le four, au cours des différentes phases pour un essai réalisé avec R=1 et $\dot{P}_c$= 25 mbar/s. Comparativement à la pression de consigne P_c, la pression mesurée de l'air P_f est retardée et est progressivement ralentie avant la fin du remplissage par le régulateur. La pression de consigne P_c sera

donc utilisée pour décrire le paramètre procédé, mais la pression mesurée P_f sera utilisée pour le tracé des courbes.

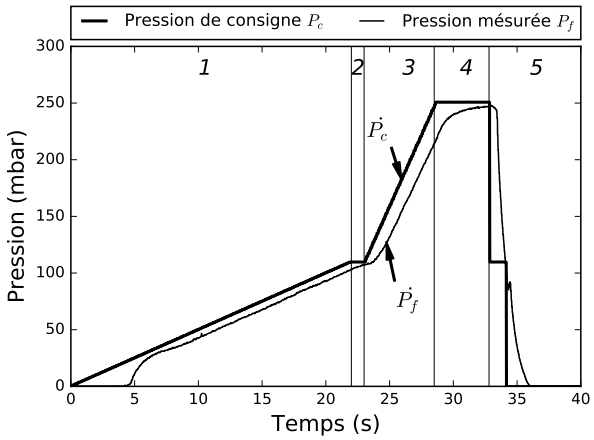


FIGURE 4.3 – Courbes expérimentales de pression de consigne et de pression mesurée du cas R=1 et $\dot{P}_c$= 25mbar/s

Les courbes de remplissage sont analysées puis comparées à des modèles analytiques de la littérature pour les cas R=1 et R<1.

4.2.2.3 Remplissage sans changement de section R = 1

Il a été montré dans l'état de l'art que des modèles analytiques existent pour relier la courbe de pression à l'écoulement résultant. Deux modèles sont ainsi comparés au données expérimentales : le principe de Pascal [5] et le modèle utilisant les équations de Bernoulli [6].

Le principe de Pascal suppose une suite d'états quasi-statiques, avec un fluide non visqueux sans pertes de charges, de masse volumique constante et sans changement du niveau de métal dans le four. Il a été testé pour lier la pression mesurée dans le four P_f à la hauteur du métal dans le moule h :

$$h = \frac{P_f}{\rho g} \tag{4.3}$$

La figure 4.4 montre la comparaison durant les phases 3 et 4 sur le cas R=1 et $\dot{P}_c$ = 25 mbar/s, entre la hauteur mesurée et celle obtenue par l'équation 4.3. La bonne corrélation observée entre le calcul et les points expérimentaux valide les hypothèses précédentes. Il est ainsi possible d'estimer simplement la hauteur de métal dans le moule en fonction de la pression avec cette formule quand R=1. Cette formule peut être affinée en prenant en compte la baisse du niveau de métal dans le four due au remplissage du volume de la pièce. Dans notre cas, la pièce est de petite dimension et ne nécessite pas cette prise en compte. Ce calcul devra en revanche être fait dans le cas d'une pièce industrielle volumineuse.

Bien que le calcul de la hauteur soit importante pour le paramétrage du remplissage (risque de débordement), il a été montré que c'est principalement la vitesse v du front de métal qui génère les défauts. Les équations proposées par Liu [6] permettent de relier linéairement la vitesse de montée dans la cavité v_c à la rampe de pression $\dot{P}_f$ selon :

$$v_c = \frac{\dot{P}_f}{\rho g \left(1 + \frac{RS_t}{S_f}\right)} \tag{4.4}$$

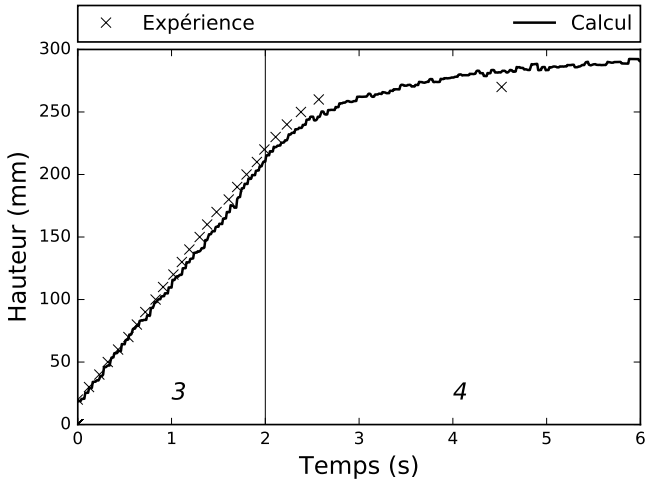


FIGURE 4.4 – Hauteur mesurée et hauteur calculée avec le principe de Pascal du métal dans le cas R=1 et $\dot{P}_c$= 25 mbar/s

Les expériences réalisées avec R=1 ont été étudiées pour déterminer le lien expérimental $\dot{P}_f$ et v_c. Ces valeurs expérimentales ont été calculées à partir des pentes moyennes des courbes de hauteur mesurée h et de pression P_f sur la phase 3 du remplissage. La figure 4.5 montre la vitesse moyenne v_c du front de métal en fonction de la rampe de pression moyenne $\dot{P}_f$. On constate sur cette figure une tendance linéaire entre la vitesse de montée et la rampe de pression mesurée. Ce résultat peut être quantitativement comparé à l'équation 4.4 en considérant : R=1, S_c=S_t, le rapport $S_t/S_f = 0,017$ (géométrie de la machine). Le rapport donné par le calcul $v_c/\dot{P}_f = 4,02\text{mm.mbar}^{-1}$ est proche de la valeur expérimentale $v_c/\dot{P}_f = 4,12\text{mm.mbar}^{-1}$. L'écart relatif de 2% indique que les hypothèses de fluide incompressible, non-visqueux et de remplissage quasi-statique sont adaptées quand R=1.

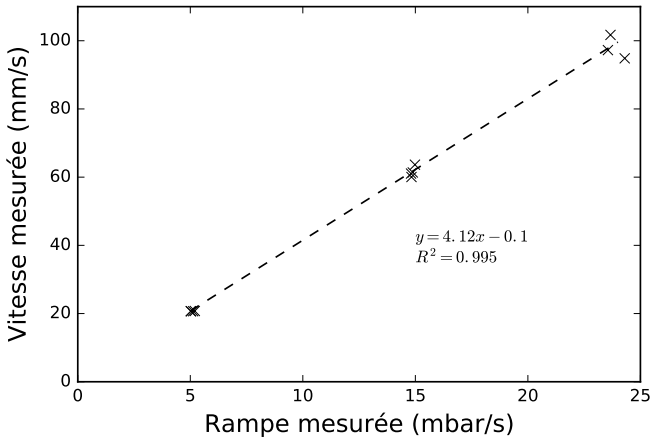


FIGURE 4.5 – Vitesse moyenne mesurée v_c en fonction de la rampe moyenne mesurée $\dot{P}_f$ sur la phase 3 du remplissage avec R=1

Le critère pour déterminer un remplissage trop rapide peut donc être directement relié à la rampe de pression. Si l'on considère la vitesse critique v_{crit} = 0,5 m/s [3] en aluminium pour empêcher l'apparition d'inclusions, on peut calculer la rampe équivalente maximale avec l'équation 4.4. Pour le système étudié avec R=1, la rampe maximale est de 122 mbar/s. Dans le cas du magnésium avec v_{crit} = 0,48 m/s [3], la rampe maximale correspondante est de 73 mbar/s. Ces valeurs loin de la limite machine (30 mbar/s) indiquent que sans changement de section, le remplissage en basse-pression ne devrait pas générer d'inclusion d'oxydes dans les pièces. Pour affiner le calcul, on peut utiliser le critère de Weber W_e = 1 comme limite. On peut donc exprimer le nombre de Weber donné par

l'équation 1.6 en fonction de la pression $\dot{P_f}$ à partir de l'équation 4.4 :

$$We = \frac{\rho d_c v_c^2}{\gamma} = \frac{d_c \dot{P_f}^2}{\left(1 + \frac{RS_t}{S_f}\right)^2 \gamma \rho g^2} < 1 \tag{4.5}$$

Cela permet de définir une rampe maximale de pré-pression dans le tube de diamètre d_c=70 mm de 18 mbar/s en aluminium. En magnésium, la rampe maximale est de 11 mbar/s. A l'inverse, on peut selon la rampe définir une dimension caractéristique maximale admissible de la pièce d_c pour ne pas dépasser un nombre de Weber de 1.

Cette première partie démontre que sans changement de section le remplissage peut être considéré quasi-statique et sans pertes de charge. Les limites de rampes admissibles pour éviter les inclusions sont connues. Toutefois, les pièces industrielles comportent des changements de sections et ne sont pas de la même section que le tube de coulée.

4.2.2.4 Remplissage avec un changement de section R < 1

De la même manière que pour R=1, les courbes du niveau de métal dans le moule en fonction du temps ont été extraites pour les essais du groupe 2. La figure 4.6 montre ces courbes pour le cas R=0,125 pour différentes rampes mesurées $\dot{P_f}$. Sous le changement de section, le métal monte linéairement. Au passage de la restriction (à h_m=100 mm), la vitesse augmente et un phénomène d'oscillations débute. L'amplitude de ces oscillations est d'autant plus intense que la rampe de pression mesurée $\dot{P_f}$ est importante.

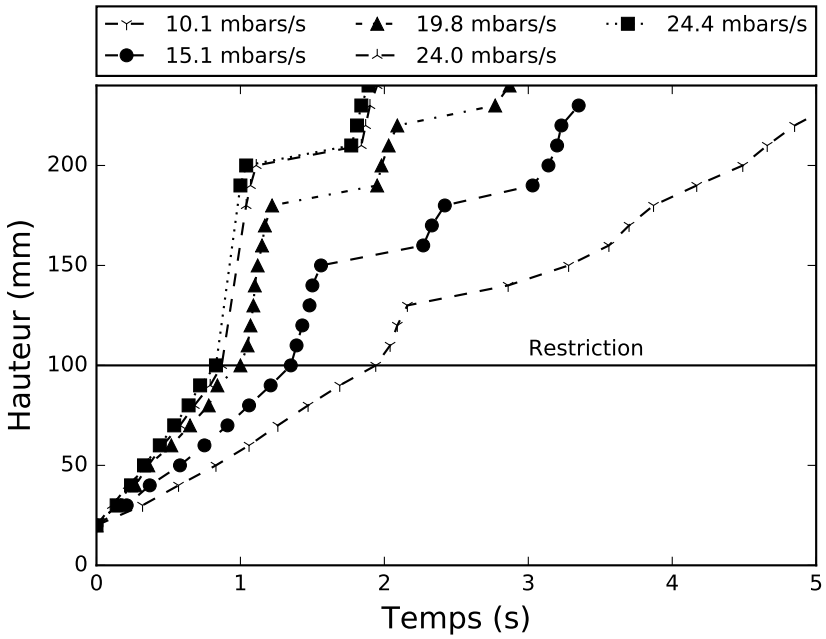


FIGURE 4.6 – Courbe de hauteur du métal dans le moule en fonction du temps avec R=0,125 pour des rampes $\dot{P_f}$ croissantes

Afin de caractériser ces oscillations, il est possible d'observer une vitesse maximale v_{max} et un dépassement de hauteur δh du niveau de métal comparativement à un moule sans restriction tel qu'illustré sur la figure 4.7. Pour quantifier δh, les courbes sont découpées en deux parties : avant et après restriction. La première partie de la courbe est interpolée linéairement puis extrapolée au dessus de la restriction. Cette fonction est ensuite soustraite aux données expérimentales pour obtenir l'influence du changement de section. La valeur maximale de l'écart est extraite pour chaque cas et représente la valeur du dépassement maximal δh.

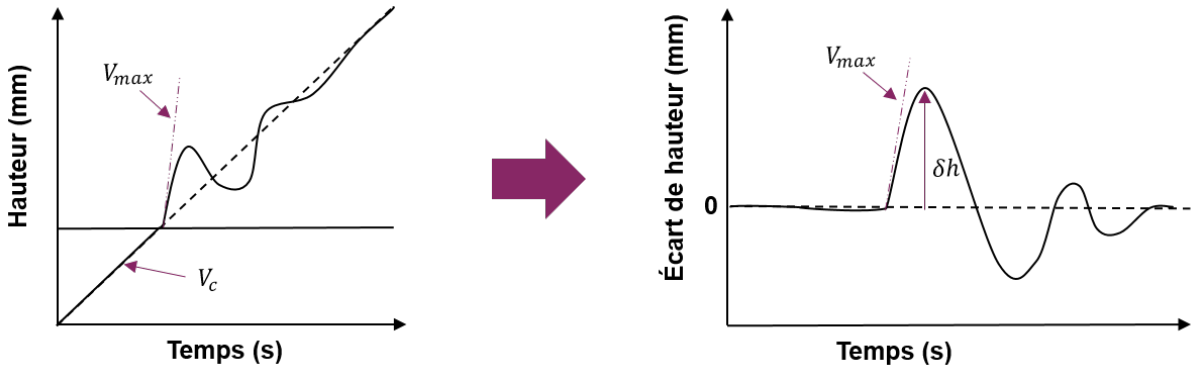
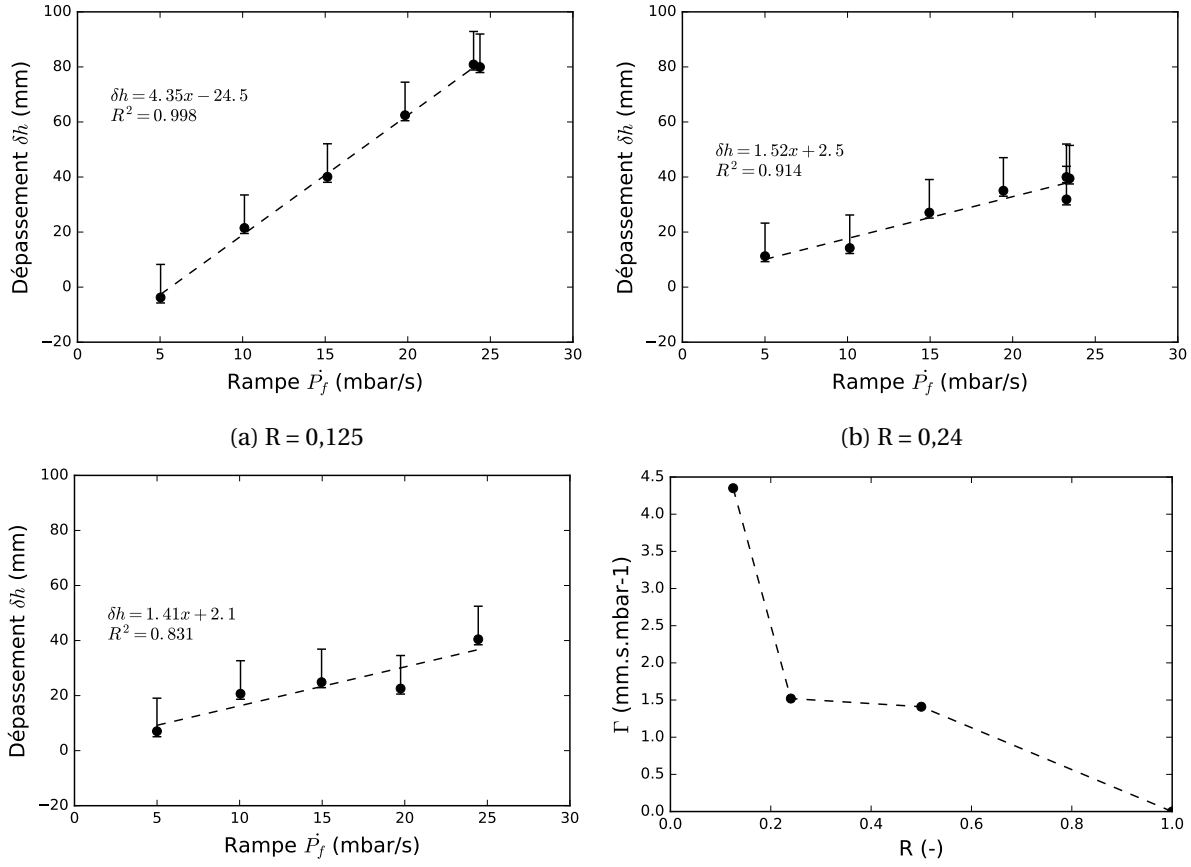


FIGURE 4.7 – Principe de caractérisation du dépassement δh et de la vitesse maximale v_{max}

La figure 4.8 présente les valeurs expérimentales de δh en fonction de la rampe mesurée $\dot{P}_f$ pour chaque changement de section R. La barre d'erreur inférieure représente la précision de position verticale du contact (2 mm). La barre d'erreur supérieure représente l'espacement entre deux contacts (10 mm) plus l'incertitude en position (2 mm) : le dépassement maximal réel se situe en effet entre le contact déjà touché et le contact suivant qui n'est pas encore touché. Pour chaque graphique (4.8a,4.8b et 4.8c), le dépassement augmente proportionnellement à la rampe. Le coefficient directeur de la régression Γ est ensuite tracé en fonction de la restriction R en figure 4.8d. Ces graphiques montrent l'effet linéaire de $\dot{P}_f$ et non linéaire de R sur le dépassement. Le dépassement maximal observé pour R=0,125 et $\dot{P}_c$ = 25 mbar/s est proche de 100 mm. Pour les moules utilisés de hauteur 400 mm, correspondant à l'ordre de grandeur de hauteurs de moules industriels, ce dépassement correspond à 25 % de la hauteur totale. En pratique, outre le fait d'augmenter la vitesse, le risque de débordement et donc de projections de métal liquide est présent si le moule n'est pas adapté.

Les courbes expérimentales ont également été traitées pour extraire la vitesse maximale v_{max} obtenue pendant la première oscillation. Cette vitesse maximale a été estimée en prenant la valeur moyenne entre les deux premiers contacts électriques après le changement de section. La figure 4.9a présente les vitesses maximales mesurées en fonction de la rampe pour les trois changements de section. La vitesse critique de Campbell v_{crit} = 500 mm/s pour l'aluminium est également tracée. Dans la gamme des rampes de la machine pour R > 0,5, la vitesse ne dépasse pas 500 mm/s. La rampe de consigne critique est 25 mbar/s dans le cas R = 0,24 et 15 mbar/s pour R = 0,125. Cependant, la précision expérimentale sur la mesure de la vitesse maximale montre des variations relativement importantes. En effet, dans les cas où R = 0,24 et $\dot{P}_c$ = 25 mbar/s, les vitesses maximales mesurées vont de 340 à 520 mm/s. Dans le cas le plus critique (R = 0,125 et $\dot{P}_c$ = 25 mbar/s), l'accélération est tellement haute que la vitesse n'a pas pu être mesurée : la fréquence d'acquisition de 100 Hz et l'espacement des contacts de 10 mm permet la mesure d'une vitesse maximale de 1 m/s. La figure 4.9b montre le rapport entre la vitesse maximale mesurée et la vitesse théorique de montée (équation 4.4). Pour les restrictions R > 0,24 dans la gamme de rampes testées, le ratio reste sous un facteur 6. Dans le cas où R = 0,125 ce facteur peut être supérieur 12.

Ces résultats montrent l'importance de la prise en compte des changements de section horizontale R dans le choix de la rampe. Les hypothèses de remplissage quasi-statique dans ces cas sont inappropriées. Les valeurs théoriques de montée issue de l'équation 4.4 sont clairement insuffisantes pour prédire le dépassement δh, la vitesse maximale du front v_{max} et ainsi les risques de création d'inclusion d'oxydes.



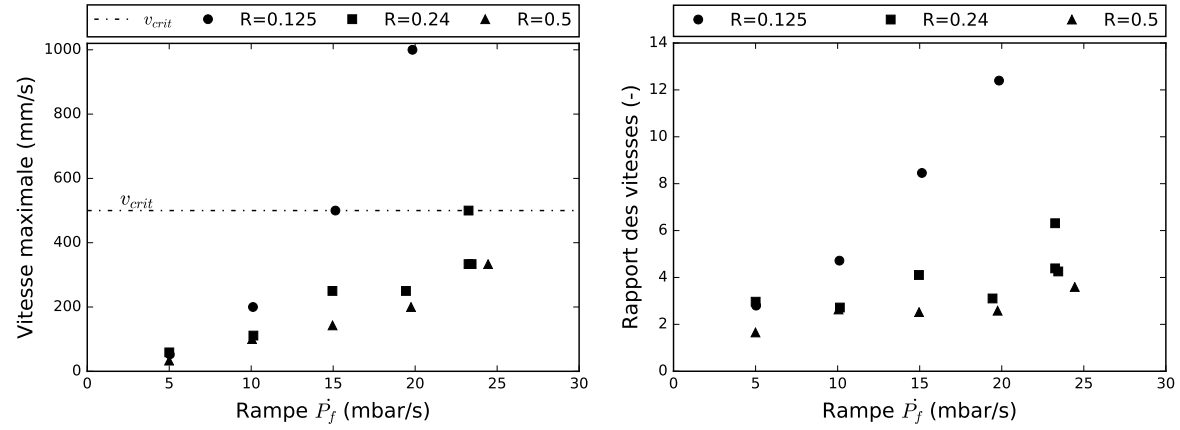
(a) R = 0,125

(b) R = 0,24

(c) R = 0,5

(d) Effet de la restriction R

FIGURE 4.8 – Résultats expérimentaux de caractérisation du dépassement δh (•) en fonction de la rampe mesurée $\dot{P}_f$ et du changement de section horizontale R avec la tendance interpolée (−−)



(a) Vitesses maximales mesurées

(b) Rapport entre les vitesses maximales mesurées et théoriques

FIGURE 4.9 – Vitesses maximales mesurées en fonction de la rampe $\dot{P}_f$ pour différents changements de section horizontale R

4.2.3 Effet de la géométrie locale

4.2.3.1 Paramètres testés

Il a été montré précédemment l'importance du changement de section horizontale R sur la génération des oscillations mais les géométries locales du changement de section considérées ont été li-

mitées à des cylindres concentriques. Or les pièces industrielles peuvent contenir des géométries plus complexes. Afin de quantifier l'effet de la forme locale du changement et de l'effet de la dimension caractéristique d_c, des essais complémentaires ont été réalisés. Trois formes différentes, présentées dans le tableau 4.3, ont été sélectionnées : un cylindre droit concentrique de diamètre 34 mm, une couronne concentrique d'épaisseur 5 mm et six barres de diamètre 14 mm . Ces géométries possèdent ainsi un changement de section horizontale identique (R=0,24) mais des dimensions caractéristiques d_c de l'écoulement différentes. Ces moules ont été coulé avec une rampe $\dot{P}_f$= 25 mbars/s.

Type	Droit	6 Barres	Couronne
Forme			
d_c (mm)	34	14	5

TABLEAU 4.3 – Formes des empreintes testées expérimentalement avec R=0,24 et leurs dimensions caractéristiques d_c

4.2.3.2 Évolution de la hauteur remplie pour différentes géométries locales

La figure 4.10 montre la hauteur mesurée en fonction du temps pour les trois formes. Ces courbes décrivent un comportement similaire du niveau de métal avant et après le changement de section. Cela indique que quelle que soit la forme, le facteur principal impactant la vitesse maximale de montée de l'alliage est le rapport de changement de section R. La forme locale et la dimension caractéristique d_c n'ont pas d'impact significatif.

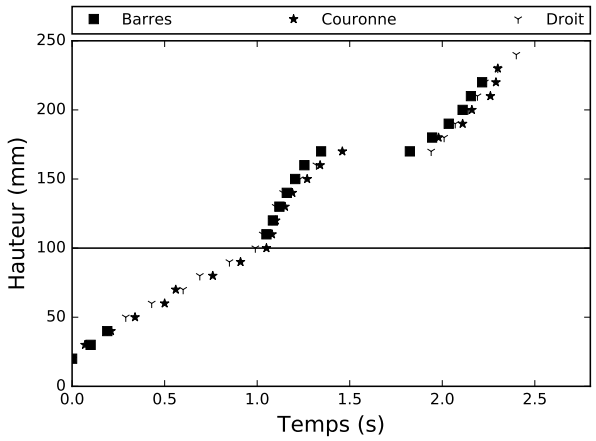


FIGURE 4.10 – Hauteur du métal dans le moule en fonction du temps pour les 3 formes étudiées avec R=0,24 et une rampe de consigne de 25 mbar/s

Il a été détaillé précédemment que le critère de Weber faisant intervenir la dimension caractéristique de l'écoulement d_c permet de caractériser la déstabilisation de la surface. A partir d'une vitesse maximale expérimentale mesurée de 340 mm/s et de la dimension caractéristique d_c des géométries, il est possible de calculer le nombre de Weber associé pour les trois cas :

- Cas Droit (d_c= 34 mm) : W_e= 11
- Barres (d_c= 14 mm) : W_e= 4
- Couronne (d_c= 5 mm) : W_e= 1.6

Avec un changement de section R identique, l'impact de la dimension caractéristique est visible. Si la couronne entraine un nombre de Weber proche de 1 (donc avec peu de turbulence de surface),

le changement droit implique un W_e grand devant 1 et donc des risques de turbulence de surface. Ainsi, le concepteur après avoir limiter le changement de section R pourra chercher à diminuer les épaisseurs caractéristiques d_c. Il est à noter que la dimension caractéristique devra rester suffisamment grande pour limiter le refroidissement et empêcher la malvenue.

Bien que l'épaisseur caractéristique d_c puisse influer sur la turbulence, les résultats expérimentaux montrent que le changement de section horizontale R dans une pièce est le facteur principal. Ces essais expérimentaux ne permettent pas de caractériser tous les paramètres influant pour étendre l'étude à tous les systèmes LPC et alliages. Il est ainsi proposé dans la suite le développement de simulations numériques des écoulements en basse-pression afin d'identifier l'origine des oscillations.

4.3 Simulation numérique du remplissage

4.3.1 Définition des géométries à considérer

4.3.1.1 Cas étudié

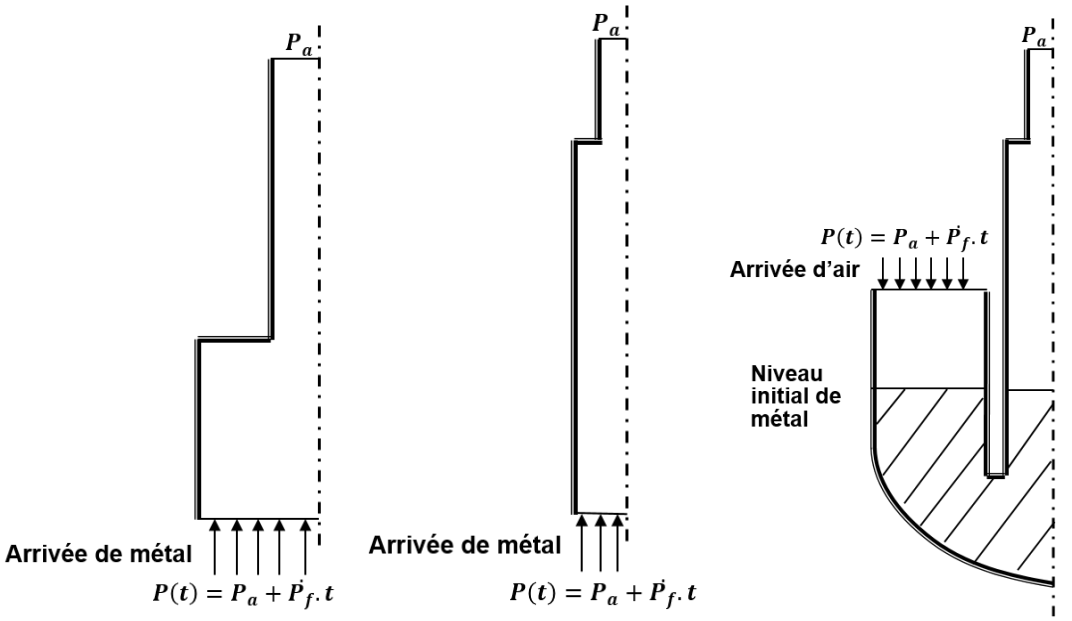
Il a été montré au chapitre 1.3.3 que les travaux de la littérature ont considéré différents éléments du système basse-pression pour simuler les écoulements. Des résultats expérimentaux indiquant quelles géométries considérées étaient les plus pertinentes n'ont pas été trouvés. L'objectif de cette partie est donc de définir l'origine des oscillations. Pour cela, trois cas différents présentés sur la figure 4.11 ont été simulés :

- Métal dans le moule seulement : Cas A (Figure 4.11a) ;
- Métal dans le moule et le tube : Cas B (Figure 4.11b) ;
- Métal dans le moule, dans le tube, dans le creuset et l'air : Cas C (Figure 4.11c) .

Pour réduire les temps de calcul, les géométries considérées sont réalisées en 2D axisymétrique. Dans le cas A, seule la géométrie du moule est considérée. Le système est initialement rempli avec de l'air et une condition limite de pression de métal est appliquée sur le bas du moule. La rampe de pression appliquée correspond à la rampe de pression dans le four $\dot{P_f}$ utilisée lors des expériences. La pression atmosphérique appliquée sur le haut du moule permet à l'air de s'échapper pendant la montée du métal. Il n'y a pas d'échange de matière et une condition limite de vitesse nulle est appliquée aux parois. Dans le cas B, la géométrie est prolongée par le bas pour simuler la longueur totale au diamètre du tube (h_t=h_m+h_{tube}). Les conditions limites sont inchangées. Seul le volume de métal présent sous la restriction au moment du changement de section est plus important. Dans le cas C, le métal dans le creuset et l'air dans le four sont considérés. La condition limite de pression est appliquée à l'air et non plus au métal. Ce cas est le plus proche des conditions expérimentales. Afin de s'assurer de la convergence des calculs avec la diminution de la taille du maillage, des maillages de 2 mm, 1 mm et 0,5 mm de taille moyenne des éléments quadratiques ont été testés sur le cas B considéré comme représentatif. Le maillage de 1 mm a été utilisé par la suite.

Comme il a été décrit au chapitre 2.5.1, la simulation des écoulements a été réalisée avec les modèles $\kappa - \epsilon$ et VOF. L'aluminium à l'état liquide est considéré comme un fluide newtonien et incompressible, la viscosité et la masse volumique utilisées sont celles du tableau 4.1. L'air au dessus du métal est également défini comme incompressible, avec une masse volumique $\rho = 1,442\ kg.m^{-3}$ et newtonien avec une viscosité $\mu = 0,000018\ kg.m^{-1}.s^{-1}$ constantes issues de la base de données Fluent.

Le niveau du front de métal est choisie comme étant la hauteur de l'interface entre l'air et le métal au centre du tube. La fraction volumique de 0,5 est définie comme représentant l'interface. La méthode utilisée pour extraire la hauteur est illustrée en annexe sur la figure A.3. La hauteur du



(a) Cas A (b) Cas B (c) Cas C

FIGURE 4.11 – Schémas des trois ensembles de géométries considérées dans la simulation des écoulements

métal peut ainsi être tracée en fonction du temps et peut être comparée à la hauteur mesurée pour différents cas.

4.3.1.2 Comparaison entre expérience et simulation

Afin d'identifier quelle géométrie du système de coulé basse-pression doit être considérée pour être représentative des écoulements en basse-pression, les paramètres d'un cas expérimental de référence ont été utilisées avec les trois géométries numériques A, B et C. Le cas de référence choisi correspond à un changement de section R=0,125 et une rampe de pression $\dot{P_f}$ = 15 mbar/s. La figure 4.12 présente les courbes de la hauteur mesurée et des hauteurs simulées obtenues. Les points expérimentaux sont présentés avec une incertitude de hauteur ± 2 mm correspondant à la précision des contacts électriques.

On retrouve la montée linéaire du métal avant restriction dans tous les cas simulés. Au passage de la restriction, on observe une accélération du front, un dépassement puis le phénomène d'oscillation. Pour la simulation du métal dans le moule uniquement(Cas A), un plus faible dépassement que dans le cas expérimental est observé, suivi d'un phénomène oscillatoire de faible amplitude. La simulation du métal dans le tube et dans le moule (cas B) montre un dépassement légèrement supérieur au cas expérimental, puis les écarts augmentent avec le temps. Ce cas B révèle que la déstabilisation est si intense que le métal passe deux fois par le changement de section. Le cas C montre la même tendance que le cas B. Ces comparaisons entre le cas expérimental et les cas numériques montrent que le cas A, simulant uniquement le métal dans le moule, est insuffisant pour prédire les phénomènes hydrauliques en basse-pression. Les résultats représentatifs des cas B et C sur le premier dépassement montrent que les effets dynamiques du métal liquide dans le système basse-pression induisent les oscillations et ne sont pas négligeables. La comparaison entre les cas B et C indique que la majeure partie de ces effets dynamiques proviennent du tube.

Pour les cas B et C, on voit que le premier dépassement est bien prédit. Néanmoins, les courbes simulées s'éloignent avec le temps. Ces écarts peuvent être expliqués par les effets thermiques non pris en compte. En effet, lors des expériences, le métal refroidit : sa masse volumique et sa viscosité augmentent. Ainsi, le modèle proposé est adapté pour le premier dépassement, mais les effets ther-

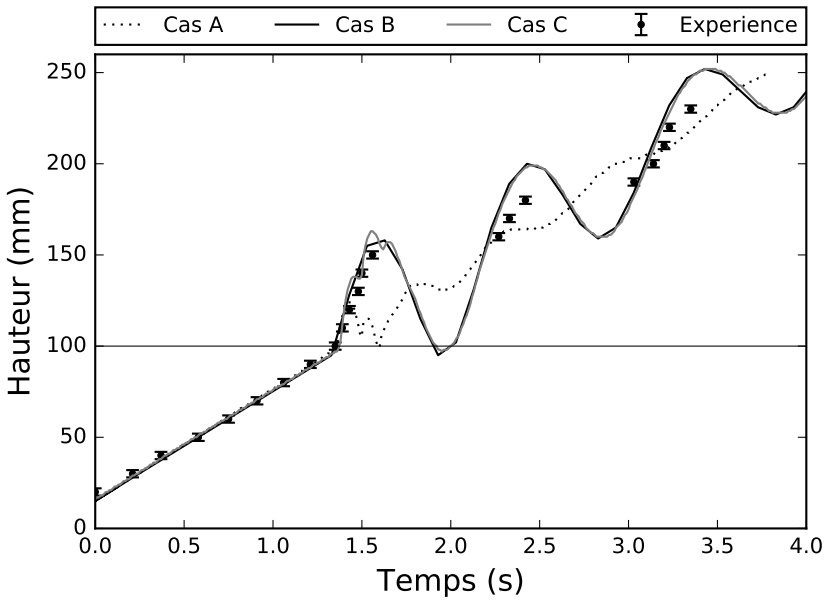


FIGURE 4.12 – Hauteurs expérimentales et numériques en fonction du temps pour R=0,125 et $\dot{P}_f$ = 15 mbar/s

miques doivent être ajoutés pour prédire correctement l'ensemble du phénomène. Toutefois, comme la première déstabilisation est la plus violente, c'est elle qui semble la plus susceptible de générer des phénomènes d'inclusions. La suite de l'étude sera ainsi focalisée sur ce premier dépassement bien prédit avec ces simulations.

Par ailleurs, de petites variations de hauteur sont observées sur le cas C. Ce résultat de simulation a révélé la création d'inclusions de bulles d'air dans le métal au niveau de la restriction. Ce phénomène est illustré en annexe figure A.4. Ces bulles sont potentiellement responsables de la déformation du front de métal. Elles peuvent aussi être génératrices de porosités gazeuses et d'inclusions d'oxydes dans le cas réel. Si dans le cas de moule en sable poreux, ce gaz est susceptible de s'évacuer avant l'arrivée du front, ce n'est plus le cas avec un moule métallique. Cette observation incite à limiter dans les pièces les changements brusques de section horizontale pour éviter ce phénomène : une solution est de réaliser un changement progressif pour permettre aux gaz de s'échapper avant l'arrivée du métal. La caractérisation expérimentale n'étant pas assez fine pour observer ces bulles, cet aspect n'a pas été plus détaillé.

Ces simulations permettent à présent de savoir qu'il faut considérer au minimum le métal dans le moule et dans le tube pour être représentatif de l'évolution du niveau moyen de métal lors du premier dépassement. Néanmoins, les facteurs à l'origine des oscillations ne sont pas clairement identifiés. Un plan d'expérience numérique est donc proposé pour déterminer l'influence respective de chaque paramètre sur les oscillations.

4.3.2 Plan d'expérience numérique

L'objectif de ce plan d'expérience est d'étudier numériquement l'effet des propriétés de l'alliage (ρ, μ et γ), du changement de section R, de la dimension caractéristique d_c, de la rampe $\dot{P}_f$ et de la longueur du tube sous le changement de section h_t sur les oscillations. La hauteur h_t correspond à la longueur du tube h_{tube} plus la hauteur du moule sans changement de section h_m. Les géométries et les conditions limites sont les mêmes que celles présentées pour le cas de simulation B. Une étude de sensibilité au maillage a été réalisée sur le cas le plus critique (vitesse la plus élevée) avec des maillages de 5, 2 et 1 mm . Un maillage de 2 mm a été utilisé pour vingt simulations en faisant varier les paramètres. Le tableau 4.4 liste les paramètres testés. Il est détaillé dans la suite l'effet de chaque paramètre sur les oscillations et notamment sur le dépassement maximal δh. Ce dépassement a été

caractérisé de la même manière qu'expérimentalement (figure 4.7) : il correspond à l'amplitude maximale de l'oscillation.

Effet testé \ Valeurs	R (−)	d_c (mm)	γ (N/m)	$\dot{P_f}$ $(mbar/s)$	h_t (m)	ρ $(kg.m^{-3})$	μ (P$a.s$)
γ	0.24	34	0.914	25	1.053	2495	0.00113
			-				
d_c	0.24	34	-	25	1.053	2495	0.00113
		14					
		5					
R	0.125	25	-	15	1.053	2495	0.00113
	0.24	34	-				
	0.5	50	-				
	2	99	-				
	4	140	-				
	8	198	-				
$\dot{P_f}$	0.24	34	-	5	1.053	2495	0.00113
				15			
				25			
	4	140	-	5	1.053	2495	0.00113
				15			
				25			
h_t	0.125	24	-	25	1.053	2495	0.00113
					1.053/2		
					1.053/4		
ρ	0.125	24	-	25	1.053	2495 (Al)	0.00113
						1558 (Mg)	
						1000 (H_2O)	
μ	0.125	24	-	25	1.053	2495	0.00113
							0.0113
							0.000113

TABLEAU 4.4 – Tableau récapitulatif des paramètres testés dans le plan d'expérience numérique

4.3.2.1 Effet de la tension de surface

Afin d'estimer l'effet de la tension superficielle γ sur le dépassement, une simulation incluant la tension de surface a été comparée au même cas sans tension de surface. La figure 4.13 montre la comparaison de la hauteur en fonction du temps pour R=0,24 et $\dot{P_f}$ = 25 mbar/s. Il est possible d'observer que la tension de surface n'affecte pas l'allure générale de la hauteur remplie. L'observation du premier dépassement permet de noter de légères perturbations. Ces variations observées numériquement n'ont pas pu être caractérisées expérimentalement. Dans la mesure où la tension superficielle est fonction de paramètres comme la température [7] ou le gaz d'inertage [8] dans le cas du magnésium et qu'elle n'influe que peu sur l'allure générale de l'écoulement, elle ne sera pas prise en compte dans la suite de l'étude.

4.3.2.2 Effet de la dimension caractéristique

Afin de déterminer l'influence de la dimension caractéristique d_c sur le premier dépassement, les trois géométries présentées précédemment dans le tableau 4.3 ont été simulées. Elles permettent de faire varier la dimension caractéristique d_c tout en gardant un changement de section constant R=0,24. La figure 4.14 montre les courbes numériques de hauteur en fonction du temps pour les trois géométries (tube droit, six barres et couronne). Les hauteurs dans tous les cas sont très proches. En

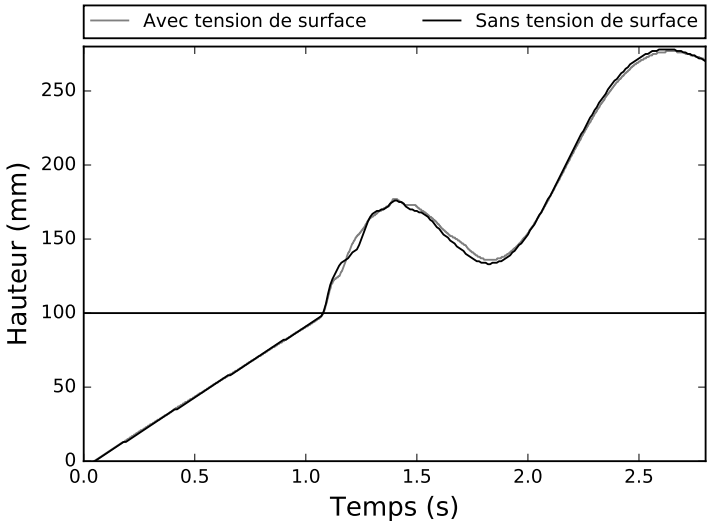


FIGURE 4.13 – Hauteur de métal simulée en fonction de la prise en compte de la tension de surface pour R = 0,24 et $\dot{P}_f$ = 25 mbar/s

regardant en détail le premier dépassement, on constate des perturbations pour le cas du tube droit ayant la plus grande dimension caractéristique. Ces perturbations étant de faible amplitude, elles peuvent être liées aux perturbations en surface. L'analyse des nombres de Weber faite au paragraphe 4.2.3 a montré que le cas du tube droit était le cas présentant le plus grand risque de turbulence de surface (plus grande dimension d_c). Cela permet de confirmer qualitativement la présence de perturbations plus importantes en surface quand la dimension caractéristique augmente.

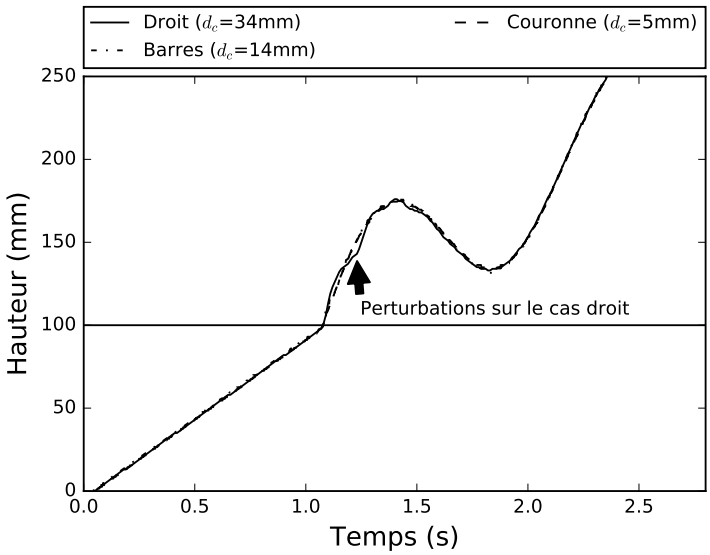


FIGURE 4.14 – Hauteur de métal simulée en fonction du temps pour trois dimensions caractéristiques d_c avec R = 0,24 et $\dot{P}_c$=25 mbar/s

La géométrie locale et la dimension caractéristique ont donc peu d'influence sur le dépassement maximal et la période des oscillations. Il ne seront donc pas pris en compte et seul des cylindres concentriques seront étudiés.

4.3.2.3 Effet de la viscosité

Pour représenter un grand intervalle de viscosité, la viscosité de l'aluminium μ présentée dans le tableau 4.1 est multipliée et divisée d'un ordre de grandeur. La figure 4.15 montre les écarts de hauteur sur un cas expérimental associée aux trois simulations avec pour viscosité μ,μ × 10 et μ ÷ 10. Sur la première perturbation tant en dépassement qu'en vitesse, seuls des écarts minimes entre la viscosité faible ou haute sont visibles. De même, la période des oscillations est similaire pour tous les cas. En revanche, les écarts d'amplitude augmentent avec le temps et montrent l'importance de la prise en compte de l'évolution des propriétés thermiques. Comme la multiplication d'un facteur 10 de la viscosité ne réduit que d'un millimètre l'amplitude maximale du premier dépassement, cela indique que les effets dissipatifs sont peu marqués sur le premier dépassement. La variation de viscosité peut être négligée pour la caractérisation de la déstabilisation maximale.

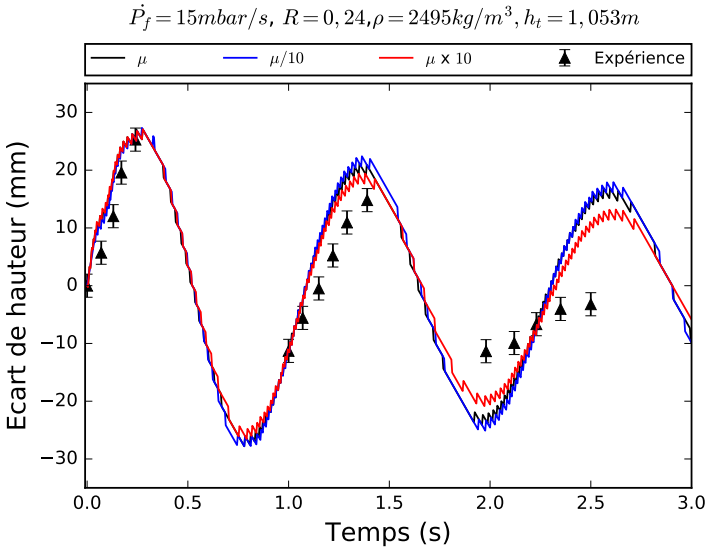


FIGURE 4.15 – Comparaison de l'effet de la viscosité simulée sur les oscillations à l'expérience sur le cas R=0,24, $\dot{P_f}$=15 mbar/s , h_t=1,053m et ρ=2495 $kg.m^{-3}$

4.3.2.4 Effet de la masse volumique

Trois simulations ont été réalisées avec des valeurs de masse volumique correspondant à l'aluminium, au magnésium et à l'eau. La figure 4.16 montre l'effet de la masse volumique sur le dépassement. Le dépassement observé est inversement proportionnel à la masse volumique de l'alliage ρ. Cela indique notamment que le refroidissement et la solidification où la masse volumique augmente, auront tendance à diminuer l'amplitude des oscillations. De plus, les alliages de magnésium avec une masse volumique plus faible seront plus sensibles aux perturbations que les alliages d'aluminium.

4.3.2.5 Effet de la rampe de pression

La figure 4.17a illustre l'effet de la rampe de pression $\dot{P_f}$ sur le dépassement maximal δh pour R<1. Le dépassement mesuré numériquement montre une proportionnalité avec la rampe de pression. Ce résultat numérique confirme la tendance observée expérimentalement (figure 4.8b). La figure 4.17b décrit l'effet de la rampe pour des agrandissements de section (R > 1). Dans ce cas, le dépassement considéré est négatif et correspond à un retard maximum (amplitude maximale de l'oscillation). La rampe à un effet linéaire quel que soit le type de changement de section.

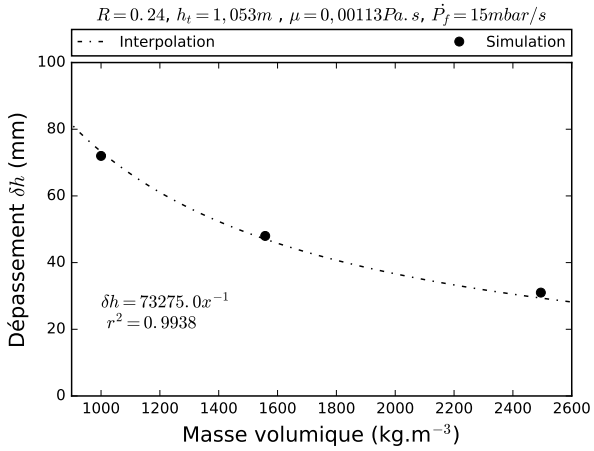
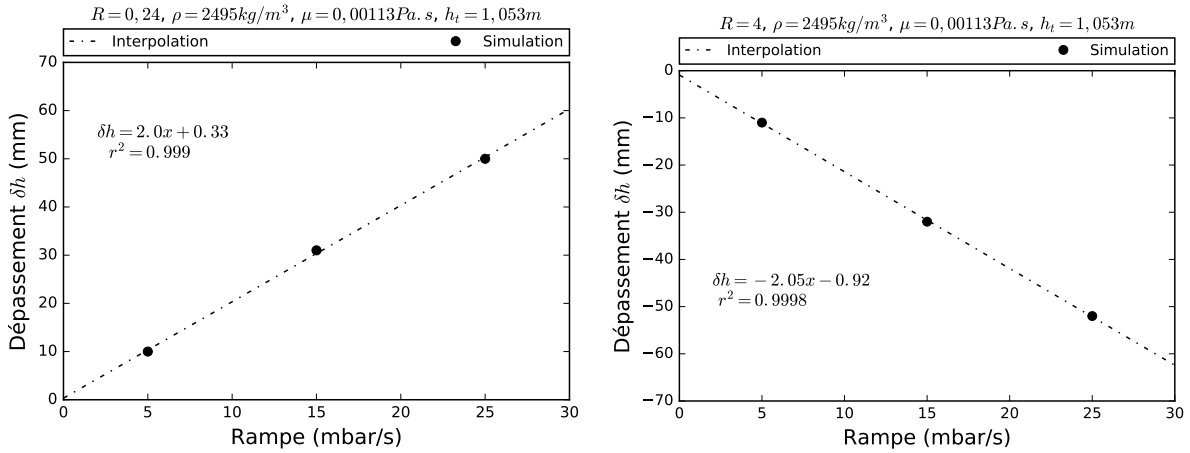


FIGURE 4.16 – Caractérisation numérique de l'effet de la masse volumique ρ sur le dépassement δh



(a) Pour R < 1

(b) Pour R > 1

FIGURE 4.17 – Caractérisation numérique de l'effet de la rampe de pression $\dot{P}_f$ sur le dépassement δh

4.3.2.6 Effet du changement de section

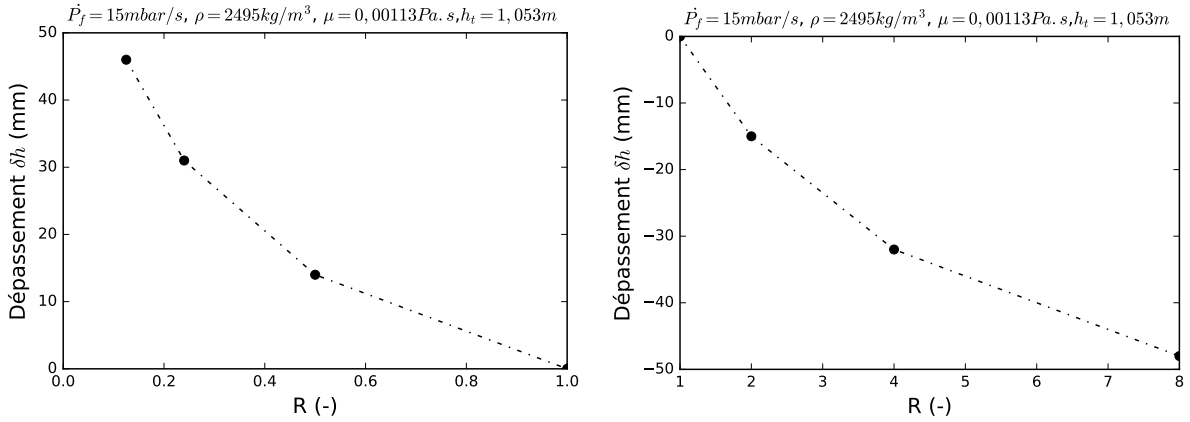
La figure 4.18a présente l'effet du facteur R sur le dépassement. On retrouve numériquement l'évolution non linéaire observée expérimentalement (figure 4.8d). L'extension aux agrandissements de section montre également que le coefficient R a une influence non linéaire sur l'amplitude du retard du niveau de métal dans le cas d'un agrandissement.

4.3.2.7 Effet de la hauteur sous le changement de section

Il a été établi par simulation l'importance de la prise en compte du métal dans le tube pour représenter la perturbation du métal. De plus, la longueur du tube est variable selon les systèmes LPC et peut potentiellement être ajustée sur la machine étudiée. La figure 4.19 montre l'effet de la longueur h_t sous le changement de section. Les valeurs choisies correspondent à la longueur totale, la longueur totale divisée par deux, et la longueur totale divisée par quatre. On observe ainsi que le dépassement est affecté d'une manière non linéaire. La fonction d'interpolation est proche d'une racine carrée de la longueur sous le changement h_t.

Ce plan d'expérience numérique montre que l'amplitude maximale des oscillations est peu affectée par la géométrie locale, la dimension caractéristique d_c, la tension de surface γ ou la viscosité μ. Il est ainsi possible de proposer une première fonction analytique du dépassement sachant que δh :

- est proportionnel à $\dot{P}_f$;



(a) Pour R < 1

(b) Pour R > 1

FIGURE 4.18 – Caractérisation numérique de l'effet de la restriction R sur le dépassement δh

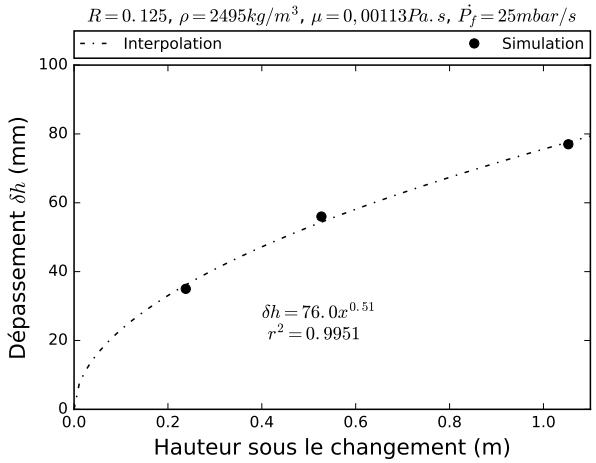


FIGURE 4.19 – Caractérisation numérique de l'effet de la hauteur sous le changement de section h_t sur le dépassement δh

- est impacté non linéairement par R ;
- évolue selon la racine carrée de la hauteur totale $\sqrt{h_t}$;
- évolue de manière inversement proportionnelle à ρ .

On s'attend alors à trouver une fonction de la forme :

$$\delta h \approx k.\frac{\dot{P_f}\sqrt{h_t}}{\rho}.\Gamma(R) \tag{4.6}$$

Avec k une constante dépendant du cas d'étude et $\Gamma(R)$ une fonction du changement de section à déterminer. Pour ne pas devoir étudier expérimentalement ou numériquement ces valeurs pour chaque association de four basse-pression, d'alliage ou de moule, un modèle analytique a été développé.

4.4 Développement d'un modèle analytique du dépassement maximal

4.4.1 Mise en équation

Comme il a été montré par simulation numérique au paragraphe 4.3.1, l'essentiel des effets dynamiques provient du métal dans le tube. Ainsi, seuls le métal dans le moule et le métal dans le tube

seront considérés. Pour lier l'amplitude maximale des oscillations aux paramètres, il faut tout d'abord déterminer les vitesses moyennes dans chaque partie du système. A partir de l'équation 1.3 et en y incluant les rapports de changement de section $R = S_c/S_t$ et $\beta = S_t/S_f$, la vitesse du fluide dans le tube v_t et la vitesse du fluide dans la cavité v_c en écoulement non visqueux quasi-statique, on définit :

$$v_t = \frac{\dot{P_f}}{\rho g}.\frac{R}{1+R\beta} \tag{4.7}$$

$$v_c = \frac{\dot{P_f}}{\rho g}.\frac{1}{1+R\beta} \tag{4.8}$$

Au moment exact du changement de section, une discontinuité apparait pour la vitesse dans le tube à cause du changement de la valeur de R. La vitesse dans le tube diminue dans le cas $R < 1$ et augmente quand $R > 1$. Il est clair que ce changement de vitesse entre ces deux états ne peut pas être instantané au passage du changement de section horizontale. L'instant considéré est le moment où le métal est au niveau exact du changement de section. Le système étudié est le volume de métal dans le tube de coulée d'une hauteur totale h_t. On rappelle que h_t est la somme de la hauteur du tube h_{tube}=0,953 m plus la hauteur du moule sans changement de section h_m=0,1 m pour les cas expérimentaux étudiés. Cette hauteur représente la hauteur de métal sous le changement de section ayant la même section que le tube S_t. L'énergie cinétique E_c de ce système est alors donnée par :

$$E_c = 0,5\rho S_t h_t {v_t}^2 \tag{4.9}$$

Au moment exact du changement de section, la discontinuité des vitesses donne deux valeurs de v_t. La vitesse juste avant le changement de section ${v_t}^-$ correspond à un coefficient R=1. La vitesse juste après le changement de section ${v_t}^+$ correspond à une valeur de $R \neq 1$. Entre ces deux états, la différence d'énergie cinétique est :

$${E_c}^- - {E_c}^+ = \frac{S_t h_t {\dot{P_f}}^2}{2\rho g^2}\left[\left(\frac{1}{1+\beta}\right)^2 - \left(\frac{R}{1+R\beta}\right)^2\right] \tag{4.10}$$

Si l'on considère que les pertes de charge sont négligeables, cet excès ($R < 1$) ou ce manque ($R > 1$) d'énergie cinétique ne peut être compensé que par un dépassement ou un retard de hauteur δh à travers une énergie potentielle E_p du métal au dessus du changement de section :

$$E_p = 0,5\rho g R S_t \delta h^2 \tag{4.11}$$

En égalant les équations 4.10 et 4.11 puis en réarrangeant les termes, on obtient ainsi le lien entre δh et les différents paramètres :

$$\delta h^2 = {\dot{P_f}}^2 \frac{h_t}{\rho^2 g^3}\frac{\left[\left(\frac{1}{1+\beta}\right)^2 - \left(\frac{R}{1+R\beta}\right)^2\right]}{R} \tag{4.12}$$

La résolution de l'équation donne :

$$\begin{cases} \delta h = \dot{P_f}\frac{\sqrt{h_t}}{\rho g^{3/2}}\sqrt{\frac{\left(\frac{1}{1+\beta}\right)^2 - \left(\frac{R}{1+R\beta}\right)^2}{R}} & pour \quad R < 1 \\ \delta h = -\dot{P_f}\frac{\sqrt{h_t}}{\rho g^{3/2}}\sqrt{\frac{-\left(\frac{1}{1+\beta}\right)^2 + \left(\frac{R}{1+R\beta}\right)^2}{R}} & pour \quad R > 1 \end{cases} \tag{4.13}$$

Si l'on compare ces résultats à l'équation 4.6, les impacts de chaque paramètre sont correspondants. Les valeurs manquantes de k et $\Gamma(R)$ sont ainsi définies. Les résultats du modèle peuvent être comparés au résultats expérimentaux et numériques.

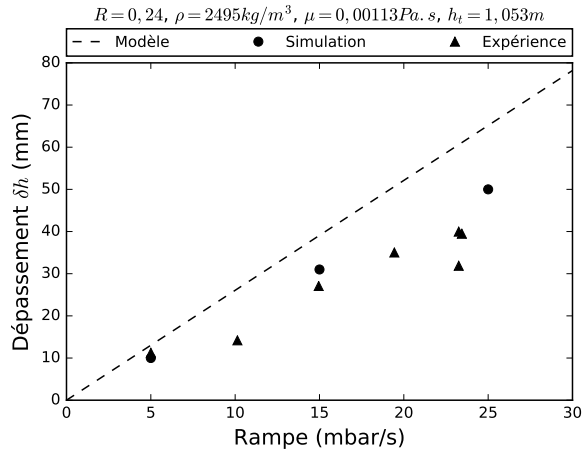
4.4.2 Comparaison du modèle analytique aux résultats expérimentaux et numériques

La figure 4.20a montre les résultats du modèle, des simulations et des expériences en fonction de la rampe de pression $\dot{P}_f$ pour les cas R<1. On retrouve la tendance linéaire proposée précédemment. Les points expérimentaux légèrement en deçà des simulations sont probablement dûs à des effets thermiques lors du refroidissement. On note ensuite que le modèle est très proche des données pour des rampes faibles, puis diverge. Ces écarts peuvent être expliqués par la non prise en compte des pertes de charge. De plus, le modèle ne prend aucunement en compte les effets temporels du transfert d'énergie du tube vers la restriction. Cet effet étant, comme les pertes de charge, d'autant plus marqué que la vitesse s'éloigne d'états quasi-statiques. Sur la figure 4.20b, les mêmes observations peuvent être faites pour l'effet de la rampe pour un agrandissement de section.

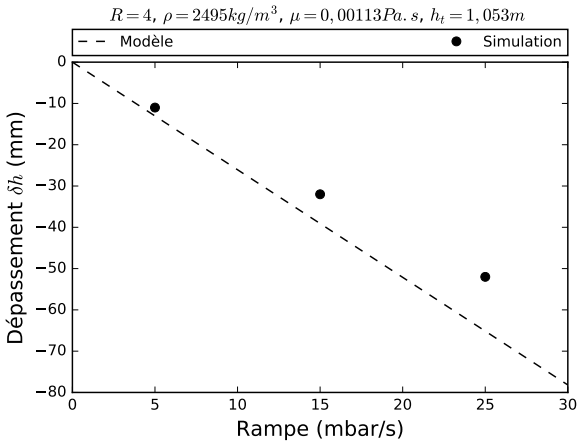
La figure 4.20c détaille les effets du changement de section pour une restriction. On retrouve l'effet non linéaire du changement de section selon la fonction Γ(R). Si les tendances générales sont cohérentes, là aussi le modèle prédit des dépassements supérieurs. Un des points expérimentaux (R=0,5) est en décalage de cette tendance pour une raison non définie. La figure 4.20d présente l'effet d'un agrandissement. Le retard est aussi sur-estimé mais plus l'agrandissement est grand, plus le modèle est proche des simulations. On retrouve également pour l'effet de h_t et ρ (4.20e et 4.20f) une bonne prédiction des tendances mais une sur-estimation du dépassement.

Bien que les hypothèses utilisées pour développer ce modèle analytique soit trop simples pour quantifier entièrement le phénomène des oscillations, il permet de mettre en évidence les paramètres influants et d'étendre ces considérations à toutes les associations d'alliages, de pièces et de systèmes LPC. A partir de ce modèle, le concepteur est à présent en mesure d'avoir un critère pour le dimensionnement et le paramétrage du procédé. Dans la mesure où le modèle sur-estime le dépassement, il est possible de prévoir la hauteur des moules avec une marge de sécurité pour éviter le débordement ou la trop grande déstabilisation du flux. Ainsi, pour un système LPC donné (alliage, h_{tube}, S_t,S_f), la déstabilisation est linéairement impactée par la rampe de pression $\dot{P}_f$ et selon la fonction Γ(R) par le coefficient de changement de section. La première règle de conception est ainsi de tenter de limiter les changements de section horizontale dans les moules pour la basse-pression. De plus, à section équivalente, la limitation de la dimension caractéristique d_c de l'empreinte permet de limiter la turbulence de surface. Néanmoins, modifier la géométrie des pièces n'est pas toujours possible. La seconde solution peut être d'utiliser une rampe de pression variable. En appliquant la même méthodologie que Duan [9], la rampe peut être réduite juste avant le changement de section et ré-augmentée juste après. Cependant, le rampe de pression peut nécessiter d'être haute pour prévenir la malvenue. Une autre voie pour réduire les perturbations serait de modifier les dimensions de la machine à travers la réduction de la hauteur du tube h_{tube}, ou la modification de son diamètre pour adapter sa section moyenne S_t à la section moyenne de la pièce coulée S_c.

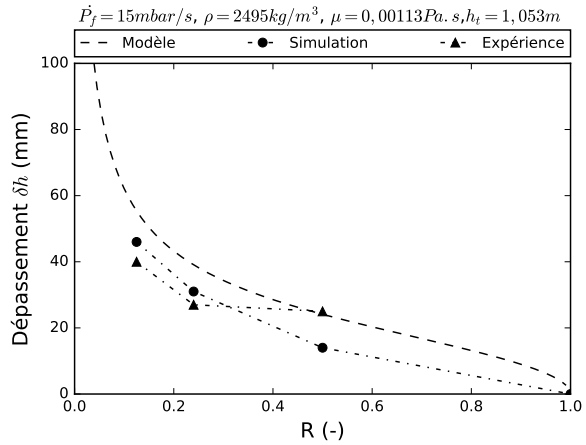
La connaissance du dépassement δh est une première indication de la perturbation du flux, mais ne permet pas d'être reliée directement à la qualité de la pièce. Un meilleur indicateur est la vitesse du fluide. Or, il a été montré expérimentalement qu'il est possible d'atteindre des vitesses de l'ordre de 1 m/s bien supérieures à la limite de 0,5 m/s proposée par Campbell [3]. Il sera ainsi développé dans la suite une méthode analytique basée sur la mécanique Lagrangienne pour prédire analytiquement, en fonction des paramètres de coulée, le phénomène d'oscillation.



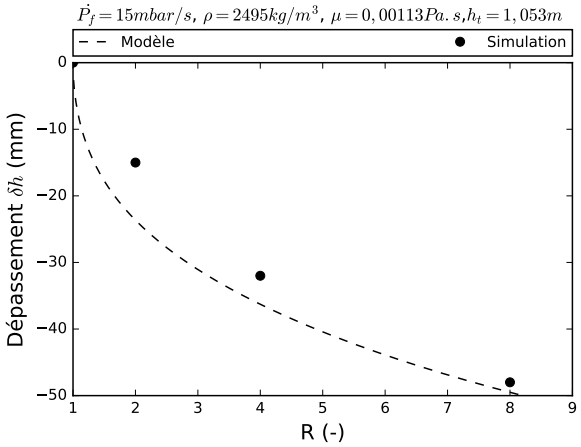
(a) Effet de la pression pour R < 1



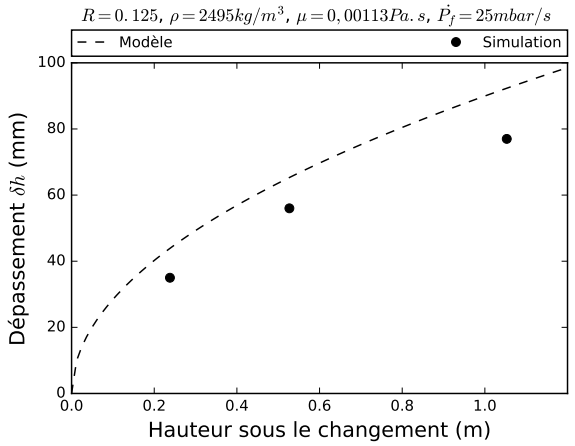
(b) Effet de la pression pour R > 1



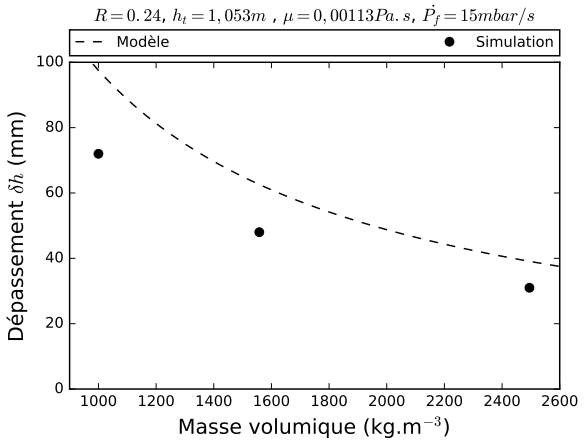
(c) Effet de la section pour R < 1



(d) Effet de la section pour R > 1



(e) Effet de la hauteur sous la restriction



(f) Effet de la masse volumique

FIGURE 4.20 – Comparaison des prédictions du modèle analytique (−−) aux résultats expérimentaux (▲) et numériques (•) du dépassement δh

4.5 Développement d'un modèle analytique des oscillations

4.5.1 Méthode du Lagrangien et mise en équation

Pour un système mécanique discret (par opposition à un milieu continu), le Lagrangien est une fonction des variables de déplacement généralisées q_i. Son principal intérêt est de simplifier l'écriture mathématique et de s'affranchir du bilan des forces nécessaire à l'application du principe fon-

damental de la dynamique [10, 11]. Dans le cadre de la mécanique classique, le Lagrangien $\mathscr{L}$ s'écrit en fonction de l'énergie cinétique E_c et potentielle E_p :

$$\mathscr{L} = E_c - E_p \tag{4.14}$$

A partir du principe de minimisation de l'énergie, les équations du mouvement d'un système avec de la dissipation F_d soumis à une force extérieure généralisée F_p peuvent être obtenues selon [10, 11] :

$$\Phi = \frac{d}{dt}\left(\frac{\partial \mathscr{L}}{\partial \dot{q}_i}\right) - \frac{\partial \mathscr{L}}{\partial q_i} = F_p + F_d \tag{4.15}$$

Avec q_i la coordonnée i de la variable q de position généralisée du système. La force extérieure généralisée étant obtenue à partir de la force locale $\overrightarrow{F}$ agissant sur l'élément avec un déplacement élémentaire virtuel $\partial\overrightarrow{r}$ selon [10, 11] :

$$F_p = \overrightarrow{F}.\frac{\partial \overrightarrow{r}}{\partial q_i} \tag{4.16}$$

Afin d'utiliser ce formalisme, plusieurs hypothèses sont nécessaires. Il faut dans un premier temps passer de l'ensemble du métal liquide présent (milieu continu) à un système discret à n éléments. La figure 4.21 présente le système considéré. Il se décompose en quatre éléments :

- l'élément 1 représente le métal dans le moule au dessus de la restriction ;
- l'élément 2 représente le métal dans le tube ;
- l'élément 3 représente le métal dans le four situé entre la surface libre du métal à une pression P_f et le bas du tube ;
- l'élément 4 représente le fond du creuset .

Pour les trois premiers éléments, en conservant les hypothèses d'un fluide incompressible de masse volumique ρ et non-visqueux, on suppose un champ de vitesse uniforme à l'intérieur de chaque élément mais pour le fond du creuset cette hypothèse n'est pas possible : le métal possède une condition limite de vitesse dans un sens à la frontière avec 3 et en sens opposé à la frontière avec 2. Le fond du creuset n'est donc pas pris en compte dans la suite. Cette hypothèse a pour conséquence de négliger les effets dynamiques, dissipatifs et de changement de direction du métal dans le fond du creuset. Le métal est donc supposé être transféré virtuellement de l'élément 3 à 2 en passant de la vitesse v_t à v_f instantanément.

Pour les trois éléments considérés, l'énergie cinétique E_c et l'énergie potentielle E_p sont définies. Pour cela, toutes les sections peuvent être exprimées en fonction de la section du four S_f grâce aux coefficients précédemment définis R et β avec $S_t = S_f\beta$ et $S_c = S_f R\beta$. De même, les vitesses peuvent toutes être exprimées en fonction de la vitesse de métal dans la cavité $v_c = \dot{h}$ avec $v_f = R\beta\dot{h}$ et $v_t = R\dot{h}$. Les expressions de l'énergie cinétique Ec_i et de l'énergie potentielle Ep_i de chaque élément i sont définies par :

$$\begin{cases} Ec_1 = 0,5\rho S_f R\beta h\dot{h}^2 \\ Ec_2 = 0,5\rho S_f \beta h_t R^2\dot{h}^2 \\ Ec_3 = 0,5\rho S_f (h_{f0} - hR\beta)R^2\beta^2\dot{h}^2 \\ Ep_1 = 0,5\rho g S_f R\beta h^2 \\ Ep_2 = 0,5\rho g S_f \beta {h_t}^2 \\ Ep_3 = 0,5\rho g S_f (h_{f0} - hR\beta - h_t)^2 - {h_t}^2) \end{cases} \tag{4.17}$$

La prise en compte de la pression P_f appliquée sur le surface du four S_f est ajoutée comme force généralisée extérieure au système. Cette dernière peut s'écrire en fonction du paramètre généralisé h et du déplacement élémentaire de la surface du bain (∂h_f) :

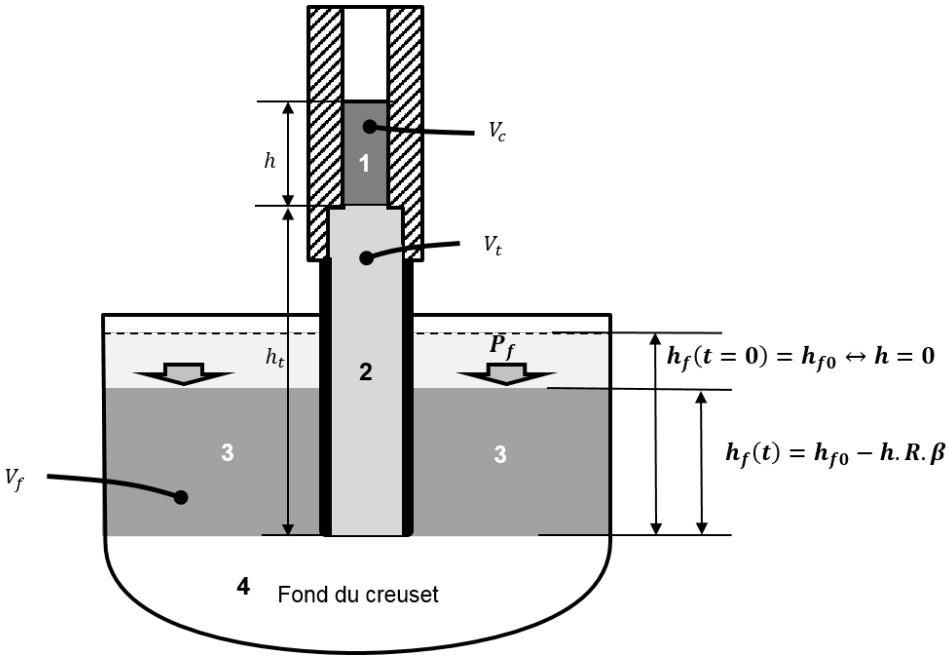


FIGURE 4.21 – Géométries simplifiés du système considéré dans le modèle Lagrangien prenant en compte le métal dans le moule, le tube et le creuset

$$F_p = -P_f S_f \frac{\partial(h_{f0} - hR\beta)}{\partial h} = P_f S_f R\beta \tag{4.18}$$

Une des faiblesses du modèle énergétique est de ne pas prendre en compte les pertes de charges dues à la restriction. De plus, il a également été montré que sans changement de section, les pertes de charges linéiques dans le tube peuvent être négligées. Il est donc supposé que les pertes de charge sont uniquement présentes au niveau de la restriction sous forme de pertes de charges singulière. Pour cela, il est ajouté à la force de pression F_p, une force généralisée de dissipation F_d due à la perte de pression ΔP singulière au niveau de la restriction. En appliquant l'équation 4.16 au niveau de la restriction, la force de dissipation s'exprime selon :

$$F_d = -\Delta P S_c \tag{4.19}$$

On trouve dans la littérature [12] des abaques de calcul de la valeur de ΔP correspondant aux diverses géométries possibles. Dans le cas d'une restriction brusque R<1 , cette valeur peut être approximée par :

$$\Delta P = 0,5(1-R)\rho\dot{h}^2 \tag{4.20}$$

Dans le cas d'un agrandissement R> 1, cette valeur peut être approximée par [12] :

$$\Delta P = (1-R)^2\rho\dot{h}^2 \tag{4.21}$$

En définissant le Lagrangien du système comme $\mathscr{L} = \sum(E_c(i) - E_p(i))$ puis en appliquant l'équation 4.15 on obtient l'équation d'évolution du système :

$$(h\ddot{h} + 0,5\dot{h}^2) + h_t R\ddot{h} + R\beta\left((h_{f0} - hR\beta)\ddot{h} - 0,5R\beta\dot{h}^2\right) + gh - g(h_{f0} - hR\beta - h_t) = \frac{P_f(t)}{\rho} + \frac{F_d}{\rho S_f RR\beta} \tag{4.22}$$

En considérant un système sans dissipation,(F_d=0), l'identification des termes amène à une équation caractéristique du type :

$$a(t)\ddot{h} + b\dot{h}^2 + ch = d(t) + e \tag{4.23}$$

$$\begin{cases} a(t) = \mathrm{R}h_t + \mathrm{R}\beta h_{f0} + h(1-\mathrm{R}^2\beta^2) \\ b = 0,5(1-\mathrm{R}^2\beta^2) \\ c = g(1-\mathrm{R}\beta) \\ d(t) = \frac{\mathrm{P}_f(t)}{\rho} \\ e = g(h_{f0}-h_t) \end{cases} \tag{4.24}$$

L'équation analytique du second ordre obtenue est non linéaire et à coefficients non constants. La forme d'une solution simple est ainsi à définir pour une résolution analytique. Dans un premier temps, le terme en $\dot{h}^2$ a été négligé pour s'approcher de l'équation de l'oscillateur harmonique :

$$a(t)\ddot{h} + ch = d(t) + e \tag{4.25}$$

On peut ainsi calculer la pseudo période Ω(t) et la pseudo pulsation ω(t) selon :

$$\Omega(t) = 2\pi\sqrt{\frac{a(t)}{c}} = 2\pi\sqrt{\frac{\mathrm{R}h_t + \mathrm{R}\beta h_{f0} + h(1-\mathrm{R}^2\beta^2)}{g(1-\mathrm{R}\beta)}} \tag{4.26}$$

$$\omega(t) = \sqrt{\frac{c}{a(t)}} = \sqrt{\frac{g(1-\mathrm{R}\beta)}{\mathrm{R}h_t + \mathrm{R}\beta h_{f0} + h(1-\mathrm{R}^2\beta^2)}} \tag{4.27}$$

Ce résultat montre que la période des oscillations devrait être indépendante de la rampe de pression et des propriétés matériaux mais dépend uniquement de la hauteur remplie h et des géométries. Dans la mesure où la période des oscillations n'a pas d'impact direct sur la qualité de l'alliage leur analyse n'a pas été détaillée.

Trois conditions initiales doivent être définies pour la résolution de ce système. A l'instant $t = 0$, le métal est au niveau de la restriction à une hauteur $h = 0$ et le métal dans le four représente une hauteur initiale totale h_{f0}. Lorsque le métal débute son passage dans la restriction, la loi de conservation du débit est choisie pour définir la vitesse initiale $\dot{h}(0)$. Cette vitesse initiale v_d consiste à diviser la vitesse de montée dans le tube avant restriction v_t (équation 4.4 avec R=1) par R :

$$\dot{h}(0) = v_d = \frac{1}{\mathrm{R}} \frac{\dot{\mathrm{P}}_f}{\rho g\left(1+\frac{\mathrm{S}_t}{\mathrm{S}_f}\right)} \tag{4.28}$$

Il n'a pas été possible de résoudre analytiquement ce système d'équation du second ordre non linéaire et le recours à une résolution numérique de l'équation 4.23 a été nécessaire. Un programme utilisant le logiciel Mathematica a été développé. La figure A.5 présenté en annexe détaille le programme développé.

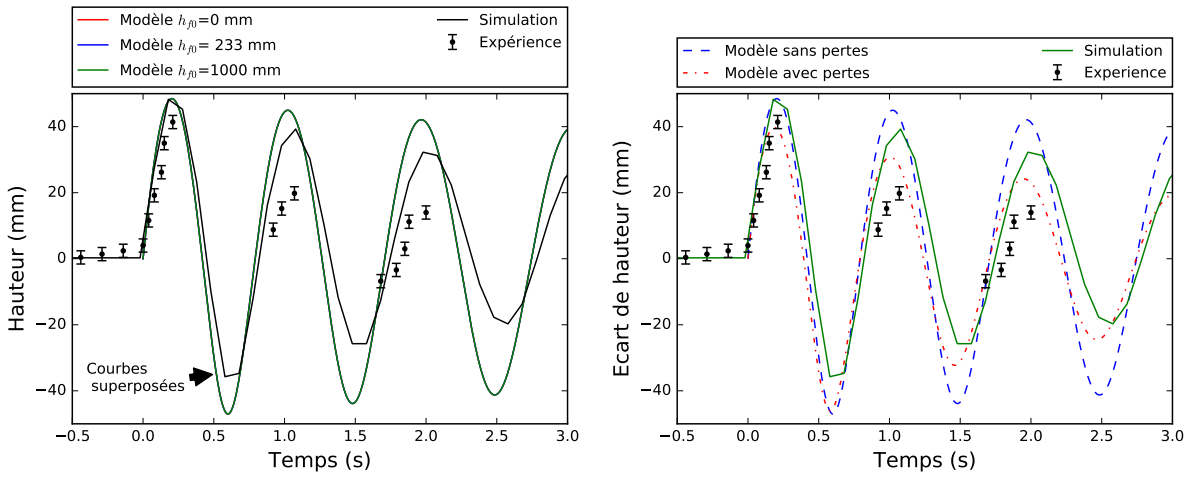
Les résultats de ce modèle sont confrontés aux données numériques et expérimentales.

4.5.2 Comparaison du modèle aux expériences et aux simulations

Le modèle Lagrangien sans dissipation (F_d=0) a été comparé au cas de référence présenté au paragraphe 4.3.1 correspondant à une rampe $\dot{\mathrm{P}}_f$=15 mbar/s et une restriction de R=0,125. Il a été calé en temps pour faire débuter en même temps les oscillations analytiques, expérimentales et numériques. En effet, le modèle ne prédit que les courbes de hauteur après la restriction. L'ensemble des résultats est présenté sous forme d'écart de hauteur défini précédemment en figure 4.7. La figure 4.22a montre les oscillations expérimentales, le cas de simulation B (métal du tube et du moule considéré), ainsi que la hauteur calculée avec le modèle Lagrangien sans pertes de charge pour trois valeurs de h_{f0} : h_{f0}=0 mm correspondant au volume minimal, h_{f0}= 233 mm correspondant au cas expérimental et h_{f0}= 1000 mm correspondant à un cas fictif avec un grand volume de métal. On constate que quelle que soit la hauteur h_{f0}, les oscillations sont identiques : les courbes pour ces trois hauteurs h_{f0} sont superposées. Le volume de métal dans le creuset a ainsi peu d'impact et est donc négligeable. Cela

confirme les observations précédentes indiquant que la majeure partie des effets dynamiques provient du tube.

Bien que les premiers dépassements soient relativement proches, les écarts augmentent avec le temps car la dissipation n'est pas prise en compte. La figure 4.22b montre l'évolution de l'écart de hauteur en fonction du temps pour la simulation, pour le modèle Lagrangien sans pertes et le modèle Lagrangien avec des pertes de charges singulières. L'ajout de la dissipation ne change que peu la période des oscillations. En revanche, elle permet de se rapprocher des résultats de simulation numérique et des données expérimentales. Toutefois, tout comme pour la simulation, les écarts avec les données expérimentales peuvent être expliqués par la non prise en compte des effets thermiques.



(a) Effet de h_{f0}

(b) Effet des pertes de charge

FIGURE 4.22 – Comparaison du modèle Lagrangien à l'expérience et à la simulation sur le cas R=0,125 et $\dot{P}_f$=15 mbar/s

La figure 4.23 compare les prédictions du modèle Lagrangien à la simulation numérique et aux points expérimentaux pour R= 4 avec une rampe $\dot{P}_f$=15 mbar/s. Dans le cas R>1, l'allure des oscillations est différente. Le changement de section ralentit temporairement la vitesse du front. Le front ayant acquis un retard de hauteur, il doit accélérer pour rattraper la hauteur moyenne. La comparaison amène globalement aux mêmes conclusions que pour R<1 : le modèle prédit correctement le premier dépassement et la période des oscillations puis les courbes divergent à cause d'une prise en compte des effets visqueux trop simplifiée. De même, les effets thermiques sur les expériences induisent des écarts qui pourraient être considérés en changeant les valeurs de masse volumique et de viscosité.

L'ensemble des comparaisons réalisées sont présentées en annexe sur les figures A.6, A.7, A.8, A.9, A.10 et A.11. Ces comparaisons confortent les observations des deux cas détaillés ci-dessus. On peut observer dans certains cas des écarts avec les résultats expérimentaux notamment sur les cas où R=0,5. Ces écarts peuvent potentiellement être dus à des variabilités du centrage du moule ou à des effets de perturbations de surface non clairement identifiés.

Dans la mesure où l'objectif de ce chapitre est de définir des critères simples applicables pour éviter les inclusions d'oxydes, des études plus détaillées incluant les effets thermiques n'ont pas été menées. La prédictibilité du modèle analytique Langrangien sur la première oscillation confirme les hypothèses précédentes montrant la faible influence de la viscosité, des pertes de charges ou de la tension de surface. Or, la première perturbation étant la plus violente, c'est elle qui est la plus pertinente pour prédire les risques d'inclusions d'oxydes. Ces premières observations indiquent également que l'hypothèse de la conservation du débit (équation 4.28) utilisée pour donner une vitesse initiale $\dot{h}(0)$ au modèle analytique semble cohérente avec ce premier cas expérimental et numérique.

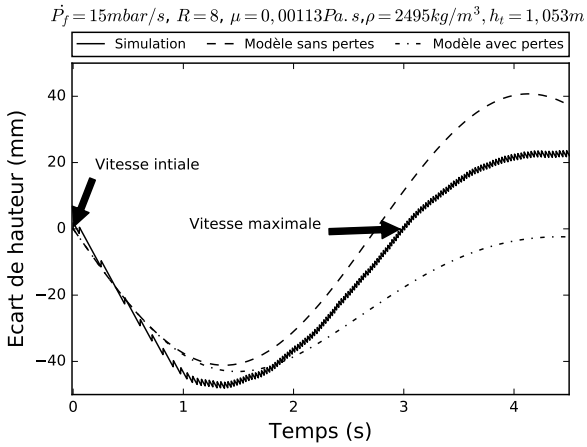


FIGURE 4.23 – Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux données numériques (−) de l'écart de hauteur δh pour R=8

Ces observations amènent à rechercher un lien analytique simple (permettant de s'affranchir des simulations) entre les paramètres et la vitesse maximale résultante. Le calcul de cette vitesse maximale pour les restrictions et les agrandissements est détaillé dans la suite de l'étude.

4.6 Définition d'un critère de remplissage trop rapide en basse-pression

4.6.1 Calcul d'une vitesse maximale pour R < 1

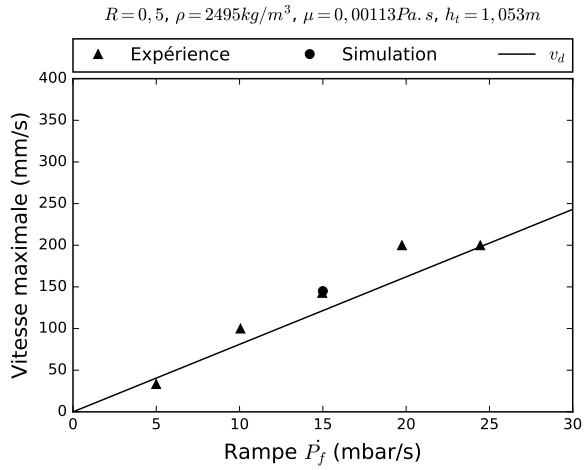
Dans le cas d'une restriction, la condition initiale donnée par l'équation 4.28 correspond à la vitesse maximale du front v_{max} dans la restriction. Cette vitesse pourrait être utilisée directement comme estimateur de qualité du remplissage et être comparée à la vitesse critique de Campbell ou au nombre de Weber critique (W_e<1) selon :

$$\begin{cases} v_{max} = v_d = \frac{1}{R}\dfrac{\dot{P}_f}{\rho g\left(1+\frac{S_t}{S_f}\right)} < v_{crit} \\ ou \\ W_e = \dfrac{d_c \dot{P}_f^{\,2}}{R^2 \gamma \rho g^2 \left(1+\frac{S_t}{S_f}\right)^2} < 1 \end{cases} \tag{4.29}$$

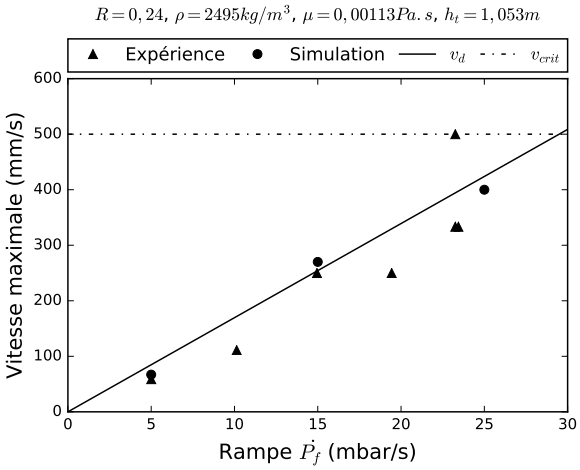
Pour confirmer ce résultat simple, la vitesse v_{max} est comparée à la vitesse maximale mesurée de montée du fluide numérique et expérimentale. Si la mesure du dépassement δh est aisée, la mesure de la vitesse maximale est plus complexe. En effet, cette mesure cumule les erreurs sur la position et sur le temps générant ainsi plus de dispersions. La valeur de la vitesse maximale a été tracée pour les cas expérimentaux en prenant la valeur moyenne entre les deux premiers contacts après restriction. De la même manière, la valeur de v_{max} a été prise comme la valeur moyenne entre les deux premiers points simulés après la restriction.

La figure 4.24 présente la comparaison entre les données expérimentales, numériques et la vitesse v_{max} calculée avec l'équation 4.28. On voit sur les figures 4.24a, 4.24b, 4.24f et 4.24d une bonne cohérence entre le calcul, les simulations et les expériences. Cela montre la pertinence de l'utilisation de la loi de conservation du débit. Cependant, pour les figures 4.24c et 4.24e, des écarts importants sont visibles. La loi de conservation du débit ne parait donc pas applicable pour certaines combinaisons de longueur du tube et de rampes de pression.

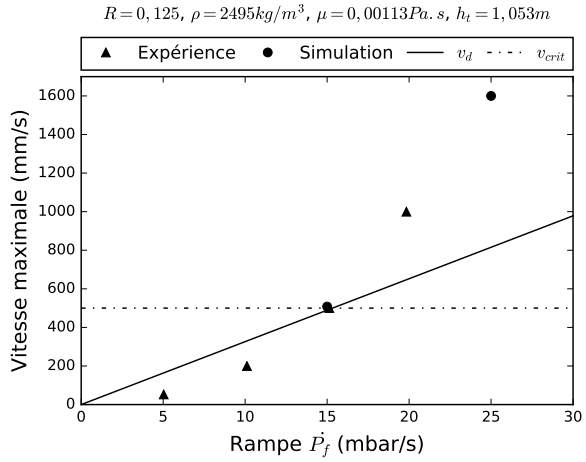
Ces courbes expriment donc une bonne corrélation dans certains cas, mais dans d'autres la vitesse prédite par la conservation du débit sous-estime la vitesse maximale réelle. Même si ces diffé-



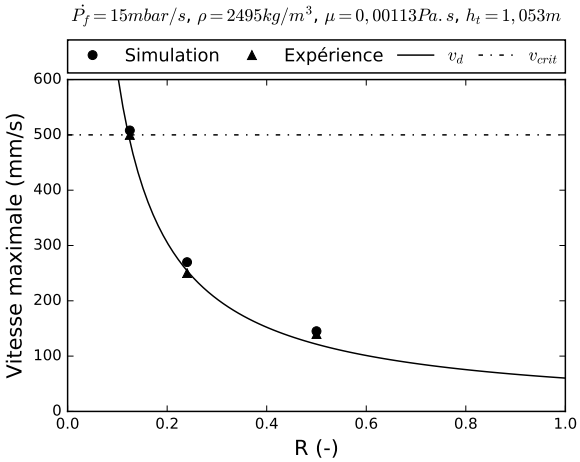
(a) Effet de la pression pour R = 0.5



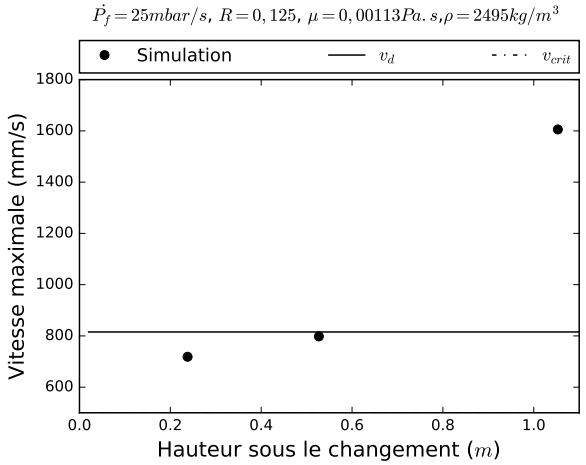
(b) Effet de la pression pour R = 0.24



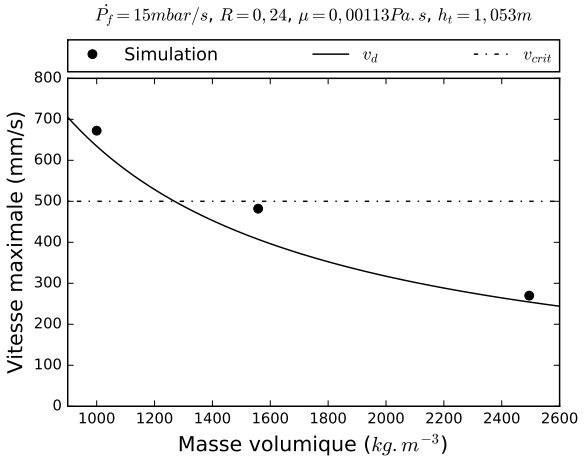
(c) Effet de la pression pour R = 0.125



(d) Effet de la section pour R < 1



(e) Effet de la hauteur sous la restriction



(f) Effet de la masse volumique

FIGURE 4.24 – Comparaison des prédictions de la vitesse v_{max} avec la formule de conservation du débit (–) aux données expérimentales (▲) et aux résultats numériques (•)

rences de vitesses initiales sont importantes, les prévisions du modèle analytique restent très proches des observations expérimentales et numériques. La figure 4.25 montre la comparaison des écarts de hauteurs pour le cas où la vitesse est la plus sous-estimée. Il est clairement visible sur une période courte (0-0,05 s) que la vitesse simulée est plus importante que la vitesse du modèle. La courbe revient ensuite rapidement proche des hauteurs prédites par le modèle et ne change pas l'allure générale des

hauteurs. Cela indique que la déstabilisation à haute vitesse est de courte durée : il est possible d'imaginer que la création de défaut à ce moment reste limitée. Faute d'une autre critère simple identifié pour caractériser ces phénomènes de hautes accélérations, il est proposé au concepteur d'utiliser dans un premier temps la formule de conservation du débit, puis de vérifier dans des cas critiques (fonction de la géométrie de la machine) sa validité expérimentalement ou numériquement. Pour le système étudié, les cas critiques correspondent à des rampes $\dot{P_f}$ supérieures à 15 mbar/s associés à des restrictions R < 0,24.

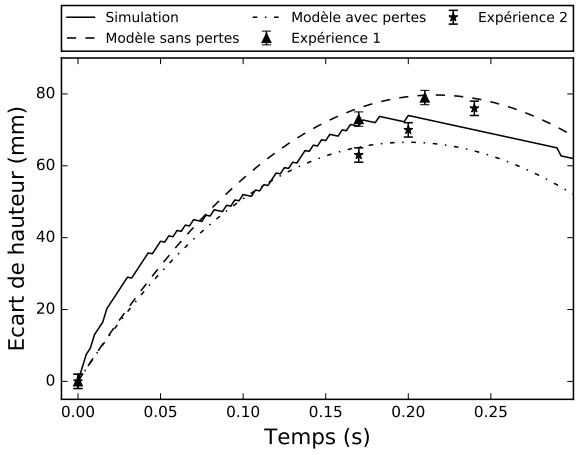


FIGURE 4.25 – Comparaison du modèle Lagrangien à l'expérience et à la simulation sur le cas R=0,125, $\dot{P_f}$=25 mbar/s , h_t=1,053m et ρ=2495 $kg.m^{-3}$

L'étude précédente révèle que l'utilisation de l'équation 4.29 basée sur la conservation du débit est un premier indicateur de la vitesse maximale pour les cas R < 1. Les pièces industrielles pouvant être de tailles importantes et de sections supérieures à la section du tube, le même travail à été réalisé pour les cas R>1.

4.6.2 Calcul d'une vitesse maximale pour R > 1

La figure 4.23 présentée précédemment indique le moment correspondant à l'atteinte de la vitesse maximale dans les cas où R >1. Cette vitesse maximale peut être calculée en additionnant la vitesse moyenne de montée v_c (équation 4.8) à la vitesse maximale observée sur cette figure, correspondant à v_c-v_d. L'expression de v_{max} pour R>1 est ainsi :

$$v_{max} = 2v_c - v_d = \left(2 - \frac{1}{R}\right) \frac{\dot{P_f}}{\rho g \left(1 + \frac{S_t}{S_f}\right)} < v_{crit} \tag{4.30}$$

Et de la même manière que pour R < 1, cette vitesse maximale peut être comparée au critère de Weber W_e< 1 :

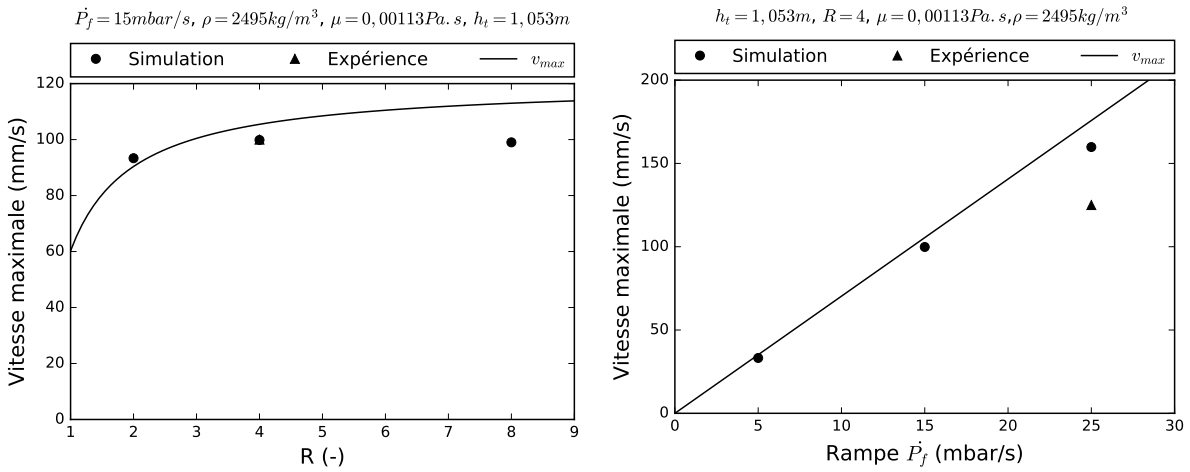
$$W_e = \left(2 - \frac{1}{R}\right)^2 \frac{d_c \dot{P_f}^2}{R^2 \gamma \rho g^2 \left(1 + \frac{S_t}{S_f}\right)^2} < 1 \tag{4.31}$$

La figure 4.26 présente les résultats donnés par le calcul comparés aux simulations et à deux expériences [1]. L'extraction des vitesses maximales est réalisée en prenant la valeur maximale mesurée entre deux capteurs successifs (espacé de 10 mm) pour les expériences ou entre deux points numériques (espacés de 2 mm) pour les simulations. L'équation 4.30 propose une évolution en $(2-1/R)$ de

1. Le nombre d'expériences est limité par la taille des moules qui nécessite un grand nombre d'impressions pour un plan détaillé

la vitesse maximale. La figure 4.26a montre l'effet de R sur la vitesse maximale. Le point expérimental testé (R = 4) est superposé au point numérique à v = 100 mm/s. La comparaison avec la simulation montre une bonne correspondance pour les valeurs de R faible. Pour les valeurs de R grandes, les vitesses maximales sont surestimées. Cet écart de vitesse visible sur la figure 4.23 peut s'expliquer par la non prise en compte de la dissipation. L'effet de la rampe proposé par l'équation 4.30 sur la vitesse maximale est linéaire. Le tracé comparé sur la figure 4.26b montre la bonne corrélation entre modèle et simulation. Le point expérimental est cependant en deçà des prévisions. Cette observation peut notamment être biaisée par la moindre précision de la mesure expérimentale (acquisition à 0,01 s avec contacts tout les 10 mm) face aux mesures numériques (pas de temps maximal de 0,025s et maillage 2 mm).

L'ensemble de ces constations montre que la vitesse maximale est globalement prédite par l'équation 4.30. Les prédictions du modèle analytique sont cohérentes et permettent d'apprécier le comportement du phénomène. La principale faiblesse de ces considérations repose sur le manque de données expérimentales permettant une validation plus exhaustive du comportement lors du remplissage en basse-pression.



(a) Effet pour R > 1

(b) Effet de la rampe pour R = 4

FIGURE 4.26 – Comparaison des prédictions de la vitesse $v_{max}(-)$ aux données expérimentales (▲) et numériques (•) pour R > 1

4.7 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de comprendre l'origine des oscillations et de définir une rampe de pression maximale limitant les inclusions. Après une étude expérimentale avec des moules sans changement de section, il a été montré que le remplissage est stabilisé et que les pertes de charge linéaires sont négligeables. A partir des critères de vitesse limite de Campbell ou du nombre de Weber, il est possible de définir un couple dimension caractéristique d_c et rampe de pression $\dot{P}_f$ limitant les risques d'inclusions d'oxydes (équations 4.4, 4.5). L'ajout d'un changement de section a ensuite été testé expérimentalement révélant la présence d'un phénomène d'oscillation du niveau de métal liquide. Afin de mieux appréhender ce phénomène, des simulations numériques utilisant une modélisation de la turbulence et de la surface libre ont été utilisées. Ces essais prouvent la nécessité de simuler au minimum le métal dans le moule et le métal dans le tube pour être représentatif du remplissage en basse-pression quand un changement de section est présent. Le développement d'un plan d'expérience numérique a confirmé que les effets dynamiques résultent principalement du métal dans le tube. Le développement de deux modèles analytiques a permis de proposer des liens analytiques entre les propriétés du matériaux, les géométries, la rampe de pression et les oscillations résultantes. Les modèles développés, les simulations numériques et les expériences démontrent que la viscosité, la tension de surface ou les pertes de charges ont un rôle secondaire dans la déstabilisation maximale. L'amplitude maximale peut être prédite analytiquement (équation 4.13) ainsi que les vitesses maximales (équations 4.29 et 4.30) en fonction de la masse volumique ρ, la hauteur sous le changement de section h_t, le coefficient de changement de section R, la rampe de pression $\dot{P}_f$ et le rapport section du tube S_t sur section du four S_f. Ces considérations simples permettent un paramétrage adéquat du procédé limitant les inclusions d'oxydes.

Toutefois, bien que de nombreux essais expérimentaux confirment les données pour $R < 1$, les cas avec $R > 1$ ont été moins étudiés. De plus, ces modèles trouvent leurs limites lorsque des rampes supérieures à 15 mbar/s associées à des restrictions inférieures à 0,125 sont utilisées. En outre, seuls des changements brusques de section horizontale ont été testés. On peut imaginer compléter ces recherches pour des changements de sections progressifs grâce aux règles de simulation mises en place. Les critères proposés, bien que testés dans la littérature, se basent uniquement sur des observations de vitesse ou de nombre de Weber critique. La caractérisation expérimentale directe de l'inclusion d'oxydes à la surface du métal serait nécessaire pour valider ces hypothèses. La simulation de ces inclusions de peau d'oxydes n'est aujourd'hui pas possible dans le modèle numérique proposé. Réaliser un lien direct avec des propriétés mécaniques résultantes permettrait probablement d'améliorer la prédictibilité des défauts de remplissage trop rapide en fonderie basse-pression.

Ces résultats permettent ainsi de définir une rampe de pression de remplissage maximale pour la basse-pression. Dans le chapitre 5, ce critère sera complété par un critère de rampe de remplissage minimale au travers du développement d'un essai de coulabilité instrumenté. L'association de ces deux rampes critiques permettra de dresser une cartographie limitant les défauts de remplissage en basse-pression.

4.8 Références

[1] N. Kund and P. Dutta, "Numerical study of influence of oblique plate length and cooling rate on solidification and macrosegregation of A356 aluminum alloy melt with experimental comparison," *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, vol. 51, pp. 159–170, jun 2015. 84

[2] M. Qian, L. Zheng, D. Graham, M. Frost, and D. StJohn, "Settling of undissolved zirconium particles in pure magnesium melts," *Journal of Light Metals*, vol. 1, no. 3, pp. 157–165, 2001. 84

[3] J. Campbell, *Castings*. Elsevier Science, 2003. 84, 88, 102

[4] A. Viswanath, M. V. Manu, S. Savithri, and U. T. S. Pillai, "Numerical simulation and experimental validation of free surface flows during low pressure casting process," *Journal of Materials Processing Tech.*, vol. 244, pp. 320–330, 2017. 86

[5] J. Hogg, H. Westengen, and D. Albright, "Low pressure sand casting of magnesium alloys," in *Proceedings of the International Symposium on Extraction, Refining and Fabrication of Light Metals, Ottawa, Ontario*, Sahoo, M ; Pinfold, P, 1991. 87

[6] S.-G. Liu, F.-Y. Cao, X.-Y. Zhao, Y.-D. Jia, Z.-L. Ning, and J.-F. Sun, "Characteristics of mold filling and entrainment of oxide film in low pressure casting of A356 alloy," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 626, pp. 159–164, 2015. 87

[7] B. Dybowski, R. Jarosz, A. Kiełbus, and J. Cwajna, "Influence of Pouring Temperature on Castability and Microstructure of QE22 and RZ5 Magnesium Casting Alloys," *Solid State Phenomena*, vol. 191, pp. 137–144, 2012. 96

[8] B. D. Lee, U. H. Beak, K. W. Lee, G. S. Han, and J. W. Han, "Protective Properties of SF6 under Various Carrier Gases for the Protection of Molten Mg," *Materials Transactions*, vol. 54, no. 1, pp. 66–73, 2013. 96

[9] J. Duan, D. Maijer, S. Cockcroft, and C. Reilly, "Development of a 3D Filling Model of Low-Pressure Die-Cast Aluminum Alloy Wheels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, pp. 5304–5315, dec 2013. 102

[10] J. P. Pérez and O. Pujol, *Mécanique : fondements et applications - 7e èdition : Avec 320 exercices et problémes résolus*. Cours de physique : fondements et applications, Dunod, 2014. 104

[11] C. Gignoux and B. Silvestre-Brac, *Problèmes corrigés de mécanique et résumés de cours : de Lagrange à Hamilton*. Collection Grenoble Sciences, EDP Sciences, 2004. 104

[12] I. E. Idel'cik, *Memento des pertes de charge : coefficients de pertes de charge singulières et de pertes de charge par frottement*. Collection de la Direction des études et Recherches d'électricité de France, Eyrolles, 1986. 105

Chapitre 5

Caractérisation de la coulabilité du RZ5 en basse-pression

Sommaire

5.1 Introduction . . . 116
5.2 Conception d'un essai de coulabilité basse-pression instrumenté . . . 116
5.2.1 Principe de l'essai . . . 116
5.2.2 Géométries étudiées . . . 117
5.3 Simulation du phénomène de malvenue en basse-presion . . . 117
5.3.1 Cas simulé . . . 117
5.3.2 Résultats . . . 118
5.4 Étude expérimentale . . . 119
5.4.1 Cas testés . . . 119
5.4.2 Hauteurs remplies . . . 120
5.4.3 Étude des variabilités de l'essai . . . 121
5.5 Prédictions analytiques de la malvenue . . . 125
5.5.1 Application de la formule de Flemings . . . 125
5.5.2 Développement d'un modèle analytique . . . 126
5.5.3 Comparaison du modèle aux résultats expérimentaux . . . 128
5.6 Proposition d'une méthodologie de coulée limitant les défauts de remplissage en basse-pression . . . 131
5.6.1 Définition d'une cartographie du procédé . . . 131
5.6.2 Proposition d'une méthodologie de choix d'orientation de la grappe de coulée 133
5.6.3 Application à une pièce industrielle . . . 134
5.7 Conclusion . . . 137
5.8 Références . . . 138

5.1 Introduction

L'état de l'art présenté au paragraphe 1.3 a montré qu'il est nécessaire de définir un intervalle de rampe de pression en basse-pression pour éviter les défauts de remplissage. Si la rampe de remplissage maximale a pu être définie au chapitre précédent, la rampe minimale n'est pas connue. Par ailleurs, le comportement du RZ5 vis-à-vis de la malvenue n'a pas été étudié et un essai de coulabilité standard en basse-pression n'est pas défini dans la littérature.

L'objectif de ce chapitre est d'établir une cartographie du procédé limitant les défauts de remplissage. Pour cela, la définition d'un essai expérimental instrumenté est proposée pour caractériser la coulabilité du RZ5 en conditions industrielles. Après une étude numérique de la prédiction de la malvenue, un plan d'expérience est réalisé. A partir des résultats expérimentaux, un modèle analytique est développé pour définir des temps critiques de remplissage en fonction des paramètres de coulée. Une cartographie et une méthode de paramétrage limitant les défauts de remplissage en fonderie basse-pression sont alors proposées. Cette méthodologie est finalement appliquée à un exemple de pièce industrielle.

5.2 Conception d'un essai de coulabilité basse-pression instrumenté

5.2.1 Principe de l'essai

Il a été décrit au paragraphe 1.3.5 le principe d'un essai de coulabilité de type barre verticale, bien adapté à la basse-pression : il permet la maitrise de la vitesse verticale de montée du fluide. Le principe de l'essai de coulabilité retenu est présenté sur la figure 5.1. Cet essai consiste à positionner au dessus du tube de coulée un moule contenant plusieurs barres verticales cylindriques de même diamètre ϕ_c : la répétabilité peut ainsi être mesurée sur un même essai. La forme cylindrique des barres a été choisie pour son axisymétrie. Les attaques reliant le tube aux barres doivent être conçues avec un changement de section progressif pour limiter les perturbations de l'écoulement. Une rampe de pression de consigne $\dot{P_c}$ est paramétrée pour faire monter le métal jusqu'en haut du moule d'une hauteur h_p. Le métal provenant du tube à une température de coulée T_c monte dans l'éprouvette : la température du métal est mesurée à différentes hauteurs par des thermocouples. Le niveau de métal est également mesuré grâce à des contacts électriques positionnés sur ces thermocouples. Lors de sa montée, le métal refroidit et l'écoulement s'arrête à une hauteur h_r, bien inférieure à la hauteur totale du moule h_p.

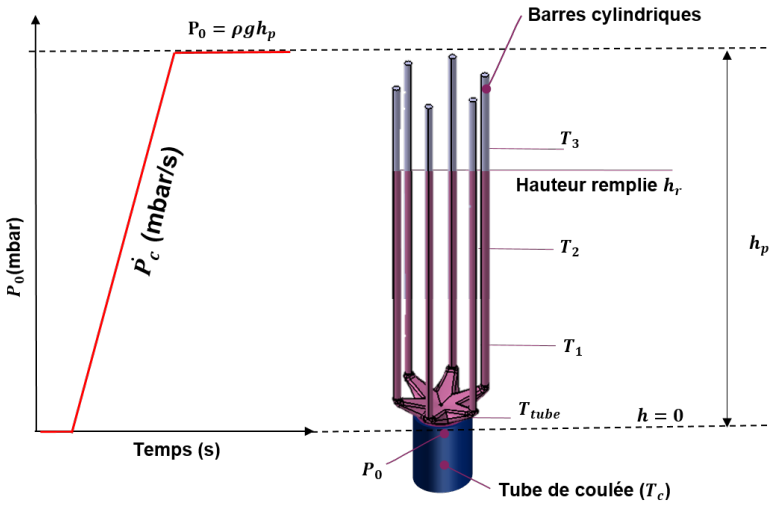


FIGURE 5.1 – Principe de l'essai de coulabilité basse-pression de type barres verticales

5.2.2 Géométries étudiées

Le choix des dimensions de l'essai est défini à partir d'une gamme d'épaisseur de pièces industrielles. D'après les règles métiers existantes, présentées au paragraphe 1.2.1.2, le temps de refroidissement d'une pièce est caractérisé par son module géométrique M : le rapport de son volume V_p sur sa section d'échange S_e. D'après cette règle, un plaque infinie d'épaisseur d_c est équivalente à un cylindre infini de diamètre ϕ_c d'après la relation :

$$M = \frac{V_p}{S_e} = \frac{d_c}{2} = \frac{\phi_c}{4} \tag{5.1}$$

En considérant une gamme d'épaisseurs de pièces industrielles allant de 5 mm à 15 mm, quatre diamètres ont été retenus : 10, 14, 20 et 30 mm. Dans la suite de l'étude, seul le module M sera considéré pour son équivalence quelle que soit la forme. Le lien entre l'épaisseur ou le diamètre peut être retrouvé avec l'équation 5.1. Le tableau 5.1 montre les géométries conçues pour les quatre modules étudiés avec une hauteur de barre de 200 mm. Pour chaque module, le nombre de barres et les attaques sont différentes. Pour limiter l'influence des attaques sur les résultats, la hauteur entre l'interface tube/moule et le début des barres est constante (50 mm). Ces attaques sont conçues pour faire varier la section progressivement avec des angles d'ouverture de l'ordre de 45°. Cela doit qualitativement permettre de limiter la turbulence au moment du passage du tube aux barres [1]. De plus, il a été identifié au chapitre 4 l'effet du changement de section sur la stabilité de la vitesse. Afin de limiter les oscillations et d'être répétable selon le module, le nombre de barres a été adapté pour rester proche d'un changement de section de 0,24 entre le tube et les barres. L'espacement entre les barres est choisi pour limiter l'échauffement du sable sur l'intervalle de temps de remplissage.

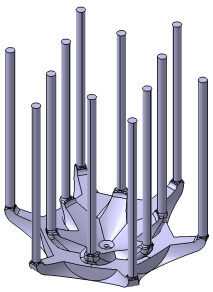
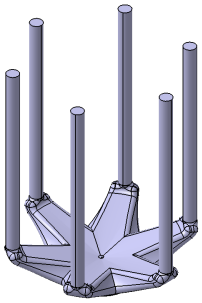
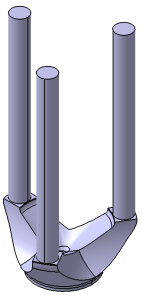
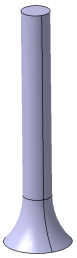
Module (mm)	2,5	3,5	5	7,5
Géométrie				
R (-)	0,245	0,240	0,245	0,184
Nombre de barres	12	6	3	1

TABLEAU 5.1 – Géométries des éprouvettes de coulabilité réalisées présentées avec une hauteur de barre de 200 mm

5.3 Simulation du phénomène de malvenue en basse-presion

5.3.1 Cas simulé

Des essais numériques ont été menés avant de débuter les coulées expérimentales à l'échelle industrielle. L'objectif est de prédire la hauteur remplie h_r en fonction des paramètres pour le RZ5 en basse-pression, notamment pour choisir la hauteur des moules. La figure 5.2a présente la géométrie étudiée : la forme des éprouvettes est simplifiée à une seule barre verticale de diamètre ϕ_c=20 mm, dans un moule de diamètre ϕ_m=40 mm et de hauteur h_p=1 m. A l'instant initial, le moule à une température de 20°C est vide et une rampe de pression $\dot{P}$ de métal à 780°C de 10 mbar/s est appliquée au bas du moule. Le haut du moule est à la pression atmosphérique P_a. Seul l'échange thermique entre

l'alliage et le moule est considéré : il n'y a pas d'échange de chaleur, ni entre l'alliage et l'air, ni entre le moule et l'air.

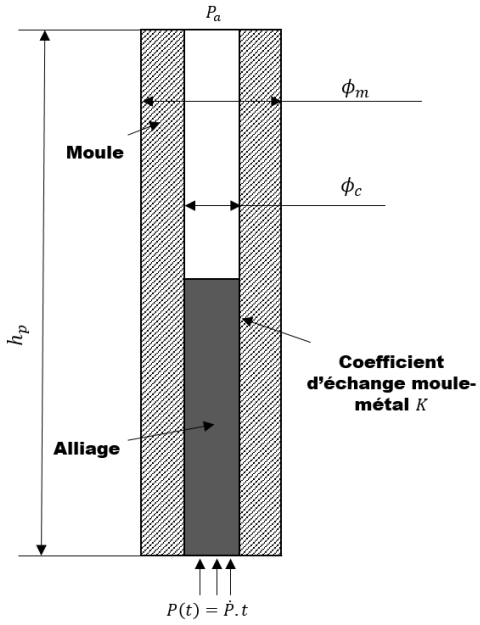
Ce cas a été simulé avec le logiciel Procast dont les modèles d'écoulement laminaire et d'échanges thermiques sont présentés au paragraphe 2.5.2. Les propriétés de l'alliage de RZ5 (viscosité, masse volumique, conductivité thermique et enthalpie), et du moule (conductivité, masse volumique et capacité thermique), sont issues de la base de données matériaux de Procast. Ces données étant confidentielles, elles ne seront pas détaillées. Le critère de blocage utilisé pour la malvenue est une fraction solide de blocage fs_b = 0,3. Elle correspond à la valeur proposée dans la littérature pour des alliages d'aluminium coulés par gravité dans des moules en sable [2]. Le coefficient d'échange est également issu de la base de données du logiciel.

Sur ce cas, une étude préliminaire de sensibilité au maillage a été réalisée à partir de quatre maillages différents avec un nombre moyen d'éléments dans le diamètre de 10, 20, 30 et 40 éléments. La table A.3 présentée en annexe montre les différents maillages testés.

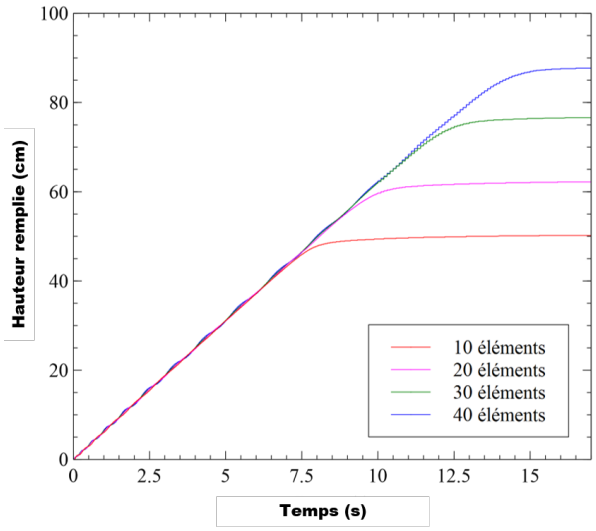
5.3.2 Résultats

La hauteur du niveau de métal en fonction du temps est comparée pour vérifier la convergence des résultats. La figure 5.2b présente la hauteur du métal simulée en fonction du temps pour les quatre maillages. On observe initialement une montée linéaire du métal, cohérente avec l'équation analytique 4.4. En fin de remplissage, la vitesse diminue brusquement et le front de métal s'arrête du fait de la solidification, malgré l'augmentation linéaire de la pression du métal en entrée, mettant en évidence le phénomène de malvenue. Avec les paramètres utilisés, on observe clairement la non convergence des résultats avec l'augmentation du nombre d'éléments : l'écart relatif entre le cas à 10 éléments et 40 éléments est de 76%. Pour les cas industriels actuels, les maillages utilisés sont typiquement de l'ordre de 3 à 10 éléments, bien en deçà des cas testés.

Ces résultats expriment bien le manque actuel de prédictibilité numérique de la malvenue du logiciel testé. Les problématiques numériques n'étant pas le cœur de ce travail, elles ne seront pas traitées. Outre les problématiques numériques, la difficulté de la prise en compte des phénomènes complexes générant le blocage de l'écoulement en basse-pression peuvent expliquer ces erreurs. L'obtention de données expérimentales comme une fraction solide de blocage fs_b est donc nécessaire et fera donc l'objet de la suite de l'étude.



(a) Géométrie étudiée



(b) Hauteur prédite en fonction du temps pour différents maillages

FIGURE 5.2 – Modèle simulé et évolution de la hauteur de métal en fonction du temps dans une barre de diamètre 20 mm avec une rampe de pression de 10 mbar/s

5.4 Étude expérimentale

5.4.1 Cas testés

Afin d'obtenir des données expérimentales sur la malvenue du RZ5 coulé en basse-pression, un plan d'expérience d'essais de coulabilité à l'échelle industrielle a été réalisé. Trois paramètres principaux peuvent être étudiés avec l'essai conçu : la rampe de pression $\dot{P}_c$, le module M et la température de coulée T_c. La température du métal dans le creuset est figée à 760°C pour toutes les expériences. Le changement de la température du métal dans le creuset nécessite des temps opératoires longs (inertie thermique importante). L'effet de la température de coulée sera donc étudié analytiquement postérieurement. Seuls la rampe $\dot{P}_c$ et le module M sont testés expérimentalement avec les quatre géométries présentées précédemment. Les rampes ont été choisies pour correspondre à des intervalles de rampes industrielles utilisable sur le four basse-pression (1 à 30 mbar/s). Les valeurs de rampes sont cependant limitées par la hauteur maximale des moules admissible par la machine de 1 m. La table 5.2 résume les seize expériences réalisées. Les moules ont étés imprimés avec la méthode détaillée au paragraphe 2.2.2 et quatre sessions de coulées ont été réalisées en suivant la procédure décrite au paragraphe 2.3.3.

Module M (mm)	2,5	3,5	5	7,5
Rampes $\dot{P}_c$ testées (mbar/s)	9,12,18	3,6,9,12,15 (x2),18	8,12,15	2,4,6

TABLEAU 5.2 – Résumé des essais expérimentaux de coulabilité réalisés

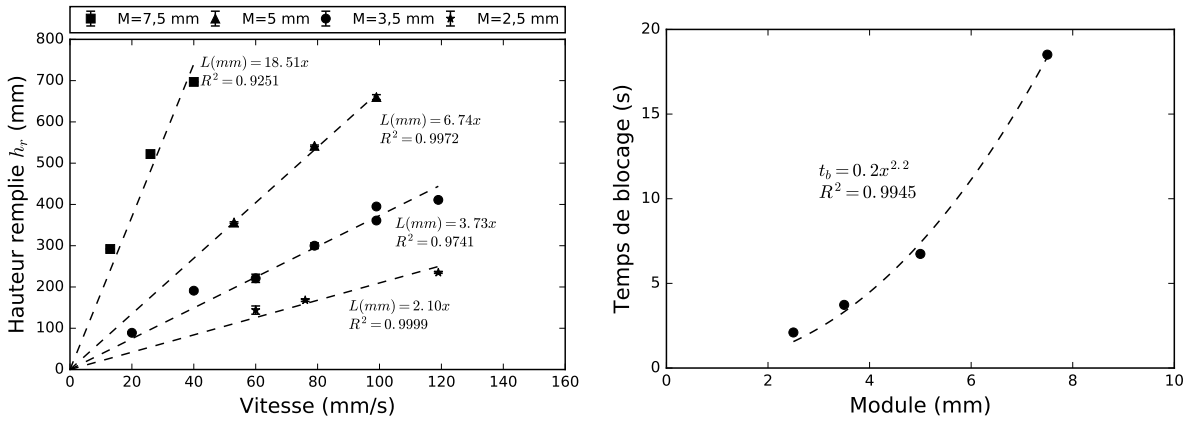
Les éprouvettes obtenues sont ensuite analysées pour déterminer le lien entre les paramètres de coulée et la hauteur remplie.

5.4.2 Hauteurs remplies

Pour chaque éprouvette, les hauteurs remplies sont mesurées entre le haut de l'attaque et le bout des barres. La figure 5.3a montre la hauteur moyenne des barres de chaque éprouvette. L'écart type sur un même essai est tellement faible qu'il n'est pas visible. Ces courbes sont tracées en fonction de la vitesse moyenne de montée v_c calculée avec l'équation :

$$v_c = \frac{\dot{P_c}}{\rho g(1+R\beta)} \tag{5.2}$$

Les propriétés physiques de l'alliage utilisées sont celles présentées dans le tableau 3.6, la valeur de β=0,028 est calculée grâce aux dimensions du four (tableau 2.3) et la valeur de R correspond au changement de section donné dans le tableau 5.1. On observe un effet linéaire de la vitesse sur la longueur remplie. Cette observation est cohérente avec les modèles analytiques de Campbell [3] et de Flemmings [4] qui prédisent une proportionnalité avec la vitesse. Le coefficient de proportionnalité est homogène à un temps : il est considéré être le temps de blocage brusque de l'écoulement t_b en supposant une vitesse constante. Le graphe 5.3b montre l'évolution de ce temps t_b en fonction du module M de chaque essai. La corrélation montre une proportionnalité proche du carré du module M. D'après les modèles existants, ce comportement correspond à un alliage pur ou eutectique se solidifiant du bord vers le centre (figure 1.10a). Comme il a été détaillé au paragraphe 1.4.2.3, le RZ5 est connu pour se solidifier sous forme de grains équiaxes dans des conditions de coulée au sable. Ce mécanisme de solidification devrait générer un blocage à partir du front de métal (figure 1.10b), induisant une évolution linéaire de la longueur coulée en fonction du module [3–5]. Les résultats de temps de blocage ne sont donc pas cohérents avec le mode de blocage théorique du RZ5, ces modèles de prédiction de la hauteur remplie ne semblent donc pas adaptés au cas d'étude.



(a) Hauteurs finales mesurées

(b) Temps de blocage expérimental

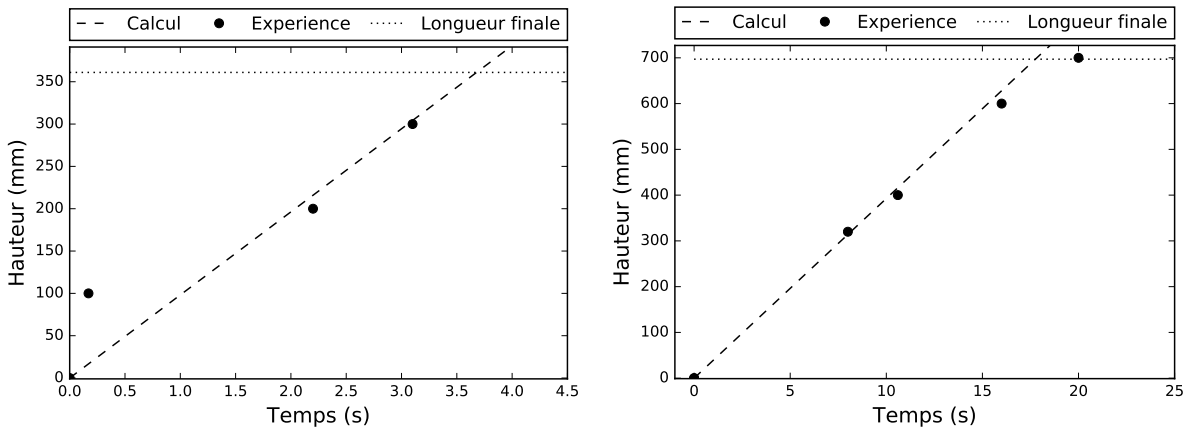
FIGURE 5.3 – Hauteurs remplies en fonction de la vitesse de montée v_c et du module M, et temps de blocage de l'écoulement t_b

Ces résultats bruts sont cependant à nuancer. En effet, ces expériences réalisées à grande échelle sont soumises à différentes perturbations. Les barres d'erreurs visibles sont très resserrées et indiquent une bonne répétabilité sur un même essai. En revanche, pour le diamètre 14 mm, deux essais à des sessions de coulée différentes ont été réalisés à $\dot{P_c}$=15 mbar/s correspondant à une vitesse de 100 mm/s visible sur la figure 5.3a. L'écart de 30 mm donne un ordre de grandeur de la variabilité du processus. Ces dernières peuvent notamment être expliquées par des perturbations de la vitesse dues au changement de section, par une variation de qualité de l'alliage ou par des variations de température en entrée du moule ou dans les attaques. Ces différents facteurs sont étudiés dans la suite pour identifier lequel pourrait expliquer l'évolution du temps de blocage comme une fonction carrée du module.

5.4.3 Étude des variabilités de l'essai

5.4.3.1 Vitesse de montée

Il a été détaillé au chapitre 4 l'importance du changement de section sur les oscillations. Les thermocouples insérés dans les moules reliés à des contacts électriques permettent de mesurer le niveau de métal en fonction du temps. Le nombre de contacts par barre étant faible pour limiter l'influence sur les échanges thermiques, le comportement hydraulique n'a pas pu être aussi systématiquement détaillé qu'au chapitre 4. Deux essais sont présentés et illustrent les comportements observés sur les différentes éprouvettes. La figure 5.4a montre l'évolution de la hauteur au cours du temps pour M=3,5 mm et $\dot{P}_c$ = 15 mbar/s ainsi que la hauteur calculée avec l'équation 5.2. On retrouve qualitativement le dépassement puis la stabilisation du front 150 mm avant le blocage. La figure 5.4b montre la comparaison des hauteurs pour M=7,5 mm et $\dot{P}_c$ = 6 mbar/s. Cette courbe révèle que le métal ralentit juste avant le blocage et qu'il atteint sa hauteur finale avec un retard de 1,5 s par rapport au modèle. Cela s'explique qualitativement par l'augmentation de la masse volumique, de la viscosité et de la tension de surface avec le refroidissement. Même si des écarts existent, l'écart relatif entre le temps calculé et mesuré est inférieur à 10 %.



(a) Cas M=3,5 mm et $\dot{P}_c$ = 15 mbar/s

(b) Cas M=7,5 mm et $\dot{P}_c$ = 6 mbar/s

FIGURE 5.4 – Comparaison de la hauteur mesurée et de la hauteur calculée pour deux essais de coulabilité

Le faible nombre de points rend difficile une analyse plus détaillée de ces phénomènes hydrauliques. Le développement d'un système de mesure de la hauteur sans contact permettrait une caractérisation continue de l'écoulement en fin de remplissage. Des systèmes par télémétrie laser au dessus des barres ou des capteurs capacitifs dans le moule pourraient être envisagés. Grâce à ces mesures, l'évolution de la viscosité pourrait être calculée en utilisant des modèles hydrauliques comme celui proposé par Luk et al. [6]. De plus, cette viscosité pourrait ensuite être utilisée dans les modèles de simulation sous forme de viscosité effective.

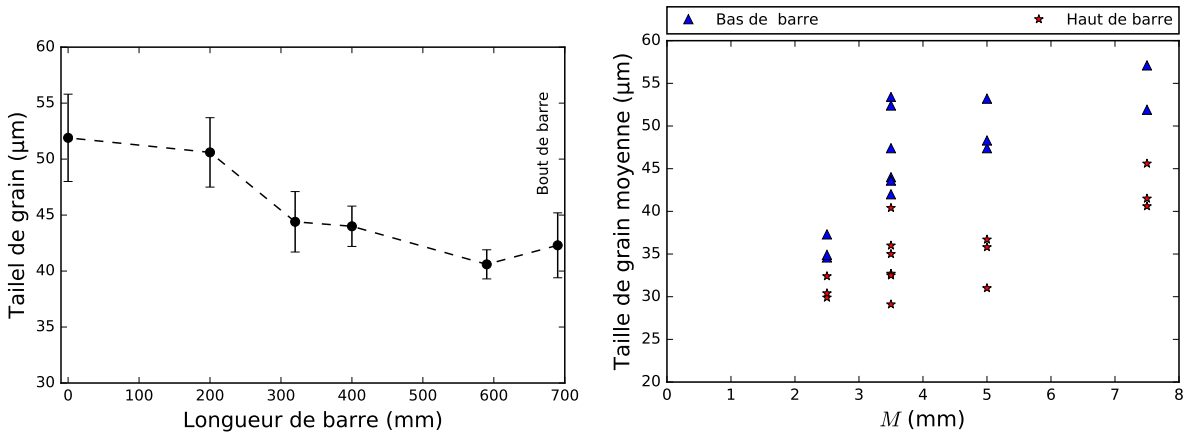
Bien que des écarts hauteur en fonction du temps existent, seul un faible écart est observé en fin de remplissage : cela indique que l'utilisation d'une vitesse moyenne de remplissage avec un blocage brusque est une hypothèse acceptable pour une approche analytique simplifiée. Ces variations de vitesse, avant le blocage, ne permettent pas d'expliquer l'évolution au carré du module du temps de blocage. Les incertitudes sur les mesures de vitesse de montée étant connues, il a ensuite été étudié les variabilités de la microstructure dans les barres.

5.4.3.2 Microstructure

Afin de vérifier que la microstructure est similaire dans chaque essai, une des barres a été prélevée et sectionnée en tranches régulièrement réparties sur la hauteur. La microstructure observée dans tous les échantillons est du même type que celle observée au chapitre 3 dans les carottes : les grains sont globulaires et équiaxes quel que soit le module de la barre. De plus, les mesures au centre et au bord des barres indiquent des tailles de grains identiques. D'après la littérature présentée au paragraphe 1.3.4, cette microstructure correspond à un mode de blocage en bout et n'explique pas l'évolution non linéaire du temps de blocage.

Bien que le type de microstructure soit semblable, la taille des grains est susceptible de modifier la fraction solide de blocage fs_b et donc le temps de blocage t_b [3, 4]. La taille de grain moyenne a été mesurée pour chaque essai au sur une zone d'environ 1,5mm^2 au centre de la barre selon la méthode présentée au paragraphe 2.4.2.2. Pour toutes les barres, on note une tendance similaire. La figure 5.5b illustre cette tendance pour M=7,5 mm et $\dot{P}_c$ = 6 mbar/s : la taille de grain est plus grossière en bas de barre puis diminue progressivement avec la hauteur. Cela peut s'expliquer par le taux de refroidissement plus lent proche de l'attaque dû à la proximité du tube de coulée et l'échange thermique plus important avec l'air en haut de la barre. Cela incite donc à positionner les parties fonctionnelles des pièces en haut pour minimiser la taille de grain.

La figure 5.5b présente la taille de grain moyenne en fonction du module de la barre en haut et en bas de barre. On retrouve bien pour les différents modules une taille de grain inférieure en haut de barre. La taille de grain a une tendance croissante avec l'augmentation du module. On note cependant des dispersion importantes en tailles de grain. La comparaison pour un même module des tailles de grain avec la vitesse de remplissage n'a pas montré de corrélation. Une hétérogénéité de l'alliage pourrait expliquer ces dispersions.



(a) Cas M=7,5 mm et $\dot{P}_c$ = 6 mbar/s

(b) Taille de grains moyenne en fonction du diamètre

FIGURE 5.5 – Tailles de grains mesurées dans les barres de coulabilité

Bien que les grains soient globulaires pour tous les essais, l'augmentation de la taille de grain est donc susceptible de modifier la fraction solide de blocage fs_b : cela pourrait potentiellement expliquer la tendance non linéaire du temps de blocage t_b. La dispersion importante en taille de grain pour un même module incite toutefois à vérifier la constance de la composition de l'alliage.

5.4.3.3 Composition chimique

Sur les mêmes échantillons que pour les micrographies, la composition moyenne a été mesurée. Bien que des hétérogénéités en composition soient observées, la composition reste dans les normes

du RZ5 [7] pour tous les essais . La figure A.12 en annexe montre la composition moyenne mesurée sur trois échantillons des éléments principaux en bas, au milieu et en haut d'une barre pour chaque éprouvette. Les hétérogénéités proviennent probablement de la zone riche en crasses en fond de creuset qui n'a pas pu être évitée dans ce travail.

D'après l'étude de la littérature présentée au paragraphe 1.4.2.2, on sait que le taux de Zr a un impact sur la taille de grain. La figure 5.6 montre la taille de grain moyenne mesurée en fonction de la concentration en zirconium. Tout comme pour les essais de carottage (figure 3.6), on ne note pas de tendance claire. De plus, le même travail a été réalisé pour les autres éléments sans obtenir de tendance claire. Cela souligne que dès 0,5 %m de Zr, le raffinement de grain est à priori maximum avec la recette appliquée. La quantité de Zirmax pourrait donc être réduite lors de l'affinage pour limiter la zone riche en Zr en fond de bain.

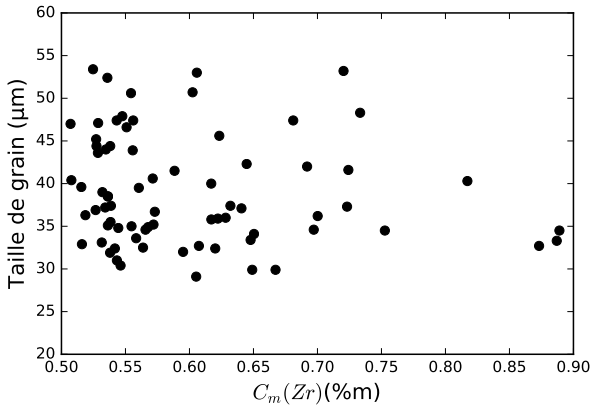


FIGURE 5.6 – Tailles de grains mesurées dans les barres de coulabilité en fonction de la concentration en Zr

On voit que la taille de grain est peu affectée par la concentration en Zr pour ces cas expérimentaux. L'évolution de la taille de grain est donc bien principalement liée au module M qui transcrit l'influence du taux de refroidissement sur la taille de grain. Les courbes de températures mesurées sont donc étudiées dans la suite.

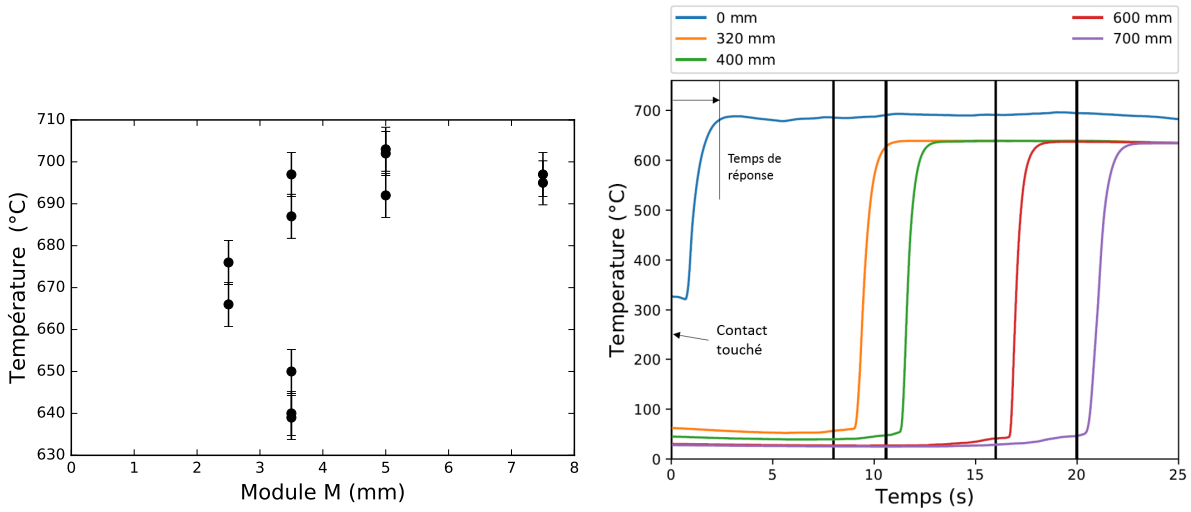
5.4.3.4 Températures mesurées

Trois essais ont permis de mesurer la température maximale du métal à l'entrée du moule (en bas des attaques). Lors des coulées, le four et le tube étaient chauffés à une température de 760° C. Malgré cela, les températures maximales mesurées sur ces trois essais varient de 720 à 735°C. La température mesurée en entrée du moule est donc variable.

La température maximale mesurée en bas des barres (0 mm) a ensuite été étudiée. La figure 5.7a présente la température maximale mesurée en fonction du module pour les différents essais. Les barres d'erreurs correspondent à la précision nominale des thermocouple à 700°C. La température n'a pas pu être extraite pour tous les essais en raison de problèmes de position ou de casse de thermocouples. On note une température mesurée plus importante en bas de barre pour les modules plus importants. Toutefois, ce graphique montre une dispersion importante pouvant s'expliquer par :

- une mesure de température imprécise ;
- des variations de température réelles du métal .

La figure 5.7b indique la température mesurée par les thermocouples à différentes hauteurs dans la barre pour l'essai avec M=7,5 mm et $\dot{P}_c$ = 6 mbar/s. Les traits noirs verticaux représentent le moment de contact du métal avec le thermocouples mesuré par contact électrique. On note ici un temps



(a) Températures maximales mesurées en bas des barres en fonction du module M

(b) Températures mesurées lors du remplissage pour M=7,5 mm et $\dot{P}_c$ = 6 mbar/s

FIGURE 5.7 – Mesures de températures dans les barres de coulabilité

de réponse de l'ordre de 2 s pour une remplissage de 20 s. Ces courbes indiquent donc que le temps de réponse rend la mesure de température peu précise et peut expliquer les écarts observés.

Cela n'exclut pas que la température réelle du métal en entrée de barre varie au cours des essais. Ainsi, pour les plus grands modules, la chute de température dans les attaques est sans doute plus faible, la température en entrée de barre est plus importante et donc le temps pour atteindre le blocage est plus important. Ce phénomène pourrait ainsi expliquer l'évolution non linéaire du temps de blocage t_b avec le module présenté sur la figure 5.3b.

Une caractérisation plus précise des températures n'a pas pu être réalisée et présente un axe d'amélioration majeur de ces essais. Les thermocouples utilisés déjà de très faible diamètre (0,5 mm), bien que gainés, semblent indiquer que la mesure par contact pour ces phénomènes instationnaires rapides est inadaptée. Le développement de mesures de température sans contact par caméra thermique ou par pyromètre pourraient être envisagés.

Les caractérisations observées dans cette partie indiquent néanmoins que :

- la vitesse de montée moyenne est globalement constante jusqu'au blocage brusque ;
- la microstructure est globulaire ;
- la taille de grain est plus impactée par le module que par le taux de Zr ;
- la température du métal en entrée de barre n'est pas maitrisée .

La cause de l'évolution non linéaire du temps de blocage présenté en figure 5.3b, en contradiction avec la littérature pour un blocage en bout, peut donc être liée :

- à un effet de la taille de grain modifiant la fraction solide de blocage ;
- à des variations expérimentales de la température en entrée de barre ;
- aux modèles existants, issus de la coulée par gravité, qui ne sont pas applicables à la basse-pression .

Les mesures réalisées ne permettent pas d'identifier clairement quelle est la cause la plus plausible. Malgré ces incertitudes, une linéarité de la hauteur remplie avec la vitesse, la microstructure globulaire équiaxe et un ralentissement brutal avant blocage ont été observés. Ces observations correspondent bien aux hypothèses du modèle analytique de Flemings [4]. Il est donc testé par la suite

si ce modèle analytique peut être appliqué à la basse-pression pour extraire un fraction solide de blocage fs_b fonction du module en le comparant aux résultats expérimentaux.

5.5 Prédictions analytiques de la malvenue

5.5.1 Application de la formule de Flemings

L'équation 5.3 rappelle le modèle présenté au paragraphe 1.3.4 en utilisant les notations propres au cas étudié :

$$h_r = \frac{\mathrm{M} v_c \rho \left(fs_b \Delta \mathrm{H} + \mathrm{C}_p (\mathrm{T}_c - \mathrm{T}_l) \right)}{\mathrm{K}(\mathrm{T}_c - \mathrm{T}_m)} \left(1 + \frac{\mathrm{K}\sqrt{\pi \alpha_m \Delta \mathrm{L}}}{2\lambda_m \sqrt{v_c}} \right) \tag{5.3}$$

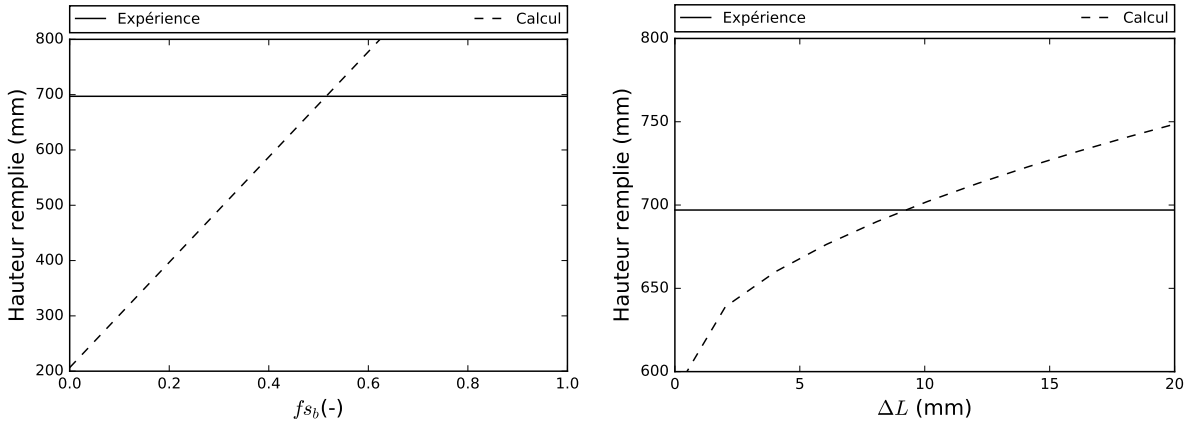
Ce modèle nécessite la détermination de la longueur de blocage ΔL puis d'une fraction solide de blocage fs_b [4]. Dans ces essais, aucune structure caractéristique n'a pu être identifiée permettant de proposer une valeur ΔL à partir de micrographie en bout de barre. Le modèle a donc été testé avec la valeur de ΔL proposée par Flemings de 10 mm pour un alliage d'aluminium [4]. Les valeurs des propriétés matériaux de l'alliage et du sable utilisées sont résumées dans le tableau 5.3 :

Propriété	Valeur	Source
ρ	1558 $kg.m^{-3}$	[8]
ΔH	355 $kJ.kg^{-1}$	[9]
C_p	1322 J.(K.kg)$^{-1}$	[9]
λ_m	0,35 W.m^{-1}.K^{-1}	[10]
α_m	2,5 $\cdot 10^{-7}$ $m^2 \cdot s^{-1}$	[10]

TABLEAU 5.3 – Propriétés physiques de l'alliage de RZ5 et du sable utilisées dans le modèle de Flemings

Le coefficient d'échange n'étant pas connu pour du RZ5 dans des moules en sable imprimés, une valeur de K=300 W$\cdot m^{-2} \cdot$K^{-1} [11] correspondant à un alliage de magnésium dans du sable à silice a été utilisée. Le cas étudié correspond à l'expérience avec M=7,5 mm et $\dot{P}_c$ = 6 mbar/s. La température du moule est définie comme la température ambiante (T_m=20°C) et la température de coulée est la température maximale mesurée par thermocouple en entrée de barre (T_c=696°C). La figure 5.8a présente l'impact de la valeur de fs_b choisie sur la hauteur finale remplie h_r d'après l'équation 5.3. Comparé à l'expérience, on obtient une correspondance pour fs_b=0,5. Cette valeur est très différente des valeurs de fs_b=0,05 à fs_b=0,1 obtenues par Flemings pour un alliage d'aluminium coulé en gravité dans un moule en sable [4]. Cela peut s'expliquer car cette fraction de blocage est fonction de l'alliage, du type de moule et du niveau de pression. Or en basse-pression, la pression augmente durant le remplissage et peut forcer le métal à s'écouler en phase semi-solide. En gardant la valeur de fraction solide de fs_b=0,5 , l'effet de la longueur de blocage ΔL a été testé. La figure 5.8b montre la longueur remplie en fonction de ΔL. On voit ici le fort impact de ce paramètre : la longueur passe de 660 mm pour ΔL $\approx$ 5 mm à 750 mm pour ΔL$\approx$20 mm. Dans la mesure où les micrographies n'ont pas permis d'estimer l'ordre de grandeur de cette zone, cette longueur est une variable de calage couplée à la fraction solide de blocage.

Ce couple de paramètres de calage empêche la détermination d'une seule valeur de fraction solide de blocage. Il est donc difficile d'interpréter physiquement le phénomène, d'extrapoler à d'autres cas ou d'utiliser cette valeur dans des simulations numériques.



(a) Effet de fs_b

(b) Effet de ΔL

FIGURE 5.8 – Prédiction du modèle de Flemings pour K=300 W $\cdot m^{-2} \cdot$ K^{-1} avec M=7,5 mm et $\dot{P}_c$ = 6 mbar/s

5.5.2 Développement d'un modèle analytique

Afin de déterminer un critère de blocage dépendant d'un paramètre unique, un modèle analytique a été développé. La figure 5.9 présente le cas étudié. On considère le remplissage d'un tube vertical de section S_c et de périmètre P_r. Le système étudié est un volume fermé de métal au niveau du front d'une épaisseur dz à une température T uniforme. Ce volume entre dans la barre à l'instant initial puis monte avec une vitesse constante v_c ; elle correspond à la rampe de pression calculée avec l'équation 5.2. Le métal entre à une température de coulée T_c. Puis, l'élément avançant est constamment en contact avec une interface à la température T_m. Le flux thermique extrait est Φ. Les échanges entre l'air et le métal ainsi que dans le métal selon l'axe z sont négligés. Les surfaces supérieures et inférieures du volume fermé de métal considéré sont donc adiabatiques. Quand le front atteint une température T_b au bout d'un temps t_b, le front est supposé s'arrêter brusquement.

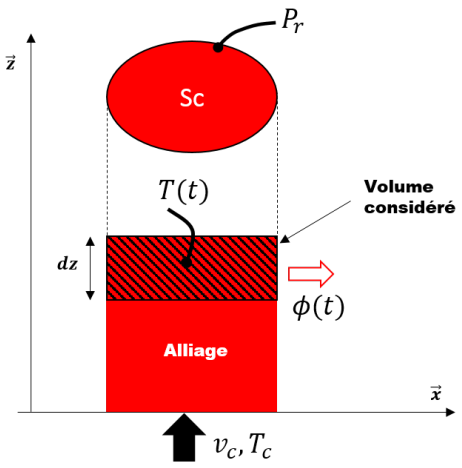


FIGURE 5.9 – Schéma de principe du modèle de prédiction de la malvenue

A partir de ce cas, on cherche à résoudre les équations de la thermique pour calculer l'évolution de la température du front T puis d'en déduire la température de blocage T_b et le temps de blocage t_b. On réalise donc un bilan thermique sur le volume de métal fermé considéré à une température T et une fraction solide fs évoluant au cours du temps. De l'instant t à t+dt, la variation d'enthalpie dH du volume de métal est donné par :

$$\frac{\mathrm{dH}}{\mathrm{d}t} = \rho \mathrm{S}_c \, \mathrm{d}z \left(\mathrm{C}_p \frac{\mathrm{dT}}{\mathrm{d}t} - \Delta \mathrm{H} \frac{\mathrm{d}fs}{\mathrm{d}t} \right) \tag{5.4}$$

Le flux à l'interface métal et moule Φ est considéré piloté par un coefficient d'échange K avec une température de contact T_m constante. Il n'y a donc pas d'échauffement du moule. Le flux est ainsi donné par l'expression :

$$\Phi(t) = -KP_r\, dz\,(T(t) - T_m) \tag{5.5}$$

La variation d'enthalpie 5.4 au cours du temps est égale au flux thermique extrait 5.5. Ce bilan de chaleur du système permet d'obtenir l'équation analytique de l'évolution de la température du volume de métal :

$$\rho S_c \left(C_p \frac{dT}{dt} - \Delta H \frac{df_s}{dt} \right) = -KP_r\,(T(t) - T_m) \tag{5.6}$$

On se place dans un premier temps à des températures supérieures au liquidus T_l. Il n'y pas de changement de phase, la variation de fraction solide est nulle et on obtient une équation linéaire du premier ordre :

$$\rho S_c C_p \frac{dT}{dt} = -KP_r\,(T(t) - T_m) \tag{5.7}$$

En séparant les variables, puis en intégrant entre la température de coulée T_c et la température du front T, on obtient le lien entre le temps et la température du front. En considérant la vitesse de montée constante, on obtient également le lien entre la hauteur du front h et sa température T :

$$\begin{cases} t(T) = \frac{\rho M C_p}{K} \ln\left(\frac{T_c - T_m}{T - T_m}\right) \\ \\ h(T) = v_c\, t(T) \end{cases} \tag{5.8}$$

Le temps d'atteinte du liquidus est ensuite calculé selon :

$$t_l = \frac{\rho M C_p}{K} \ln\left(\frac{T_c - T_m}{T_l - T_m}\right) \tag{5.9}$$

Une fois que le liquidus est atteint, le changement de phase débute. Afin de décrire analytiquement la variation de fraction solide avec la température, cette dernière à été modélisée par une fonction polynomiale de degré 3 :

$$f_s = aT^3 + bT^2 + cT + d \tag{5.10}$$

La figure 5.10 montre la corrélation obtenue. Cette corrélation permet une bonne superposition des courbes et est valable jusqu'à une fraction solide de 0,6 pour le modèle de bras de levier et de Scheil.

Avec ce polynôme, l'équation 5.6 se ré-écrit selon :

$$\rho S_c \left(C_p \frac{dT}{dt} - \Delta H \left(3aT^2 + 2bT + c\right) \frac{dT}{dt} \right) = -KP_r\,(T(t) - T_m) \tag{5.11}$$

Pour des températures en dessous du liquidus, la résolution par séparation de variables donne le lien entre le temps et la température du front selon :

$$\int_{t_l}^{t} dt = -\frac{\rho M}{K} \int_{T_l}^{T} \frac{C_p - \Delta H \left(3aT^2 + 2bT + c\right)}{T(t) - T_m} dT \tag{5.12}$$

L'intégration permet d'exprimer le temps d'atteinte de la température T à partir du liquidus grâce à une fonction Θ définie selon :

$$\Theta(T) = t(T) - t_l = A \cdot \left[B(T) \cdot \left(C_p - \Delta H \left(3aT_m{}^2 + 2bT_m + c\right) \right) - C(T) \right] \tag{5.13}$$

Avec A une constante, B et C des fonctions de T :

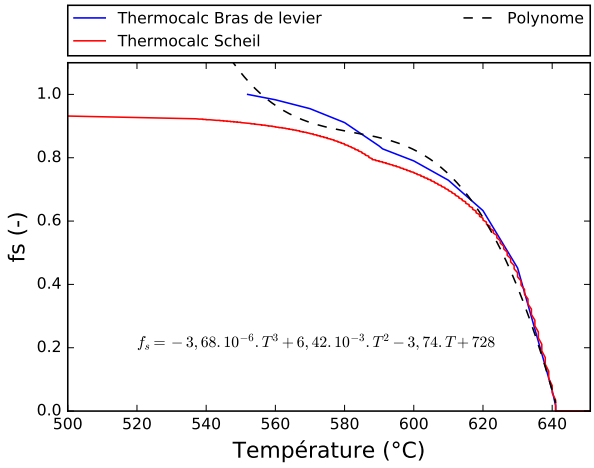


FIGURE 5.10 – Corrélation du chemin de solidification simulé par Thermocalc du RZ5 avec un polynôme

$$\begin{cases} A = -\frac{\rho M}{K} \\ B(T) = \ln\left(\frac{T-T_m}{T_l-T_m}\right) \\ C(T) = \Delta H\left(3a\frac{(T-T_m)^2-(T_l-T_m)^2}{2} + 6aT_m(T-T_m) + 2b(T-T_m)\right) \end{cases} \tag{5.14}$$

En considérant la vitesse constante, on obtient le lien entre la hauteur du front h et sa température pour les températures inférieures au liquidus selon :

$$h = v_c\,(t_l + \Theta(T)) \tag{5.15}$$

Le temps t_b et la hauteur h_r pour atteindre la température de blocage T_b de l'écoulement sont ainsi :

$$\begin{cases} t_b = t_l + \Theta(T_b) \\ h_r = v_c\,t_b \end{cases} \tag{5.16}$$

Ce modèle permet de relier à présent analytiquement la hauteur remplie aux paramètres de coulée et à une variable unique à déterminer : la température de blocage T_b de l'écoulement. Les prédictions de ce modèle sont donc comparées aux données expérimentales pour déterminer des valeurs de T_b.

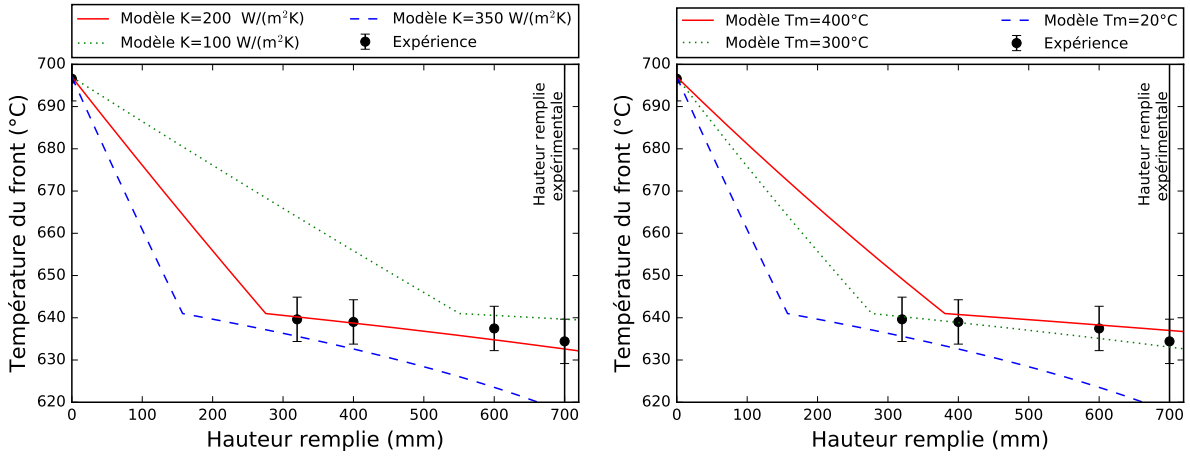
5.5.3 Comparaison du modèle aux résultats expérimentaux

Le modèle proposé fait intervenir un coefficient d'échange K. Or un coefficient d'échange considérant du magnésium en écoulement dans des moules en sable imprimé n'a pas été rencontré dans la littérature. Dans un premier temps, différentes valeurs de coefficients d'échanges ont donc été testées.

5.5.3.1 Effet du coefficient d'échange et de la température d'interface

Les équations 5.8 et 5.15 sont utilisées pour tracer l'évolution de la température du volume infinitésimal de métal en bout en fonction de sa hauteur dans la barre, respectivement avant l'atteinte du liquidus et après l'atteinte du liquidus. Les données matériaux utilisées sont celles du tableau 5.3. La température expérimentale maximale mesurée en entrée de barre est utilisée pour définir T_c dans

chaque essai. La température à l'interface entre métal et moule T_m est choisie comme la température ambiante soit 20°C. La figure 5.11a montre pour le cas $\dot{P}_c$=6 mbar/s et M=7,5 mm les températures mesurées et calculées en fonction de la hauteur du front pour différentes valeur de K. Les valeurs expérimentales correspondent aux températures maximales mesurées par chaque thermocouple positionné à chaque hauteur h. La barre d'erreur représente la precision du thermocouple à 700°C. On voit les deux phases prédites par le modèle : le refroidissement de T_c à T_l puis la solidification à partir de T_l. Pour ce cas, la meilleure corrélation avec le modèle est obtenue avec une valeur de K=200 W.$(m^2$.K$)^{-1}$. Pour les autres valeurs de K, on voit une large variation de la prédiction de la température. Le modèle est donc fortement sensible au coefficient d'échange utilisé. Le même travail à été réalisé pour les quatre autres essais présentés en annexe A.13. Ces comparaisons indiquent les meilleures corrélations pour des coefficients variant de 200 à 350 W.m^{-2}.K^{-1}.



(a) Effet de K pour T_m= 20°C

(b) Effet de T_m pour K= 350 W.$(m^2$.K$)^{-1}$

FIGURE 5.11 – Effet du coefficient d'échange K et de la température de contact T_m sur la température du front de métal calculé avec $\dot{P}_c$=6 mbar/s et M=7,5 mm d'après les équations 5.8 et 5.15

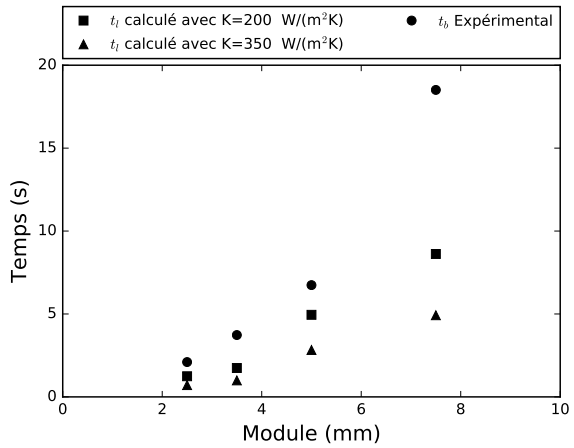
Pour ces cas, une température de surface T_m constante a été considérée. Néanmoins, la température de l'interface peut être modifiée par la convection de l'air, la diffusion thermique dans le sable ou par la radiation du métal lors du remplissage. De la même manière que pour le coefficient d'échange, différentes valeurs de température d'interface T_m ont été testées. La figure 5.11b montre le calage de T_m avec un coefficient d'échange de 350 W.$(m^2$.K$)^{-1}$ sur l'essai $\dot{P}_c$=6 mbar/s et M=7,5 mm. La modification de la température de l'interface impacte également fortement la longueur coulée.

La caractérisation directe du coefficient d'échange et de la température d'interface n'a pas pu être réalisée. Des couples de valeurs de calage sont donc possibles. De plus, les temps de réponse des thermocouples et leur interaction avec l'alliage sont susceptibles de perturber les résultats. Dans la suite, une température de surface fixe T_m=20°C et un intervalle de coefficient d'échange K=200-350W.$(m^2$.K$)^{-1}$ sont utilisés. Cet intervalle est choisi pour représenter les incertitudes. Le choix de fixer K et de modifier T_m aurait pu également être fait.

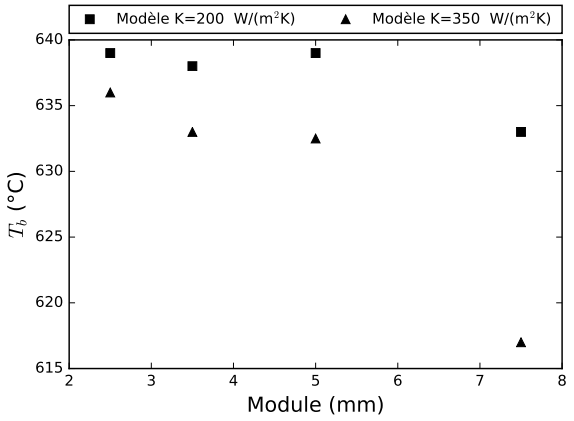
5.5.3.2 Détermination d'une température de blocage

L'équation 5.9 permet de donner analytiquement une estimation du temps d'atteinte de liquidus une fois le coefficient d'échange connu. La figure 5.12a compare le temps de blocage expérimental (figure 5.3b) au temps d'atteinte du liquidus obtenu avec le modèle. Pour le calcul, la température d'entrée expérimentale moyenne pour le module considéré (figure 5.7a) est utilisée comme valeur de T_c. Quel que soit le coefficient d'échange, le blocage apparait bien après le temps d'atteinte du

liquidus calculé. Cela indique que le remplissage en phase semi-solide est non négligeable : pour le module 7,5 mm, une différence de près de 15 s est visible. La prise en compte du changement de phase semble ainsi impérative.



(a) Comparaison du temps d'atteinte du liquidus calculé avec l'équation 5.7 avec le temps de blocage expérimental



(b) Température de blocage de l'écoulement calculée avec l'équation 5.16

FIGURE 5.12 – Comparaisons des temps de blocage et détermination d'une température de blocage

Pour prendre en compte ce blocage, il est nécéssaire de déterminer la température de blocage T_b. Elle est obtenue à partir de l'équation 5.16 pour correspondre au temps de blocage expérimental. Ce travail est fait pour chaque diamètre et pour les deux coefficients d'échanges extrêmes précédemment définis. La figure 5.12b montre l'évolution de la température de blocage T_b donnée par le modèle en fonction du module pour les deux coefficients d'échanges. On voit que pour les modules entre 2,5 mm et 5 mm, la température de blocage calculée est entre 632°C et 639°C : elle est essentiellement impactée par le coefficient d'échange de calage. Pour le module de 7,5 mm, la valeur calculée de T_b chute fortement. Cette chute pourrait être expliquée par l'hypothèse de température uniforme dans le volume qui devient inadaptée quand le module augmente ou des valeurs de coefficient d'échanges et de température d'interface inadaptées. Néanmoins, la valeur de T_b, calculée à partir de la température de coulée expérimentale, peut être perturbée par les imprécisions des mesures de température.

Pour l'essai de module M=7,5 mm coulé avec $\dot{P}_c$ = 6 mbar/s, un thermocouple a mesuré la température juste en bout de barre à 700 mm ; pour les autres essais, la température en bout n'a pas pu être mesurée faute de thermocouple. La figure 5.11a montre que la température maximale mesurée

de 634 °C est proche de la température du liquidus. Le point dans la figure 5.12b correspondant au module 7,5 mm avec K=350 W.$(m^2$.K$)^{-1}$ n'est donc pas cohérent avec la mesure expérimentale. En ne prenant pas cette mesure, l'intervalle de température de blocage le plus plausible semble donc situé entre 632°C et 639°C.

Si l'on compare cet intervalle avec les fractions solides correspondantes (figure 5.10), on obtient un intervalle allant de fs_b=0,1 à fs_b=0,34. Cet intervalle montre que même en basse-pression, le blocage de l'écoulement de RZ5 semble se situer à une fraction solide relativement faible. Les travaux précédent proposent des valeurs de blocage pour de l'aluminium en gravité de l'ordre de fs_b=0,2 à fs_b=0,5 [3, 4, 12]. L'amélioration des mesures pourrait permettre d'utiliser ce critère de blocage dans les simulations numériques pour prédire la malvenue.

Le développement de ce modèle analytique a permis de relier les paramètres de coulée à un temps de blocage et une hauteur remplie grâce à la détermination d'une température de blocage. Contrairement au modèle de Flemings qui considère une longueur ΔL à l'origine du blocage de l'ordre du centimètre, ce modèle considère une épaisseur infinitésimale en bout. Cela signifie que seul l'extrême bout de barre serait à l'origine de ce blocage. La variabilité des mesures de températures, le manque de caractérisation du coefficient d'échange et de la température à l'interface limitent la précision des prédictions et des analyses.

Bien que ces incertitudes existent, les résultats analytiques (équation 5.14) et expérimentaux (figure 5.3b) permettent de proposer des valeurs de temps critiques de remplissage. Or, ces temps critiques de remplissage sont utilisables pour le choix d'une rampe de pression minimale et peuvent permettre le paramétrage du procédé limitant les défauts de malvenue.

5.6 Proposition d'une méthodologie de coulée limitant les défauts de remplissage en basse-pression

Il a été montré au chapitre 1.3, le besoin de définir un intervalle de rampe limitant les défauts de remplissage. A partir des résultats précédents, une cartographie limitant les défauts de remplissage du RZ5 en basse-pression est proposée.

5.6.1 Définition d'une cartographie du procédé

Dans un premier temps, on peut définir une rampe minimale $\dot{P}_{min}$ limitant le risque de malvenue en fonction des paramètres de coulée. Pour cela, grâce au modèle proposé précédemment, on calcule le temps d'atteinte du liquidus t_l à partir de l'équation 5.9 et le temps de blocage t_b à partir de l'équation 5.16. Avec les données actuelles, il est supposé une température de blocage T_b= 635 °C indépendante du module, un coefficient d'échange K=200 W.$(m^2$.K$)^{-1}$ et une température d'interface de T_m=20 °C. s. La figure 5.13 présente l'évolution de t_b et t_l calculés. Les deux températures de coulée proposées correspondent à un intervalle de température de coulée habituel pour du RZ5 [13]. On observe l'effet linéaire du module. Comme attendu, le temps de remplissage maximale avant le risque de malvenue augmente avec la température de coulée.

L'utilisation du temps d'atteinte de liquidus t_l comme temps critique de remplissage t_c permet de garder une marge de sécurité vis à vis du risque de malvenue. De plus, comme il a été détaillé au paragraphe 1.2.1.2, le temps critique de remplissage t_c peut également correspondre au temps critique de tenue du moule t_g. Selon les cas, ce temps critique sera donc soit le temps d'atteinte du liquidus, soit le temps de blocage t_b, soit le temps de critique de tenue du moule t_g. Un fois t_c choisi et

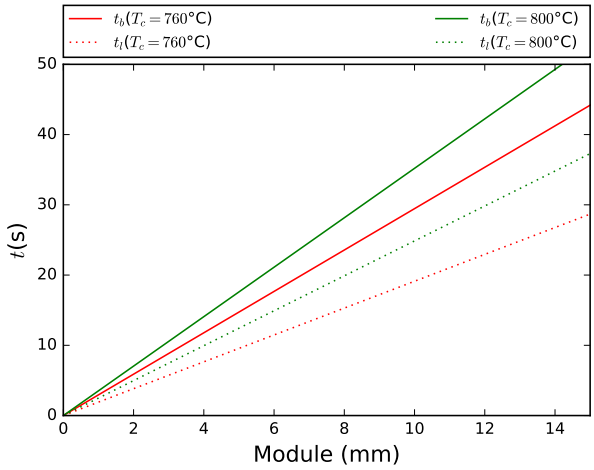


FIGURE 5.13 – Abaque du temps d'atteinte du liquidus t_l (··) et du temps de blocage t_b (−), avec K = 200 W.(m^2.K)$^{-1}$ et T_b= 635 °C pour du RZ5 à différentes températures de coulée, calculés avec les équations 5.9 et 5.16

connaissant la hauteur de la pièce à remplir h_p, la vitesse minimale de remplissage peut être calculée selon :

$$v_{min} = \frac{h_p}{t_c} \tag{5.17}$$

En supposant que le flux est peu perturbé, que la pièce a une section horizontale moyenne S_{moy}, la rampe minimale $\dot{P}_{min}$ à appliquer est simplement obtenue en utilisant l'équation 5.2 :

$$\dot{P}_{min} = \frac{h_p \rho g (1 + \frac{S_{moy}}{S_t}\beta)}{t_c} \tag{5.18}$$

On observe la linéarité entre la pression minimale $\dot{P}_{min}$ et la hauteur de la pièce à remplir. Cela suggère de choisir l'orientation de la pièce minimisant la hauteur pour limiter le risque de malvenue.

La deuxième limite à définir est une rampe maximale $\dot{P}_{max}$ permettant d'éviter les inclusions d'oxydes. Il a été proposé au chapitre 1.3.3.2 deux critères possibles pour définir cette rampe maximale, avec l'utilisation de la vitesse limite de Campbell ou du nombre de Weber limite. On peut exprimer la rampe critique correspondant à ces critères en ré-écrivant les équations 4.29,4.30 et 4.31 présentées au chapitre 4 correspondant à la loi de conservation du débit. La table 5.4 résume en fonction du type de critère et de la valeur de R, le calcul de la rampe limite maximale $\dot{P}_{max}$ limitant les risques d'inclusions. La figure 5.14 présente la pression maximale $\dot{P}_{max}$ admissible pour la gamme de restriction R = 0 à 8. Plusieurs valeurs typiques de longueurs caractéristiques d_c sont proposées, correspondant à une gamme de dimensions de pièces industrielles. La dimension d_c est la dimension caractéristique de l'écoulement : typiquement l'épaisseur pour un pièce plate ou le diamètre pour une pièce cylindrique. Les données matériaux utilisées sont celles présentées dans le tableau 4.1 et les dimensions du four sont détaillées dans la table 2.3. On observe que les valeurs de R proches de 1 donnent les valeurs les moins limitatives de $\dot{P}_{max}$. On note ensuite que le critère de vitesse limite de Campbell est toujours moins contraignant que le critère de Weber pour des valeurs standards de d_c. Le choix entre le critère de Campbell ou de Weber nécessite des études supplémentaires afin de déterminer lequel est le plus pertinent. Il est ainsi possible de définir très simplement la rampe de pression maximale adaptée à la géométrie de la pièce pour limiter les inclusions d'oxydes.

Grâce à ces cartographies, les valeurs de pression minimale $\dot{P}_{min}$ et maximale $\dot{P}_{max}$ peuvent être calculées analytiquement en fonction des paramètres du procédé. Afin de détailler le choix de la

$\dot{P}_{max}$		Critère du risque d'inclusions d'oxydes	
		v=0,5m/s	$W_e = 1$
Géométrie de pièce	R<1	$0,5 \cdot \rho g(1+\beta)R$	$Rg(1+\beta)\sqrt{\frac{\gamma\rho}{d_c}}$
	R>1	$\frac{0,5 \cdot \rho g(1+\beta)}{2-1/R}$	$\frac{g(1+\beta)}{2R-1}\sqrt{\frac{\gamma\rho}{d_c}}$

TABLEAU 5.4 – Critères de calcul de la rampe maximale limitant les inclusions d'oxydes

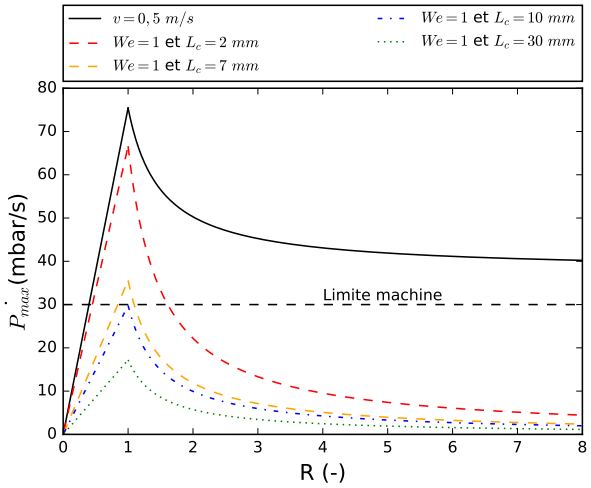


FIGURE 5.14 – Abaque de détermination de la rampe maximale de remplissage $\dot{P}_{max}$ pour les alliages de magnésium en basse-pression

rampe de pression et de définir une orientation optimale de la pièce coulée en LPC, une méthodologie est proposée.

5.6.2 Proposition d'une méthodologie de choix d'orientation de la grappe de coulée

Il a été identifié au chapitre 1.3 qu'un des avantages de la basse-pression était de pouvoir appliquer une surpression pour diminuer le masselottage. Cela a donc pour conséquence de changer l'orientation de la solidification par rapport à la coulée par gravité. De plus, ce travail a établi précédemment qu'il était important de limiter les changements de section et la hauteur des pièces pour limiter les défauts de remplissage. En outre, le positionnement des parties fonctionnelles en haut permet de limiter la taille de grain (figure 5.5b) et la rugosité [14]. Le choix de l'orientation est donc crucial pour limiter les défauts tout en étant compatible avec les étapes de conception de la grappe. Il est ainsi proposé de compléter la chaine traditionnelle de conception d'une grappe présentée sur la figure 1.2. L'objectif de cette méthodologie est de définir l'orientation préférentielle et les intervalles de rampes admissibles pour une pièce industrielle.

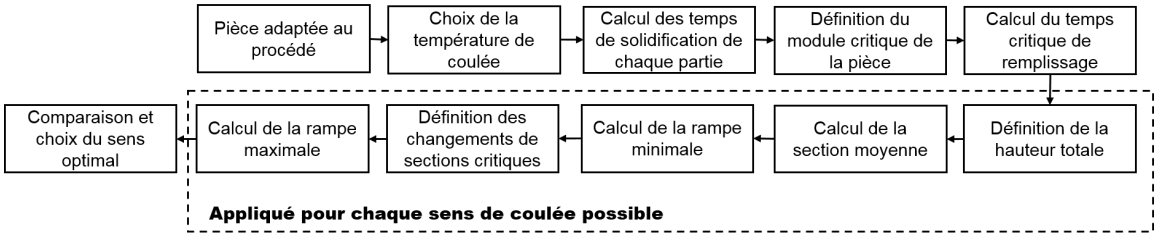


FIGURE 5.15 – Méthode de choix d'orientation de la pièce limitant les défauts de remplissage

La figure 5.15 illustre les différentes étapes. L'étude commence à partir de la pièce fonctionnelle

dont les géométries ont déjà été adaptées au procédé de fonderie : le retrait et les surépaisseurs sont déjà pris en compte. La température de coulée est tout d'abord choisie dans les intervalles de température habituellement utilisés pour le RZ5 (760°C - 800°C)[13]. Un étude thermique est ensuite réalisée pour identifier le sens de solidification naturel de la pièce. Cette étude peut être menée avec la méthode métier détaillée au chapitre 1.2.1 ou par une simulation numérique de la solidification. Puis, le module critique de la pièce est calculé : il correspond à la zone susceptible de se solidifier en premier en bloquant l'écoulement. Grâce à la cartographie 5.13 et au temps critique de tenue du moule, le temps critique t_c de remplissage est calculé. Une orientation caractéristique de la pièce est alors fixée arbitrairement. La hauteur de la pièce h_p et la section horizontale moyenne S_{moy} de la pièce sur la hauteur sont calculées pour cette orientation. Grâce au temps de remplissage critique t_c et à l'équation 5.18, la rampe minimale $\dot{P}_{min}$ est calculée. La courbe d'évolution de la section horizontale en fonction de la hauteur de la pièce est tracée : les changements de section extrêmes (restriction et agrandissement) sont identifiés. A partir de l'abaque 5.14, la rampe maximale de remplissage $\dot{P}_{max}$ est définie. Ces étapes sont répétées pour tous les sens de coulée envisagés, typiquement les 6 axes. Tous ces résultats sont ensuite regroupés. Plusieurs critères sont utilisés d'après les observations de la littérature présentées au chapitre 1.3 et d'après les résultats de ce travail :

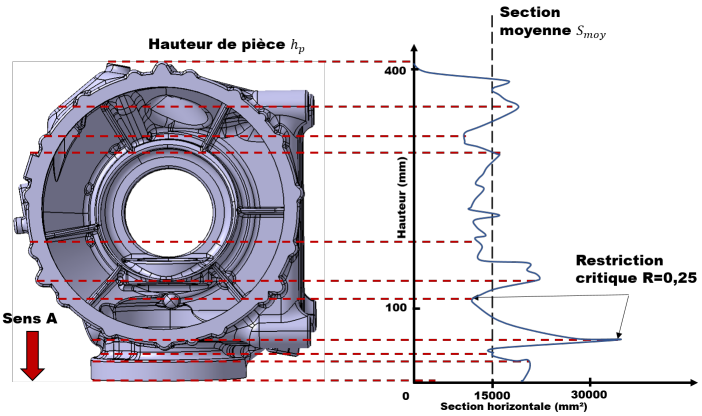
- la solidification est naturellement orientée de haut en bas pour diriger les points chauds vers le tube ;
- la hauteur est minimisée pour diminuer la distance à alimenter ;
- les parties fonctionnelles sont positionnées en haut pour limiter la taille de grain et la rugosité ;
- l'intervalle de rampe de remplissage admissible est suffisant pour limiter à la fois le risque d'inclusions et de malvenue .

Ces différents critères, à pondérer selon la pièce, permettent de définir l'orientation optimale associée à l'intervalle de rampe de pression admissible. La méthode ainsi développée est testée sur une pièce aéronautique en RZ5.

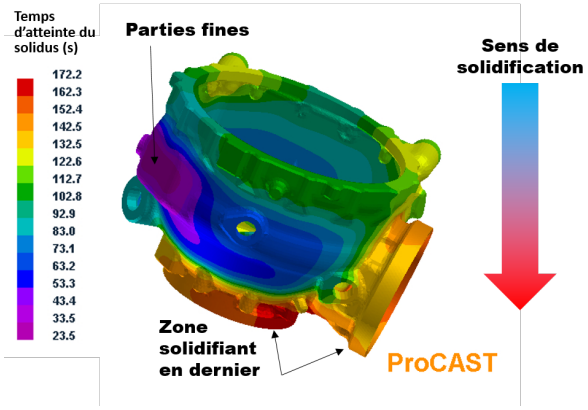
5.6.3 Application à une pièce industrielle

Le pièce industrielle étudiée, présentée sur la figure 5.16a, est un carter de boite de transmission d'hélicoptère. Elle est déjà modifiée pour être adaptée au procédé de fonderie. La température de coulée choisie pour cette pièce est T_c=760°C. Une étude numérique de la solidification a été réalisée en considérant seulement des échanges thermiques et la solidification du RZ5 avec le logiciel Procast. A l'instant initial, le moule est à la température ambiante et l'empreinte est totalement remplie avec du métal à la température de coulée. Le métal refroidit ensuite jusqu'à la solidification complète. Les valeurs du coefficient d'échange thermique et des propriétés physiques sont celles de la base de données du logiciel. La figure 5.16b montre la carte du temps d'atteinte de la température de solidus sur cette pièce. Cette étude thermique permet d'identifier les zones solidifiant en dernier et le sens de solidification naturelle de la pièce. Le module thermique choisi comme critique correspond au module moyen de la pièce soit M=3,5 mm. Le temps critique de tenue du moule t_g n'étant pas connu, le temps critique de remplissage est choisi comme le temps de blocage t_b. Il est calculé avec l'abaque 5.13 pour une température de coulée de 760°C et le module M=3,5 mm : on obtient t_b=10 s. Pour chaque orientation, la hauteur totale h_p, la section moyenne S_{moy} et les changements de section critiques R sont identifiés. La figure 5.16a illustre leur détermination pour l'orientation A. Ces valeurs identifiées permettent le calcul de $\dot{P}_{min}$ et $\dot{P}_{max}$. Ici, la vitesse de Campbell a été utilisée comme critère de rampe maximale.

L'ensemble de ces résultats est ensuite comparé pour les six orientations principales sur la figure 5.17. Pour cette étude, le positionnement des zones fonctionnelles n'a pas été pris en compte. Ce tableau permet ainsi de voir que le cas E est le plus favorable pour une coulée en basse-pression. D'une part, la zone solidifiant en dernier est en bas et la hauteur d'alimentation est la plus petite. D'autre



(a) Vue des géométries de la pièce étudiée



(b) Temps de solidification simulé de la pièce

FIGURE 5.16 – Géométrie de la pièce étudiée dans le sens A et orientation de solidification naturelle calculée par simulation

part, la gamme de rampe limitant les défauts de remplissage est importante.

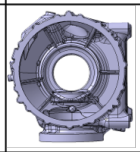
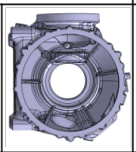
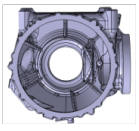
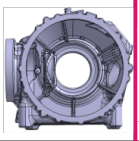
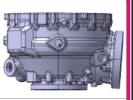
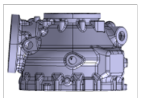
	A	B	C	D	E	F
Hauteur (mm)	**418**		**387**		**266**	
						
Solidification dirigée de au haut en bas	+	-	-	-	+	-
Distance d'alimentation	-	-	0	0	+	+
$\dot{P_{min}}(t_b)$ **(mbar/s)**	7,0	7,0	6,5	6,5	4,7	4,7
$\dot{P_{max}}$ **(mbar/s)**	22	28	5	14	25	13
Zones fonctionnelles en haut	**Non pris en compte**					

FIGURE 5.17 – Tableau comparatif des différentes orientations de coulée possibles

Initialement, la grappe de coulée de cette pièce avait été réalisée avec une méthode d'orientation de type gravité : la solidification se faisait de bas en haut avec une grappe résultante d'environ 30 kg contenant de nombreuses masselottes. L'utilisation de la méthode proposée a permis de changer le sens de solidification. Des refroidisseurs ont été ajoutés dans la partie haute pour favoriser l'orientation de la solidification. La grappe de coulée obtenue de seulement 12 kg montre l'intérêt de ce

développement. Ces résultats doivent cependant être nuancés car la pièce n'a pas été coulée : l'absence de défaut et la validité expérimentale de cette méthode sont donc à confirmer .

5.7 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de définir un intervalle de rampe admissible limitant les défauts de remplissage à partir de l'étude de la coulabilité du RZ5 en basse-pression. Les prédictions numériques de la malvenue étant limitées par le manque de caractérisation des propriétés physiques de l'alliage, un essai de coulabilité instrumenté à l'échelle industrielle a été proposé. Cet essai permet non seulement de caractériser les hauteurs remplies mais aussi les vitesses et les températures de remplissage. Le développement d'un modèle analytique de l'évolution de la température permet l'estimation d'un coefficient d'échange et d'une température de blocage de l'écoulement. Ces mesures ont montré que le blocage du RZ5 en basse-pression apparait pour des fractions solides de l'ordre de 0,1 à 0,3. Les critères analytiques proposés dans ce travail permettent de dresser une cartographie indiquant les valeurs maximales et minimales de rampe de remplissage. En suivant la méthodologie développée, il peut être défini rapidement une orientation privilégiée de la pièce pour la coulée, limitant le masselottage et les défauts de remplissage, avant le lancement de toute expérience à l'échelle industrielle.

Il est important de noter que cet essai à l'échelle industrielle est perturbé par des variabilités de mesure et que le modèle développé se base sur l'hypothèse simple d'un blocage brusque de l'écoulement. Un axe d'amélioration serait la mise en place d'une méthode de mesure de température et de position sans contact avec de faibles temps de réponse : l'utilisation de caméra thermique, de capteurs inductifs ou de télémétrie pourrait être envisagée. Ces mesures permettraient une caractérisation plus fine des champs de température en bout pour obtenir une meilleure définition des phénomènes générant le blocage de l'écoulement. L'amélioration des mesures de vitesse pourrait également permettre le calage d'une viscosité effective à intégrer dans les modèles de simulation.

5.8 Références

[1] A. Viswanath, M. V. Manu, S. Savithri, and U. T. S. Pillai, "Numerical simulation and experimental validation of free surface flows during low pressure casting process," *Journal of Materials Processing Tech.*, vol. 244, pp. 320–330, 2017. 117

[2] M. Di Sabatino, L. Arnberg, and F. Bonollo, "Simulation of Fluidity in Al- Si Alloys," *Metallurgical Science and Technology*, pp. 3–10. 118

[3] J. Campbell, *Castings*. Elsevier Science, 2003. 120, 122, 131

[4] M. Flemings, E. Niiyama, and H. Taylor, "Fluidity of aluminium alloys : An experimental and quantitative evaluation," 1961. 120, 122, 124, 125, 131

[5] J. Zeng, P. Gu, Y. Zou, and Z. Xu, "Simulation of mold filling under counter gravity for A356 alloy and A356/SiCp composite," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 499, pp. 130–133, jan 2009. 120

[6] H.-K. Luk and B. Darvell, "Casting system effectiveness— measurement and theory," *Dental Materials*, vol. 8, no. 2, pp. 89–99, 1992. 121

[7] Magnesium Elektron, "Elektron RZ5 Data Sheet," 2006. 123

[8] M. Qian, L. Zheng, D. Graham, M. Frost, and D. StJohn, "Settling of undissolved zirconium particles in pure magnesium melts," *Journal of Light Metals*, vol. 1, no. 3, pp. 157–165, 2001. 125

[9] F. BAZILE, "Données numériques sur le magnésium et ses alliages," *Techniques de l'ingénieur*, 2001. 125

[10] Y. Motoyama, Y. Inoue, G. Saito, and M. Yoshida, "A verification of the thermal stress analysis, including the furan sand mold, used to predict the thermal stress in castings," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 213, pp. 2270–2277, dec 2013. 125

[11] L. Chen, Y. Wang, L. Peng, P. Fu, and H. Jiang, "Study on the interfacial heat transfer coefficient between AZ91D magnesium alloy and silica sand," *Experimental Thermal and Fluid Science*, vol. 54, pp. 196–203, apr 2014. 125

[12] M. Di Sabatino, "Fluidity of aluminium foundry alloys," no. September, p. 161, 2005. 131

[13] H. E. Friedrich and B. L. Mordike, *Magnesium Technology : Metallurgy, Design Data, Applications*. Springer Berlin Heidelberg, 2006. 131, 134

[14] A. Sanitas, N. Coniglio, M. Bedel, and M. El Mansori, "Investigating surface roughness of ZE41 magnesium alloy cast by low-pressure sand casting process," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2017. 133

Conclusion générale

Conclusions

Les méthodes traditionnelles de coulée du RZ5 par gravité dans des moules en sable à modèles permanents peuvent être améliorés. En effet, grâce à l'impression 3D des moules en sable, les formes en dépouilles et l'étape de fabrication des outillages ne sont plus nécessaires. De plus, l'utilisation du procédé de coulée basse-pression permet la maitrise de la vitesse de montée du métal et limite les défauts de remplissage. L'oxydation forte des alliages de magnésium est également réduite par la présence d'une enceinte close. En outre, l'application d'une surpression peut diminuer le masselottage. Cependant, les règles de préparation de l'alliage de RZ5 en basse-pression et les méthodes de paramétrage de la pression de remplissage n'étaient pas connues.

Dans une premier temps, ce travail s'est donc attaché à établir dans quelle mesure les règles de préparation actuelles de l'alliage de RZ5 étaient adaptées au procédé basse-pression. Cette étude a confirmé l'importance du brassage et a montré que l'intervalle de coulée possible après brassage était plus grand qu'en coulée par gravité. Toutefois, la sédimentation de la majeure partie du zirconium présent dans les lingots d'addition crée une zone riche en zirconium au fond du creuset, mélangée à des oxydes et des crasses. L'équipement basse-pression utilisé prélève du métal dans cette zone lors du remplissage, puis cette zone est brassée avec le reste du bain lors du vidage. Il a donc été proposé des améliorations pour optimiser la zone de prélèvement en basse-pression.

Le deuxième axe étudié est la caractérisation des phénomènes de remplissage en basse-pression. La cause du phénomène d'oscillation du métal perturbant la maitrise de la vitesse de remplissage a été identifiée : ces oscillations proviennent principalement des effets dynamiques du métal dans le tube lors de la présence d'un changement de section dans le moule. Il est donc essentiel de simuler au minimum le métal dans le moule et le métal dans le tube pour être représentatif des phénomènes d'écoulement en basse-pression. Les résultats de ce travail incitent à limiter les changements de section horizontale des pièces pour limiter la perturbation de l'écoulement. Une rampe de pression maximale limitant les défauts d'inclusions d'oxydes est définie à partir des critères développés.

Le dernier thème abordé dans cette étude est la caractérisation de la coulabilité du RZ5 en basse-pression. La simulation numérique de la malvenue du RZ5 en basse-pression manque aujourd'hui de prédictibilité. L'étude expérimentale instrumentée à l'échelle industrielle a montré que le remplissage se fait globalement à vitesse constante avec un blocage brutal. Néanmoins, la précision des mesures limite la compréhension plus fine des phénomènes générant le blocage. Un temps critique de remplissage limitant les défauts de malvenue peut tout de même être défini. Ce temps critique de remplissage et le critère de rampe de remplissage maximale permettent à présent la définition d'une cartographie limitant les défauts de remplissage. Grâce à la méthode proposée, le choix d'un sens de coulée de la pièce optimisant à la fois l'action de la surpression et la limitation des défauts de remplissage peut être défini. Cette méthode testée sur une pièce industrielle doit permettre de diminuer significativement la masse de la grappe de coulée.

Perspectives

L'application au procédé basse-pression des recettes métiers issues de la coulée en gravité n'est pas optimale. En effet, la présence de la zone riche en zirconium, en crasses et en oxydes au fond du creuset entraine des pertes importantes de matière. Des recherches dédiées à l'amélioration de la recette pourraient permettre de diminuer la hauteur de cette zone, augmenter l'homogénéité du bain et l'intervalle de temps de coulée. Ces études pourraient notamment porter sur l'amélioration de la distribution en taille des particules de Zr dans les lingots d'addition. La validation expérimentale pourrait être menée à partir de la méthode de carottage développée.

Les caractérisations expérimentales ont été focalisées dans ce travail sur les défauts de remplissage, premiers à apparaitre au cours de la coulée. Le développement d'une méthodologie expérimentale similaire pourrait être appliquée à d'autres types de défauts. Par exemple, le lien entre surpression de maintien et génération de retassures n'a pas été étudié. De plus, les effets de l'apport de métal chaud sur les défauts comme la ségrégation ou la diminution des caractéristiques mécaniques finales de la pièce ne sont pas connus. Ces recherches permettraient la définition de règles détaillées d'orientation de la solidification en basse-pression, la limitation du masselotage des pièces, et donc la diminution des pertes de matière .

Le manque actuel de prédictibilité des simulations numériques observé en basse-pression est un problème majeur : des itérations à l'échelle industrielle sont nécessaires pour obtenir des pièces sans défaut. L'amélioration des modèles de simulation est donc un axe d'étude important. Elles pourraient tout d'abord être concentrées sur la bonne prédiction des écoulements, notamment au niveau de la surface libre, associés à la modélisation des inclusions d'oxydes, leur localisation et leur impact sur les propriétés mécaniques en basse-pression. Une fois les écoulements et les inclusions d'oxydes correctement prédits, le couplage avec la solidification pourrait être étudié au travers du phénomène de malvenue. Les modèles actuellement disponibles de fraction solide de blocage et de viscosité effective pourraient être comparés aux essais expérimentaux de coulabilité pour être calés. La prédictibilité accrue des défauts de remplissage permettrait de s'assurer de ne pas biaiser la prédiction de défauts ultérieurs comme les retassures ou les fissures.

Annexe A

Compléments

A.1 Temps après brassage testés et longueurs des carottes obtenues

Carrote	Temps après brassage (min)	Longeur (mm)
A	Avant brassage	240
B	10	235
C	17	235
D	22	264
E	30	180
F	40	280
G	50	226
H	80	240

TABLEAU A.1 – Temps après brassage testés et longueurs des carottes obtenues

A.2 Tailles de grains mesurées en fonction de la profondeur et du temps au bord des carottes

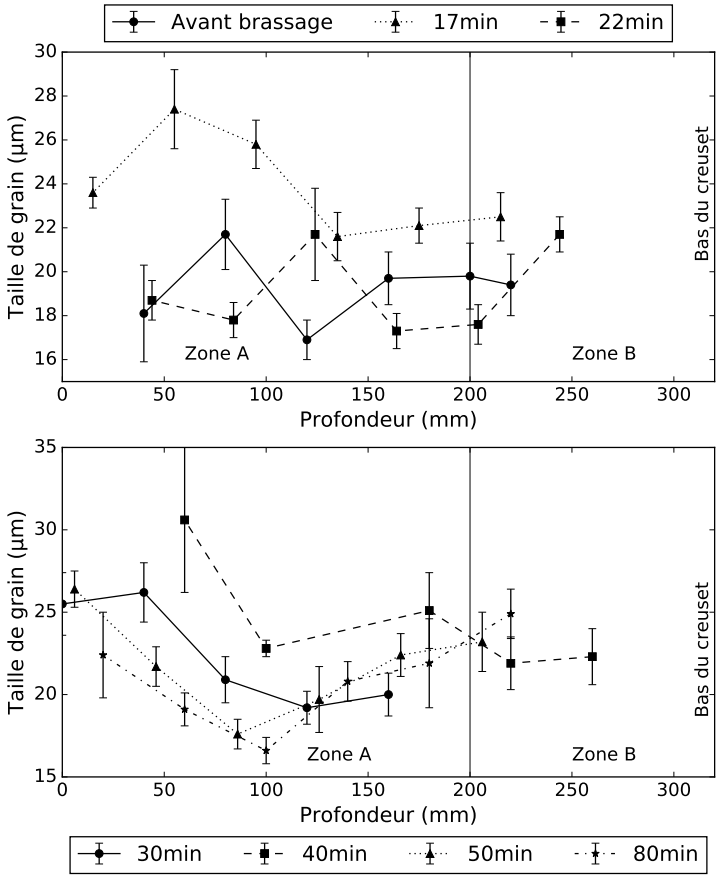


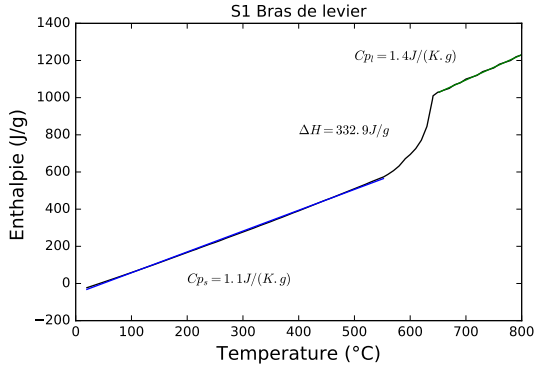
FIGURE A.1 – Taille de grain moyenne mesurée sur une zone de 1,5 mm^2 au bord des carottes

A.3 Échantillons de référence choisis pour la simulation Thermocalc

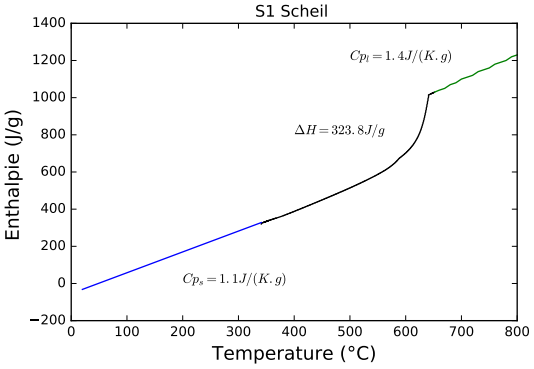
		Zn	Zr	Ce	La	Nd
S1	Moyenne %m.	3.36	0.51	0.64	0.21	0.23
S2	Moyenne %m.	3.50	0.76	0.69	0.22	0.24
	Ecart mesuré %m.	0.13	0.25	0.05	0.02	0.01
	Ratio Ecart mesuré/moyenne	4%	40%	8%	8%	5%

TABLEAU A.2 – Compositions des échantillons S1 et S2

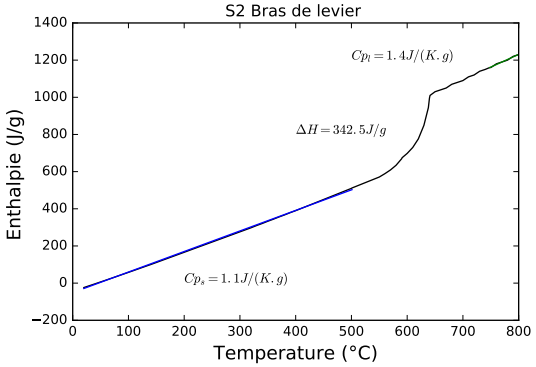
A.4 Courbes d'enthalpie simulée avec Thermocalc



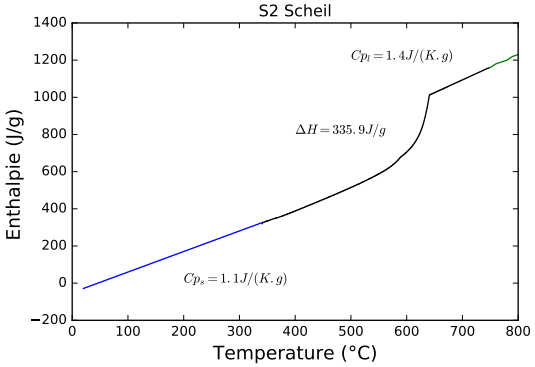
(a) Enthalpie simulée avec le modèle de bras de levier pour S1



(b) Enthalpie simulée avec le modèle de Scheil pour S1



(c) Enthalpie simulée avec le modèle de bras de levier pour S2



(d) Enthalpie simulée avec le modèle de Scheil pour S2

FIGURE A.2 – Courbes d'enthalpies fonction de la température simulées sur les échantillons S1 et S2 pour les modèles de bras de levier et de Scheil

A.5 Méthode d'extraction de la hauteur de métal simulée

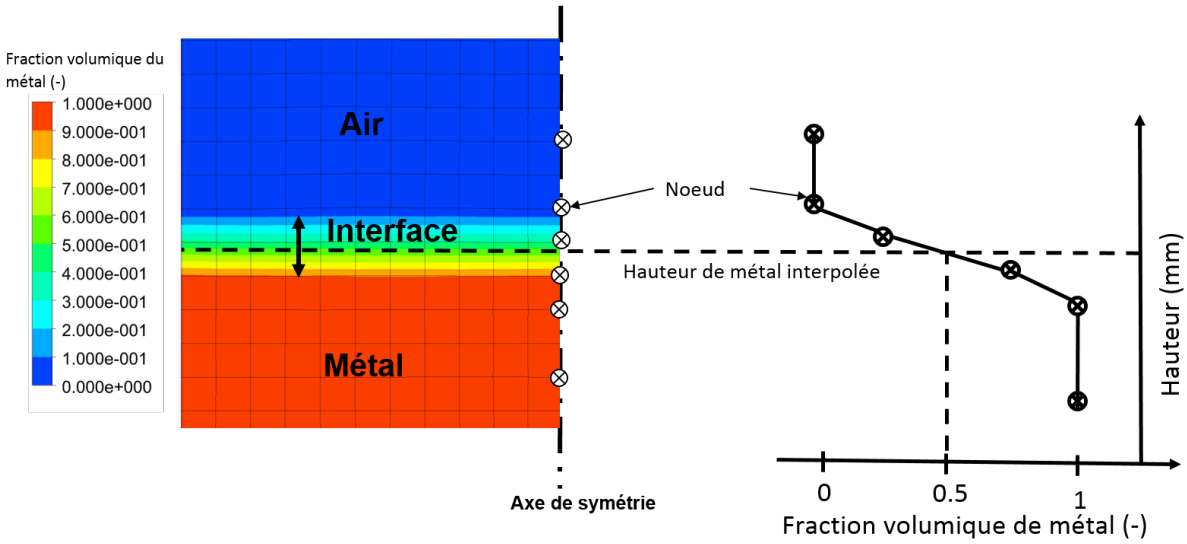


FIGURE A.3 – Schéma d'illustration de la méthode d'extraction de la hauteur simulée du niveau de métal

A.6 Inclusions d'air observées par simulation

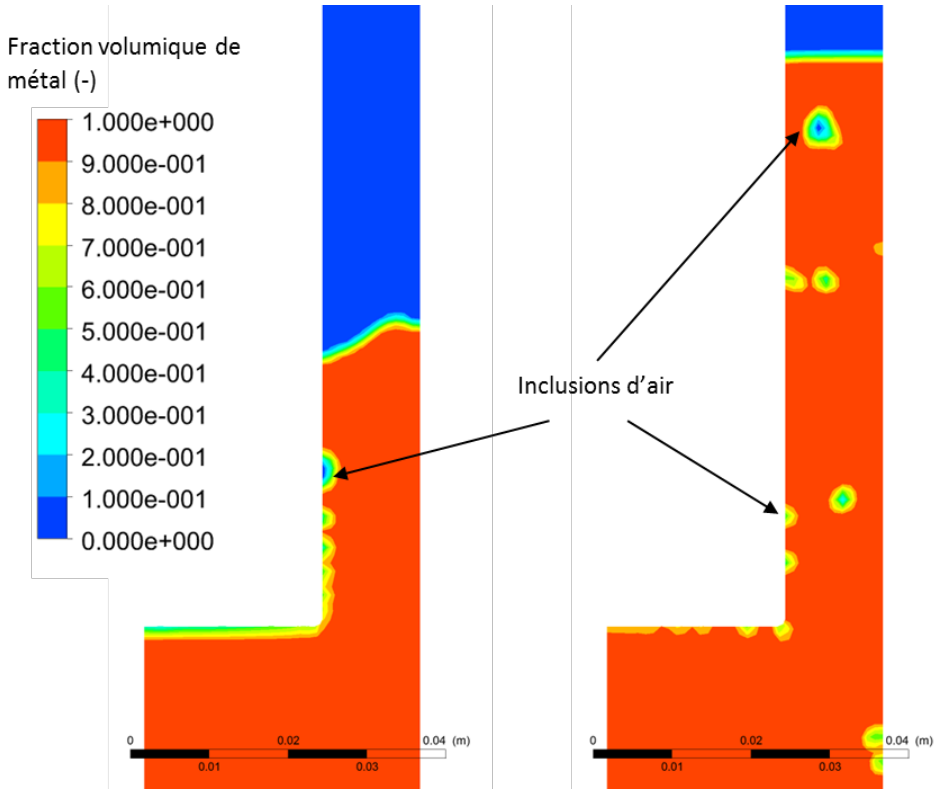


FIGURE A.4 – Observation d'inclusions de gaz dans l'aluminium après un changement de section R=0,125 et une rampe $\dot{P}_f$ de 15 mbar/s

A.7 Programme de résolution Mathématica

```
tf = 10;
h0 = 0;
R = 0.125;
Pp = 1500;
rho = 2495;
S = 0.225;
b = 0.017;
hf = 0;
ht = 1.053;
g = 9.81;
v0 = Pp / (rho * g * (1 + R * b))
```

Paramètres et conditions initiales

```
Ec1 = 0.5 * rho * S * R * b * h[t] * h'[t]^2;
Ec2 = 0.5 * rho * S * b * ht * R^2 * h'[t]^2;
Ec3 = 0.5 * rho * S * R^2 * b^2 * (hf - h[t] * R * b) * h'[t]^2;
Ep1 = 0.5 * rho * g * S * R * b * h[t]^2;
Ep2 = 0.5 * rho * g * S * ((hf - h[t] * R * b - ht)^2 - ht^2);
```

Définition des énergies

```
PHI = rho * S * R * b * (h''[t] * h[t] + 0.5 * h'[t]^2) + rho * S * b * ht * R^2 * h''[t] + rho * S * R^2 * b^2 * ((hf - h[t] * R * b) * h''[t] - 0.5 * R * b * h'[t]^2) +
   rho * g * S * R * b * h[t] - rho * g * S * R * b * (hf - h[t] * R * b - ht);

ssd = NDSolve[{PHI == (Pp * t + rho * g * (ht - hf + h0)) * S * R * b, h[0] == h0, R * h'[0] == v0}, h, {t, 0, tf}];
```

→ **Équation sans dissipation**

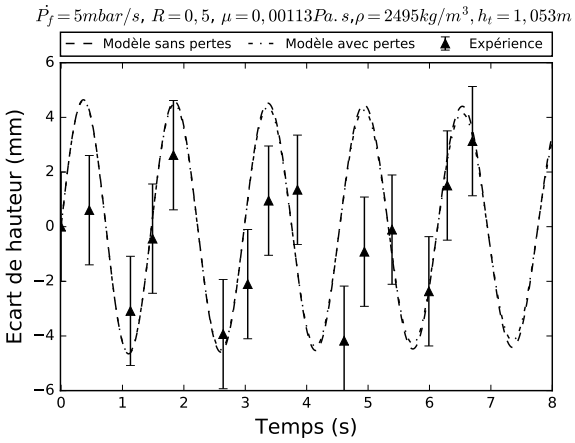
```
FD = -(1 - R)^2 * R * b * S * rho * h'[t]^2
s = NDSolve[{PHI == (Pp * t + rho * g * (ht - hf + h0)) * S * R * b + FD, h[0] == h0, R * h'[0] == v0}, h, {t, 0, tf}];
```

→ **Équation avec dissipation**

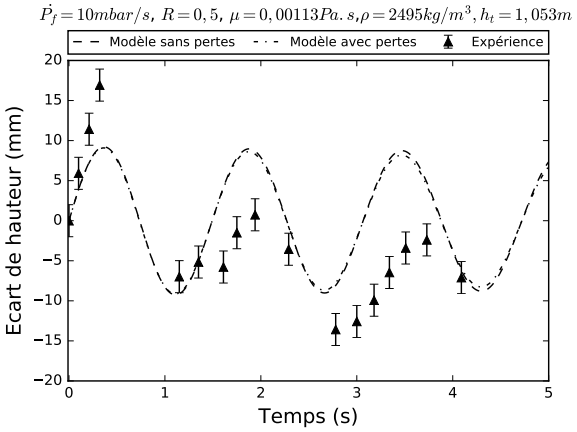
→ **Résolution du système puis export des courbes**

FIGURE A.5 – Programme Mathematica de résolution de l'équation des oscillations du modèle Lagrangien

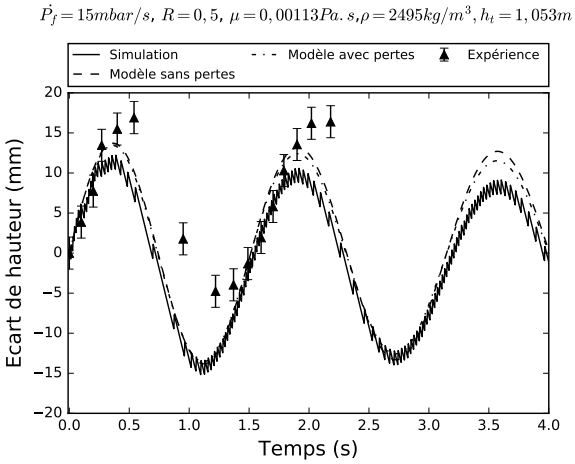
A.8 Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux simulations et aux expériences



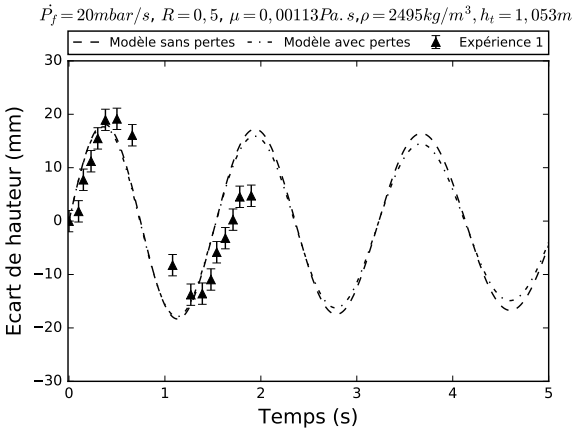
(a) $\dot{P_f}$ = 5 mbar/s



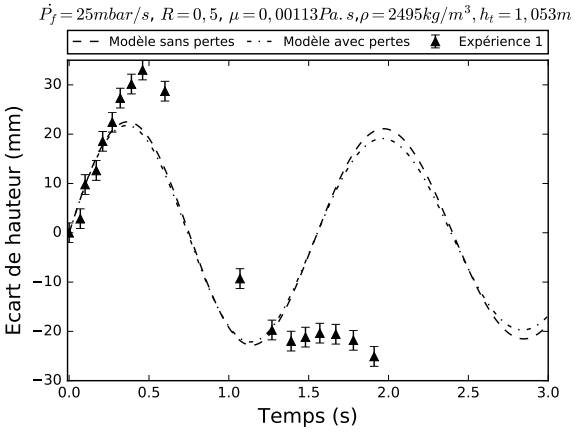
(b) $\dot{P_f}$ = 10 mbar/s



(c) $\dot{P_f}$ = 15 mbar/s

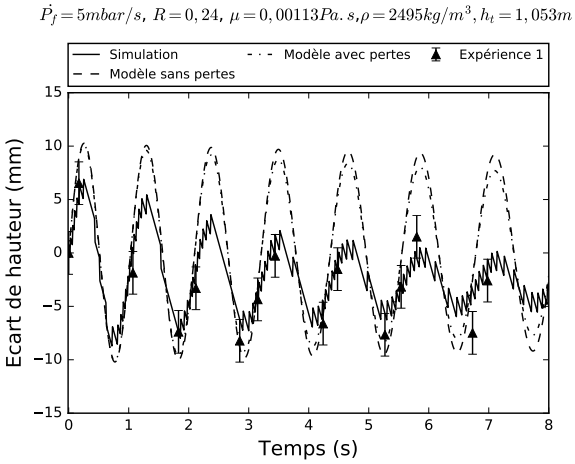


(d) $\dot{P_f}$ = 20 mbar/s

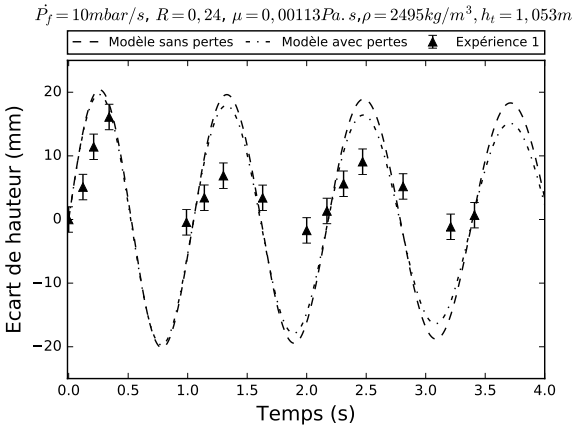


(e) $\dot{P_f}$ = 25 mbar/s

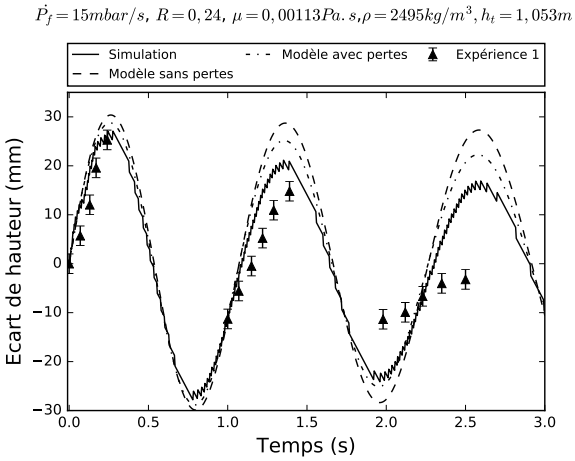
FIGURE A.6 – Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux (▲) et numériques (−) de l'écart de hauteur δh pour R=0,5



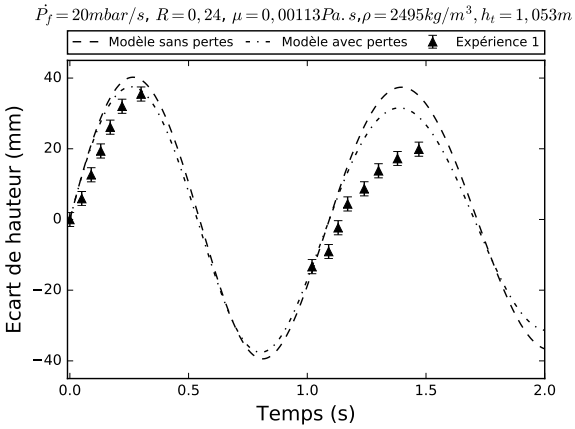
(a) $\dot{P_f}$ = 5 mbar/s



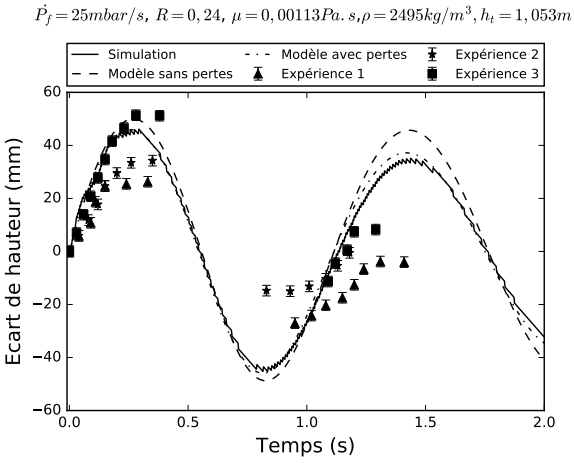
(b) $\dot{P_f}$ = 10 mbar/s



(c) $\dot{P_f}$ = 15 mbar/s

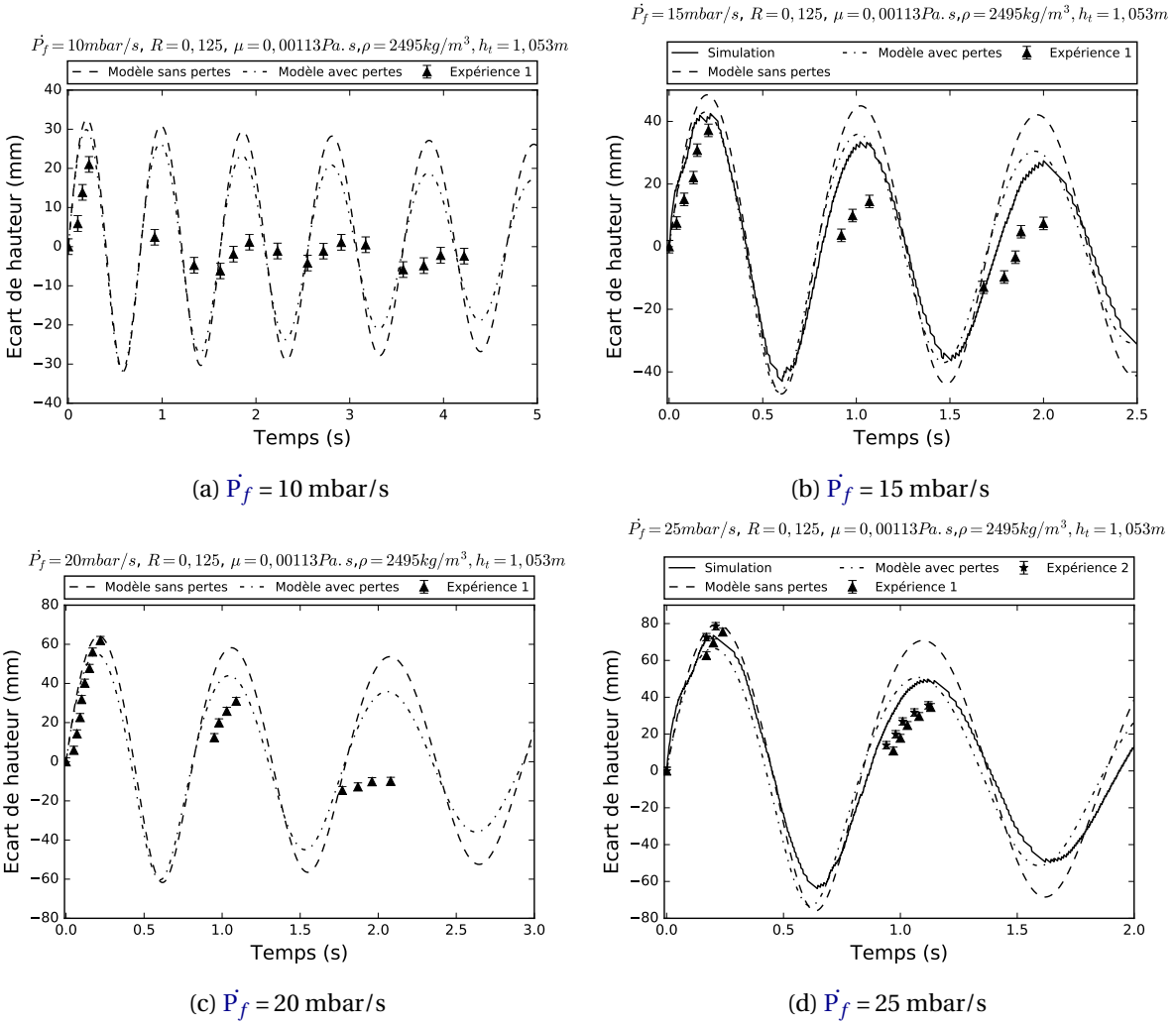


(d) $\dot{P_f}$ = 20 mbar/s



(e) $\dot{P_f}$ = 25 mbar/s

FIGURE A.7 – Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux (▲) et numériques (−) de l'écart de hauteur δh pour R=0,24



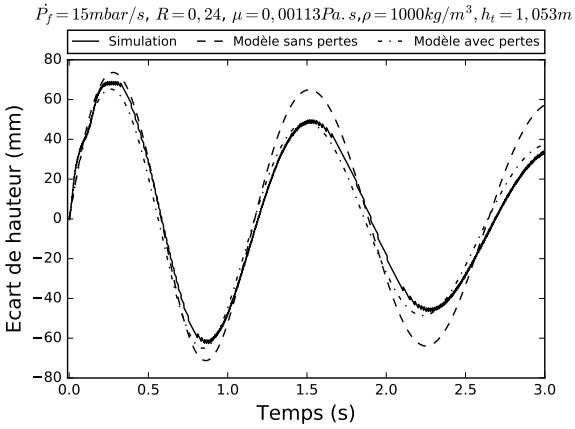
(a) $\dot{P_f}$ = 10 mbar/s

(b) $\dot{P_f}$ = 15 mbar/s

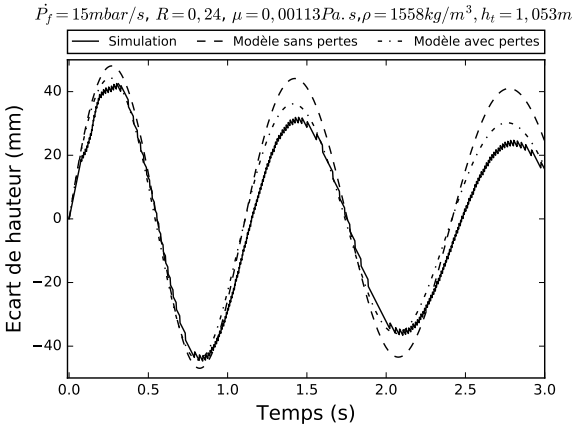
(c) $\dot{P_f}$ = 20 mbar/s

(d) $\dot{P_f}$ = 25 mbar/s

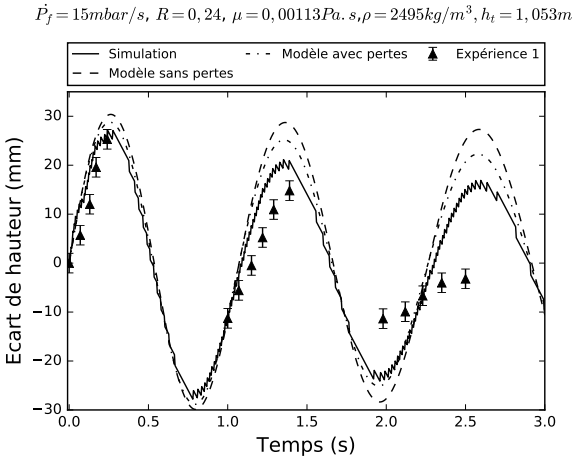
FIGURE A.8 – Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux (▲) et numériques (–) de l'écart de hauteur δh pour R=0,125



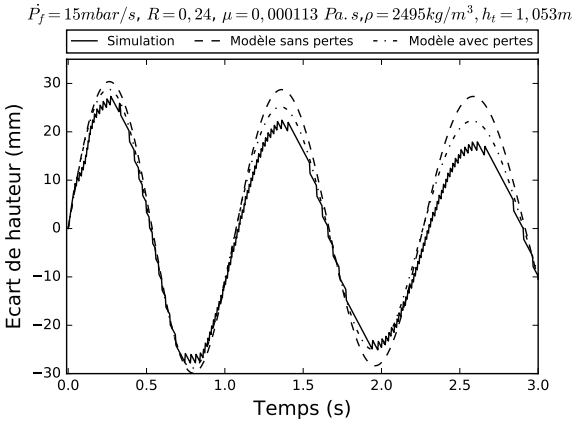
(a) ρ = 1000 kg/m^3



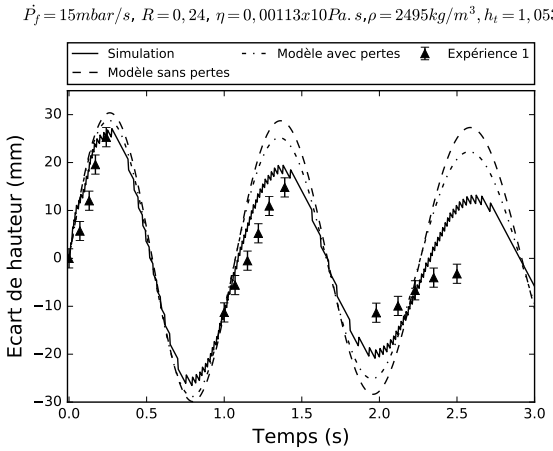
(b) ρ = 1558 kg/m^3



(c) ρ = 2495 kg/m^3 et μ = 0.00113 Pa.s

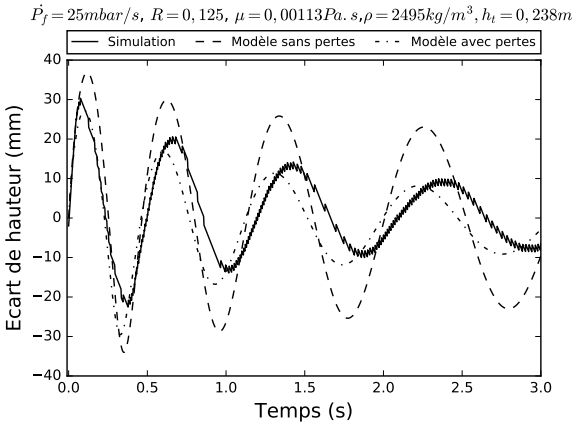


(d) μ = 0.000113 Pa.s

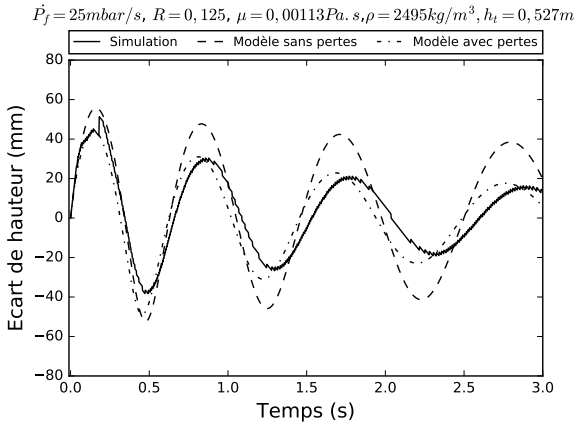


(e) μ = 0.0113 Pa.s

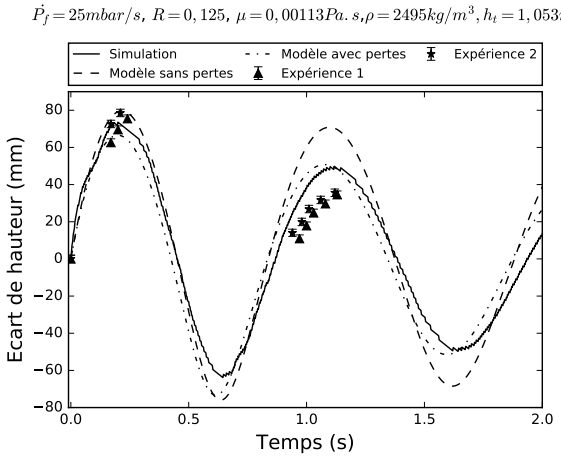
FIGURE A.9 – Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux (▲) et numériques (−) de l'écart de hauteur δh pour R=0,24 et $\dot{P}_f$ = 15 mbar/s en fonction des propriétés matériaux



(a) $h_t = 0,238$ m

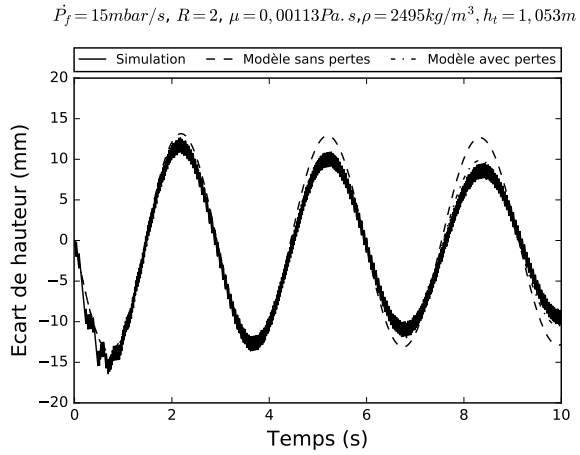


(b) $h_t = 0,527$ m

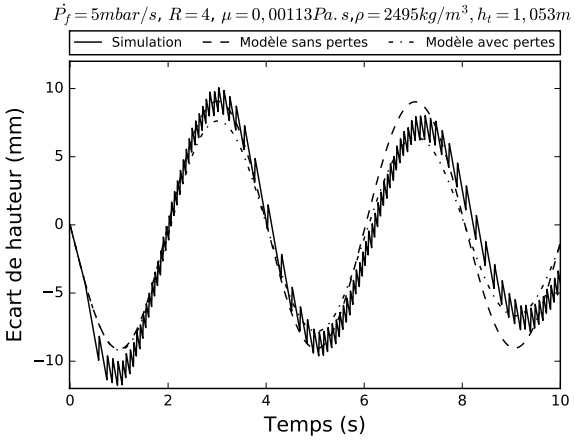


(c) $h_t = 1.053$ m

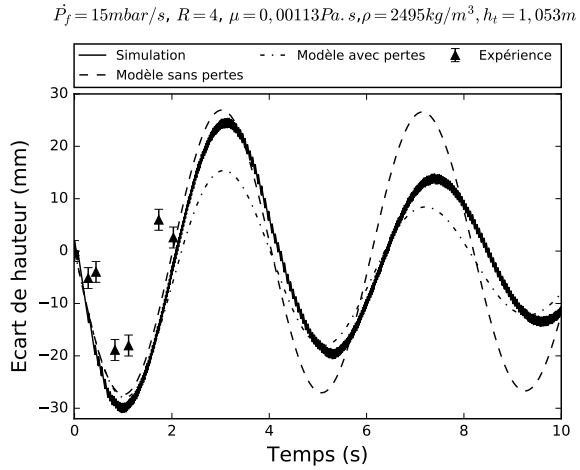
FIGURE A.10 – Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux (▲) et numériques (−) de l'écart de hauteur δh pour R=0,125 et $\dot{P}_f = 25$ mbar/s



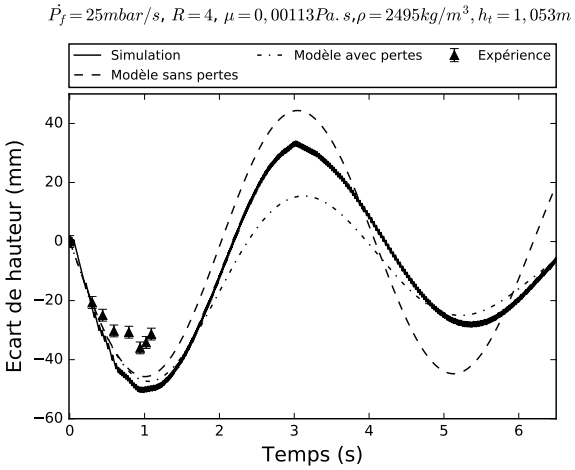
(a) R = 2 et $\dot{P}_f$ = 15 mbar/s



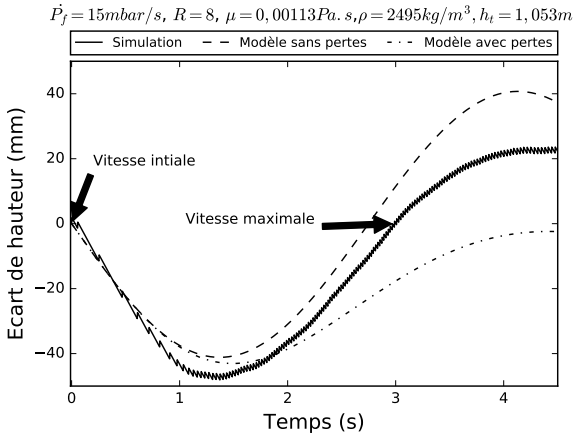
(b) R = 4 et $\dot{P}_f$ = 5 mbar/s



(c) R = 4 et$\dot{P}_f$ = 15 mbar/s



(d) R = 4 et $\dot{P}_f$ = 25 mbar/s



(e) R = 8 et $\dot{P}_f$ = 15 mbar/s

FIGURE A.11 – Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux (▲) et numériques (–) de l'écart de hauteur δh pour R>1

A.9 Maillages testés dans la simulation numérique de la malvenue

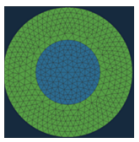
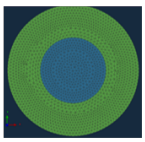
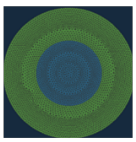
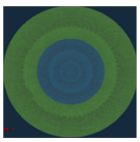
Nombre moyen d'éléments dans le diamètre	10	20	30	40
Aperçu				
Nombre d'éléments 2D	97 816	382 924	857 088	1 810 938
Nombre d'éléments 3D	588 984	4 155 079	13840818	48 436 616

TABLEAU A.3 – Résumé des maillages testés pour la simulation de la malvenue

A.10 Composition moyenne mesurée sur les essais de coulabilité

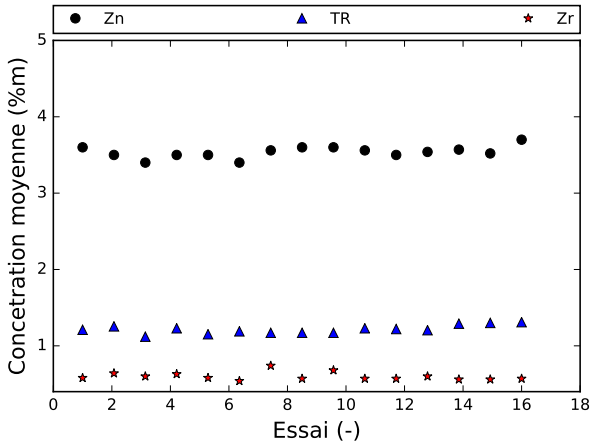
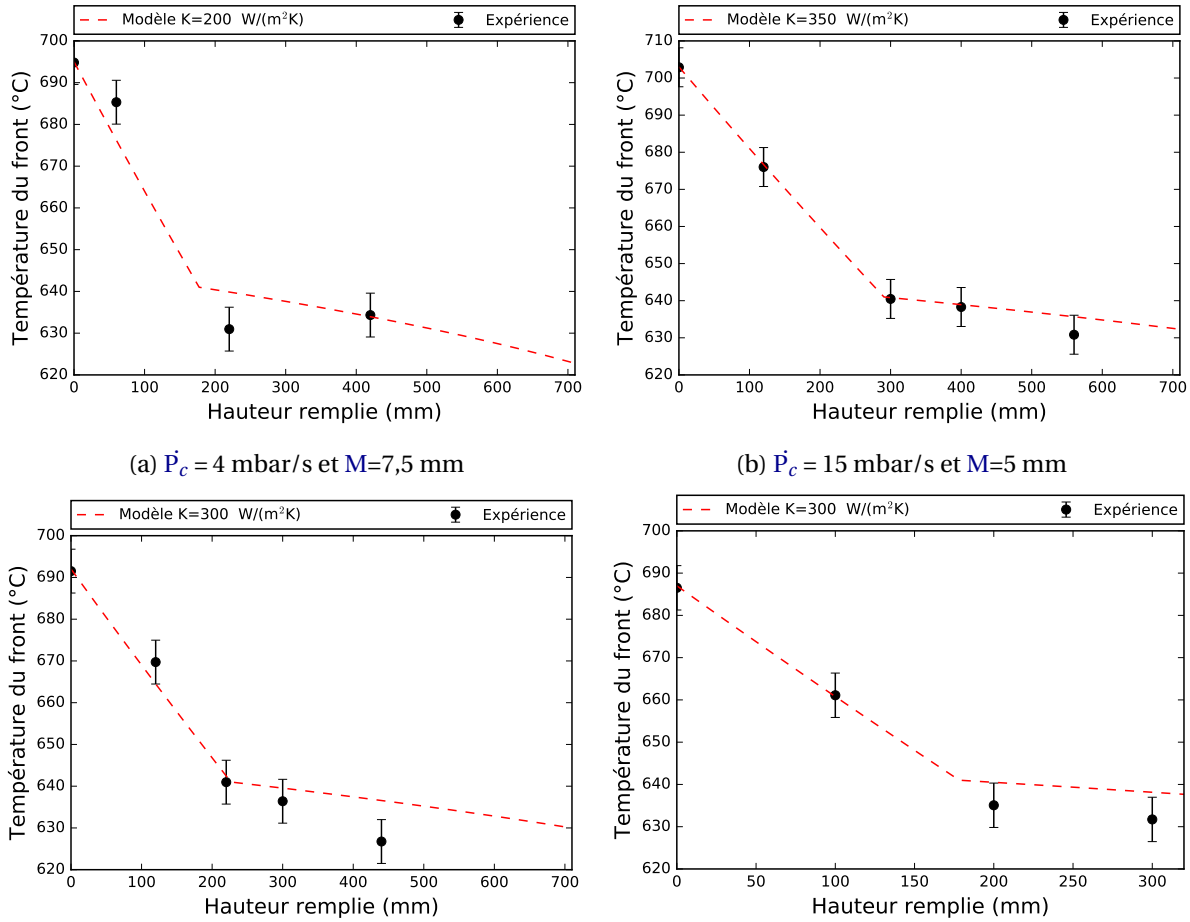


FIGURE A.12 – Composition moyenne mesurée sur les essais de coulabilité

A.11 Calage du coefficient d'échange du modèle analytique de la malvenue avec les résultats expérimentaux



(a) $\dot{P_c}$ = 4 mbar/s et M=7,5 mm

(b) $\dot{P_c}$ = 15 mbar/s et M=5 mm

(c) $\dot{P_c}$ = 12 mbar/s et M=5 mm

(d) $\dot{P_c}$ = 15 mbar/s et M=3,5 mm

FIGURE A.13 – Courbes de température du front en fonction de sa hauteur calculées avec les équations 5.8 et 5.15 ; la valeur du coefficient d'échange K du modèle analytique de prédiction de la malvenue est calé sur les températures maximales mesurées du front

Annexe B

Liste des acronymes

CAO conception assistée par ordinateur. 36, 37, 74

DSC calorimétrie différentielle à balayage – ou *Differential Scanning Calorimetry*–. 47, 48, 65, 67, 69

EDS analyse dispersive en énergie – ou *Energy Dispersive X-ray Spectrometry*–. 47, 63–66

ICP-OES spectrométrie d'émission optique à source étincelle – ou *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy* –. 44, 60

LPC coulée basse-pression –ou *Low-Pressure Casting*–. 12–15, 17, 18, 20, 22, 49, 50, 52, 68, 99, 102, 133

MEB microscope électronique à balayage. 47, 63

TR terres rares. 23–25, 40, 41, 73

VOF Volume Of Fluid. 50, 52, 76, 93

Annexe C

Glossaire

crasse Corps polluant présent dans le métal issue de contaminations du bain, de réactions chimiques de l'alliage avec le creuset ou des résidus de flux. 13, 27, 64, 75, 123

dépouille Pente donnée à des parois pour permettre le démoulage du modèle après mise en forme du sable. 10, 11

grappe Ensemble de la pièce coulée, du système de remplissage et des masselottes. 8–11, 13, 28, 36, 133, 135

inclusion Élément présent dans la pièce coulée nuisible à la qualité de l'alliage comme un oxyde, une crasse, du flux ou du sable. 10, 11, 13, 15–18, 62, 77, 84, 88–90, 95, 107, 112, 132, 134

jobbox Zone d'impression de l'imprimante 3D contenant l'ensemble des éléments devant être imprimés. 36, 37

lingotage Opération de vidage du métal restant dans le creuset. Ce métal est solidifié en le remplissant dans des lingotières pour former les lingots. 40, 43, 64

liquidus Le liquidus d'un diagramme de phases sépare le domaine où le matériau est totalement fondu du domaine où coexistent un liquide et du solide. 9, 10, 20, 26, 49, 60, 66, 68, 69, 86, 127–132

malvenue Défaut de fonderie entrainant un remplissage incomplet de l'empreinte, aussi appelé manque. 10, 11, 13, 15, 18–21, 25, 51, 93, 102, 116, 118, 119, 131, 132, 134

masselotte Élément ajouté lors de la conception de la grappe de fonderie refroidissant après la pièce permettant de déplacer les défauts de retassure. 9, 10, 13, 135

points chauds Zones encore liquides en fin de solidification et isolées de tout apport extérieur de métal, entrainant un risque de retassure. 9, 10, 134

porosités gazeuses Pore présent dans la pièce due à la germination et à la croissance de poches de gaz. 16, 23, 26, 51, 95

poteyage Couche liquide appliquée sur la surface du moule en contact avec le métal par trempage, au pinceau ou au pistolet permettant la protection du moule et modifiant les échanges thermiques. 11, 26, 38

refroidisseur Élément en métal ajouté lors de la conception de la grappe de fonderie aidant à refroidir plus rapidement une partie de la pièce pour garantir la solidification orientée vers les masselottes. 10, 36, 135

retassure Défaut de fonderie dû à un retrait de métal non compensé par un apport extérieur et générant des manques de matière. 9, 13, 16, 51, 65

solidus Le solidus d'un diagramme de phases sépare le domaine où n'existe que du solide de celui où coexistent solide et liquide. 9, 26, 43, 66, 68, 69, 80, 134

thermocouple Capteur de température composé de deux matériaux (chromel et alumel pour le type K) réagissant différemment à la température et générant une différence de potentiel électrique. 13, 41, 42, 48, 60, 85, 116, 121, 123–125, 129, 130

Annexe D

Liste des symboles

α_m Diffusivité thermique du moule ($m^2.s^{-1}$). 20, 125

C_0 Concentration massique initiale en soluté ($\%m$). 24

$C_\zeta(d)$ Concentration massique représentée par les particules de diamètre moyen d dans le Zirmax ($\%m$). 72, 73

C_p Capacité thermique ($J.K^{-1}.kg^{-1}$). 20, 50, 67, 125–127

C_{zrA} Concentration massique moyenne de zirconium dans la zone A ($\%m$). 73, 74

C_{zrB} Concentration massique moyenne de zirconium dans la zone B ($\%m$). 73

C_{zrT} Concentration massique moyenne totale de zirconium dans le bain ($\%m$). 61, 73, 74

d Diamètre d'une particule sphérique (m). 70–72, 74

d_c Dimension caractéristique (m). 17, 49, 86, 89, 92, 93, 95–97, 99, 102, 108, 110, 112, 117, 132, 133

ΔH Chaleur latente de fusion de l'alliage ($J.kg^{-1}$). 20, 67, 125–128

ΔL Longueur de métal responsable du blocage dans le modèle de Flemings (m). 20, 125, 126, 131

δh Dépassement de hauteur (m). 89–91, 95, 98–103, 108, VI–XI

$d_{max}(t)$ Diamètre maximal de particule n'ayant pas encore sédimenté (m). 73

E_c Énergie cinétique (J). 101, 104, 105

E_p Énergie potentielle (J). 101, 104, 105

F_d Force de dissipation généralisée (N). 104–106

F_e Force extérieure (N). 49

F_p Force de pression généralisée (N). 104, 105

fs Fraction solide (−). 52, 66, 126, 127

fs_b Fraction solide de blocage (−). 20, 52, 118, 122, 125, 126, 131

g Accélération de la pesanteur ($m.s^{-2}$). 14, 17, 49, 70, 73, 87, 89, 101, 104–106, 108, 110, 120, 132, 133

Γ Effet du changement de section sur le dépassement ($s.m^3.N^{-1}$). 90, 100–102

γ Tension de surface ($N.m^{-1}$). 17, 20, 49, 84, 89, 95, 96, 99, 108, 110, 133

H Enthalpie ($J.kg^{-1}$). 49, 52, 53, 126

h Hauteur (m). 14, 20, 87, 88, 104, 106, 127–129

h_f Hauteur du métal dans le four (m). 104

h_{f0} Hauteur initiale du métal dans le four (m). 104–107

h_m Hauteur du moule sans changement de section (m). 84, 89, 93, 95, 101

h_p Hauteur du moule à remplir (m). 11, 116, 117, 132, 134

h_r Hauteur totale remplie dans l'empreinte (m). 116, 117, 125, 128

h_s Hauteur de sédimentation dans le creuset (m). 70, 73, 74

h_t Hauteur du diamètre du tube sous le changement de section (m). 93, 95, 96, 98–102, 104–106, 110, 112, X

h_{tube} Hauteur du tube (m). 39, 84, 93, 95, 101, 102

K Coefficient d'échange entre l'alliage et le moule (W.K^{-1}.m^{-2}). 20, 52, 125–129, 131, 132, XIV

k_0 Coefficient de partage (−). 24

k_{CH} Constante de solidification de Chvorinov ($s.m^{-2}$). 9, 10

$\mathscr{L}$ Lagrangien d'un système dynamique (J). 104, 105

λ Conductivité thermique (W.m^{-1}.K^{-1}). 49, 50, 52

L_r Longueur totale remplie dans l'empreinte (m). 19, 20

m_l Pente au liquidus (°C/%m). 24

M Module thermique (m). 10, 20, 21, 117, 119–130, 134, XIV

μ Viscosité dynamique ($kg.m^{-1}.s^{-1}$). 17, 20, 49, 50, 70, 71, 73, 84, 93, 95, 96, 98, 99, IX

m_ζ Masse de Zirmax introduite (kg). 71–74

$m_{zr\mathrm{A}}$ Masse de zirconium dans la zone A (kg). 73

m_i Masse de zirconium insoluble (kg). 73, 74

$m_{s\mathrm{A}}$ Masse de zirconium soluble dans la zone A (kg). 73, 74

$m_{zr\mathrm{T}}$ Masse de zirconium totale du bain (kg). 73, 74

N_d Nombre densité de particules de diamètre d de Zr dans par unité de volume de Zirmax (m^{-3}). 71

Ω Pseudo-période des oscillations (s). 106

ω Pseudo-pulsation des oscillations (rad.s^{-1}). 106

P Pression (Pa). 49

P_c Pression de consigne (Pa). 12, 43, 84, 86

P_f Pression du gaz dans le four (Pa). 12, 14, 84, 86–88, 104–106

$\dot{\mathrm{P}}_f$ Rampe de pression mesurée (Pa.s^{-1}). 14, 15, 49, 85–102, 106–108, 110, 112, 116, 119–126, 129, 130, V–XI, XIV

ϕ_c Diamètre de la cavité remplie (m). 86, 116, 117

ϕe_{tube} Diamètre extérieur du tube (m). 39, 84, 86

ϕ_f Diamètre moyen du creuset (m). 39, 84, 86

ϕi_{tube} Diamètre intérieur du tube (m). 39, 84, 86

$\dot{\mathrm{P}}_{max}$ Rampe de pression maximale limitant les inclusions d'oxydes (Pa.s^{-1}). 132–134

$\dot{\mathrm{P}}_{min}$ Rampe de pression minimale limitant la malvenue (Pa.s^{-1}). 131, 132, 134

P_r Périmètre de la cavité remplie (m). 126, 127

Φ Flux thermique(W.m^{-2}). 126, 127

R Rapport de changement de section entre le moule et le tube(−). 86–102, 104–108, 110–112, 120, 132–134, V–XI

R_e Nombre de Reynolds (−). 17, 49

ρ Masse volumique ($kg.m^{-3}$). 14, 17, 20, 49, 50, 52, 70, 73, 74, 84, 87, 89, 93, 95, 96, 98–102, 104–106, 108, 110, 112, 120, 125–128, 132, 133, IX

ρ_{mg} Masse volumique du magnésium ($kg.m^{-3}$). 70–73

ρ_{zr} Masse volumique du zirconium ($kg.m^{-3}$). 70–73

σ Nombre de Prandtl (−). 50

S_c Section de la cavité remplie (m^2). 14, 84, 86–89, 101, 102, 104–106, 108, 110, 112, 126, 127, 132

S_{cr} Section du creuset (m^2). 74

S_e Surface d'échange thermique (m^2). 9, 10, 117

S_{moy} Section horizontale moyenne de la pièce remplie (m^2). 132, 134

S_φ Terme source. 49

T Température (°C). 42, 49, 52, 126–128, XXI

t Temps (s). 49, 127

τ Tenseur des contraintes visqueuses ($N.m^{-1}$). 49, 50

T_b Température de blocage de l'écoulement (°C). 126, 128, 130–132

t_b Temps pour atteindre le blocage de l'écoulement (s). 120, 122, 124, 126, 128, 131, 132, 134

T_c Température de coulée (°C). 10, 20, 116, 119, 125–129, 134

t_c Temps critique de remplissage (s). 131, 132, 134

t_d Temps de sédimentation d'une particule sphérique de diamètre d (s). 70, 73, 74

t_g Temps critique de tenue du moule (s). 10, 131, 134

Θ Fonction de la température du modèle analytique de la malvenue donnant le temps que met le front à passer du liquidus à la température T (s). 127, 128

T_l Température de liquidus (°C). 10, 20, 68, 125, 127–129

t_l Temps d'atteinte du liquidus (s). 10, 127, 128, 131, 132

T_m Température du moule (°C). 20, 52, 125–129, 131

T_s Température de solidus (°C). 68

t_s Temps d'atteinte du solidus (s). 9, 19, 20

β Rapport de changement de section entre four et tube (−). 101, 104–106, 120, 132, 133

v Vitesse du fluide ($m.s^{-1}$). 17, 19, 20, 49, 50, 87, 133

V_a Volume de la zone A (m^3). 73, 74

V_b Volume de la zone B (m^3). 73, 74

v_c Vitesse de montée du fluide dans la cavité ($m.s^{-1}$). 13–15, 87–89, 101, 104, 110, 120, 125–128

v_{crit} Vitesse critique de Campbell ($m.s^{-1}$). 17, 88, 90, 108, 110

v_d Vitesse théorique initiale après le changement de section utilisant la loi de conservation du débit ($m.s^{-1}$). 106, 108, 110

v_{max} Vitesse maximale de montée de la surface du métal ($m.s^{-1}$). 89, 90, 108–111

V_p Volume de la pièce (m^3). 9, 10, 117

$V_p(d)$ Volume des particules de Zirconium de diamètre moyen d (m^3). 71–73

V_{pT} Volume total des particules de Zirconium (m^3). 71, 72

V_T Volume total de métal le bain (m^3). 74

v_t Vitesse du fluide dans le tube ($m.s^{-1}$). 101, 104, 106

V_ζ Volume de Zirmax (m^3). 71, 72

W_e Nombre de Weber (−). 17, 88, 89, 92, 93, 108, 110, 133

Annexe E

Liste des figures

1 Carter de boite de transmission d'hélicoptère en alliage de magnésium RZ5 coulé par basse-pression . . . 3
2 Coulée d'un alliage de magnésium par gravité montrant la forte oxydation du métal . . 4
3 Illustration des étapes de fabrication de pièces en magnésium . . . 5

1.1 Principales étapes de conception et de fabrication en moulage au sable par gravité . . . 8
1.2 Principales phases de conception de la grappe de coulée . . . 8
1.3 Principales étapes de l'impression de moules en sable . . . 11
1.4 Courbe type de la hauteur remplie en fonction du temps lors du remplissage d'un moule par gravité . . . 12
1.5 Schéma d'illustration du fonctionnement du procédé de coulée basse pression . . . 13
1.6 Oscillations en vitesse calculées en fonction de la viscosité lors du remplissage en basse-pression . . . 15
1.7 Inclusion d'oxyde observée dans une pièce en magnésium . . . 16
1.8 Illustration de la formation d'inclusions d'oxydes dans le métal en cours de remplissage 16
1.9 Pièce en alliage d'aluminium incomplète coulée par gravité . . . 18
1.10 Illustration des mécanismes de solidification des alliages au cours du remplissage . . . 19
1.11 Schémas de principe des essais de coulabilité standards en coulée par gravité . . . 21
1.12 Principe d'un essai de coulabilité vertical en basse-pression . . . 22
1.13 Vue de la partie riche en zirconium du diagramme binaire Mg-Zr . . . 25
1.14 Micrographie électronique du RZ5 coulée dans un moule en sable . . . 25
1.15 Éprouvette de contrôle de la taille de grain et faciès de rupture d'un alliage Mg-Zr . . . 27

2.1 Conception des moules pour l'impression 3D . . . 36
2.2 Imprimante 3D au sable Exone . . . 37
2.3 Phase d'aspiration et de nettoyage d'un noyau en sable imprimé . . . 38
2.4 Four basse-pression Kurtz . . . 39
2.5 Vue en coupe simplifiée du four basse-pression . . . 39
2.6 Installation d'inertage pour les alliages de magnésium . . . 40
2.7 Outils et couvercle de brassage . . . 40
2.8 Phase de brassage de l'alliage . . . 41
2.9 Moule instrumenté positionné sur la table de coulée . . . 42
2.10 Principe de fonctionnement du système d'acquisition des températures et des hauteurs 43
2.11 Tableau conçu pour le calcul de la rampe de pression de consigne . . . 44
2.12 Principe de mesure par spectrométrie à étincelle . . . 44
2.13 Machine de spectrométrie Spectromaxx Mx5M BT . . . 45
2.14 Zone mesurée par spectrometrie . . . 46
2.15 Principe du DSC à flux de chaleur . . . 47
2.16 Système DSC SESTYS Evo ATG 16/18 . . . 48

3.1 Schéma de la méthodologie de carottage développée . . . 58
3.2 Échantillon de carottage obtenu et découpes réalisées . . . 60
3.3 Profil de température mesuré sur la carotte avant brassage . . . 60
3.4 Composition en zirconium mesurée dans les carottes en fonction de la profondeur et du temps . . . 61
3.5 Taille de grain moyenne mesurée au centre des carottes . . . 62
3.6 Taille de grain moyenne mesurée des carottes en fonction de la concentration en Zr mesurée . . . 63
3.7 Micrographie électronique comparative des échantillons prélevés à 220 mm de profondeur . . . 64
3.8 Cartes de compositions qualitatives observées par EDS à une profondeur de 220 mm . 65
3.9 Micrographie électronique et cartes EDS du fond du bain . . . 66
3.10 Résultats des mesures obtenues par DSC . . . 67
3.11 Courbes du chemin de solidification simulé pour les échantillons S1 et S2 avec les modèles de bras de levier et de Scheil . . . 68
3.12 Comparaison des chemins de solidification simulés et mesurés par DSC . . . 69
3.13 Sédimentation et distribution des particules de zirconium en fonction de leur taille . . 71
3.14 Part de la masse représentée par chaque diamètre de particule dans le Zirmax . . . 72
3.15 Géométries du creuset et évolution de la section horizontale du creuset avec la profondeur 74
3.16 Évolution de la composition en fonction du temps calculé dans la Zone A . . . 75
3.17 Comparaison entre la géométrie réelle et la géométrie simplifiée du tube en mode magnésium . . . 76
3.18 Simulation de la zone prélevée dans le four lors du remplissage . . . 77
3.19 Résultat de simulation présentant la zone de prélèvement du métal dans le bain . . . 78
3.20 Simulation du vidage du tube . . . 78
3.21 Lignes de courant du métal liquide pour différents temps lors du vidage . . . 79

4.1 Vue en coupe simplifiée du dispositif expérimental . . . 85
4.2 Courbe de pression de consigne type utilisée pour les essais . . . 85
4.3 Courbes expérimentales de pression de consigne et de pression mesurée . . . 87
4.4 Hauteur mesurée et hauteur calculée du métal avec le principe de Pascal . . . 88
4.5 Vitesse moyenne mesurée en fonction de la rampe moyenne avec R=1 . . . 88
4.6 Courbe de hauteur du métal en fonction du temps avec R=0,125 . . . 89
4.7 Principe de caractérisation du dépassement et de la vitesse maximale . . . 90
4.8 Résultats expérimentaux de la caractérisation du dépassement . . . 91
4.9 Vitesses maximales mesurées dans des moules avec une restriction . . . 91
4.10 Hauteur du métal en fonction du temps pour les 3 formes étudiées . . . 92
4.11 Schémas des trois ensembles de géométries considérées dans la simulation des écoulements . . . 94
4.12 Hauteurs expérimentales et numériques en fonction du temps pour un cas de référence 95
4.13 Hauteur de métal simulée en fonction de la prise en compte de la tension de surface . . 97
4.14 Hauteur de métal simulée en fonction du temps pour trois dimensions caractéristiques 97
4.15 Comparaison de l'effet de la viscosité sur l'allure des oscillations . . . 98
4.16 Caractérisation numérique de l'effet de la masse volumique sur le dépassement . . . 99
4.17 Caractérisation numérique de l'effet de la rampe de pression sur le dépassement . . . 99
4.18 Caractérisation numérique de l'effet de la restriction R sur le dépassement . . . 100
4.19 Caractérisation numérique de l'effet de la hauteur sous le changement de section . . . 100
4.20 Comparaison des prédictions du modèle analytique aux résultats expérimentaux et numériques du dépassement . . . 103
4.21 Géométries simplifiés du système considéré dans le modèle Lagrangien . . . 105
4.22 Comparaison du modèle Lagrangien à l'expérience et à la simulation sur un cas de référence . . . 107

4.23 Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats numériques de l'écart de hauteur pour R>1 . . . 108
4.24 Comparaison des prédictions de la vitesse maximale avec la formule de conservation du débit aux données expérimentales et aux résultats numériques . . . 109
4.25 Comparaison du modèle Lagrangien à l'expérience et à la simulation pour un cas critique 110
4.26 Comparaison des prédictions de la vitesse maximale aux données expérimentales et numériques pour R > 1 . . . 111

5.1 Principe de l'essai de coulabilité de type barres verticales . . . 116
5.2 Géométrie étudiée et évolution de la hauteur de métal en fonction du temps dans une barre de diamètre 20 mm . . . 119
5.3 Hauteurs remplies en fonction de la vitesse de montée et du module, et temps de blocage 120
5.4 Comparaison de la hauteur mesurée et de la hauteur calculée pour deux essais de coulabilité . . . 121
5.5 Tailles de grains mesurées dans les barres de coulabilité . . . 122
5.6 Tailles de grain mesurées dans les barres de coulabilité en fonction de la concentration en Zr . . . 123
5.7 Mesures de températures dans les barres de coulabilité . . . 124
5.8 Prédiction du modèle de Flemings de la malvenue . . . 126
5.9 Schéma de principe du modèle de prédiction de la malvenue . . . 126
5.10 Corrélation du chemin de solidification simulé du RZ5 avec un polynôme . . . 128
5.11 Effet du coefficient d'échange et de la température de contact sur la température du front calculé . . . 129
5.12 Comparaisons des temps de blocage et détermination d'une température de blocage . 130
5.13 Abaque du temps d'atteinte du liquidus et du temps de blocage pour du RZ5 à différentes températures de coulée . . . 132
5.14 Abaque de détermination de la rampe maximale de remplissage pour les alliages de magnésium en basse-pression . . . 133
5.15 Méthode de choix d'orientation de la pièce limitant les défauts de remplissage . . . 133
5.16 Géométrie et sens de solidification naturelle de la pièce étudiée . . . 135
5.17 Tableau comparatif des différentes orientations de coulée possibles . . . 135

A.1 Taille de grain moyenne mesurée au bord des carottes . . . II
A.2 Courbes d'enthalpies fonction de la température simulées sur les échantillons S1 et S2 pour les modèles de bras de levier et de Scheil . . . III
A.3 Schéma d'illustration de la méthode d'extraction de la hauteur simulée du niveau de métal . . . IV
A.4 Observation d'inclusions de gaz dans le métal après un changement de section . . . V
A.5 Programme Mathematica de résolution de l'équation des oscillations du modèle Lagrangien . . . V
A.6 Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux et numériques de l'écart de hauteur pour R=0,5 . . . VI
A.7 Comparaison des prédictions du modèle lagrangien aux résultats expérimentaux et numériques de l'écart de hauteur pour R=0,24 . . . VII
A.8 Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux et numériques de l'écart de hauteur pour R=0,125 . . . VIII
A.9 Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux et numériques de l'écart de hauteur en fonction des propriétés matériaux . . . IX
A.10 Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux et numériques de l'écart de hauteur en fonction de la longueur sous la restriction . . . X
A.11 Comparaison des prédictions du modèle Lagrangien aux résultats expérimentaux et numériques de l'écart de hauteur pour R>1 . . . XI
A.12 Composition moyenne mesurée sur les essais de coulabilité . . . XIII

A.13 Courbes de température du front en fonction de sa hauteur XIV

Annexe F

Liste des tableaux

1.1 Composition nominale de l'alliage de RZ5 . . . 24

2.1 Paramètres d'impression utilisés . . . 38
2.2 Propriétés physiques mesurées du sable imprimé . . . 38
2.3 Principales dimensions (en mm) du four basse-pression selon l'alliage utilisé . . . 39
2.4 Composition nominale des lingots utilisés . . . 41
2.5 Limites et écarts types de calibration du spectromètre . . . 45
2.6 Solution d'attaque chimique utilisée . . . 46
2.7 Matériaux de calibration . . . 48
2.8 Constantes du modèle $\kappa - \epsilon$ utilisées . . . 51

3.1 Composition nominale des lingots et composition résultante moyenne de l'alliage dans le creuset . . . 59
3.2 Composition mesurée de l'échantillon S0 utilisé pour l'étude DSC . . . 65
3.3 Valeurs simulées de l'enthalpie de fusion et des capacités thermiques solide et liquide . . . 67
3.4 Valeurs simulées des températures de liquidus et de solidus de l'alliage . . . 68
3.5 Comparaison des résultats DSC et Thermocalc à la littérature . . . 70
3.6 Propriétés physiques du magnésium et du zirconium à 760°C . . . 70
3.7 Résultats du calcul de la masse maximale de Zr insoluble restante dans la zone A à partir du temps de sédimentation et du diamètre des particules . . . 74

4.1 Propriétés physiques de l'aluminium et du magnésium utilisées . . . 84
4.2 Changements de sections et rampes de consignes testés expérimentalement . . . 86
4.3 Formes des empreintes testées expérimentalement avec R=0,24 et leurs dimensions caractéristiques . . . 92
4.4 Tableau récapitulatif des paramètres testés dans le plan d'expérience numérique . . . 96

5.1 Géométries des éprouvettes de coulabilité réalisées présentées avec une hauteur de barre de 200 mm . . . 117
5.2 Résumé des essais expérimentaux de coulabilité réalisés . . . 119
5.3 Propriétés physiques de l'alliage de RZ5 et du sable utilisées dans le modèle de Flemings 125
5.4 Critères de calcul de la rampe maximale limitant les inclusions d'oxydes . . . 133

A.1 Temps après brassage testés et longueurs des carottes obtenues . . . I
A.2 Compositions des échantillons S1 et S2 . . . III
A.3 Résumé des maillages testés pour la simulation de la malvenue . . . XII

ETUDE EXPÉRIMENTALE ET NUMÉRIQUE DE LA COULÉE BASSE-PRESSION DE L'ALLIAGE DE MAGNÉSIUM RZ5 DANS DES MOULES IMPRIMÉS EN 3D

RÉSUMÉ :

L'utilisation d'alliages de magnésium est d'un intérêt majeur pour l'allègement des structures dans le domaine aéronautique. Leur principal inconvénient est leur forte oxydation rendant leur coulée hasardeuse. Aujourd'hui, l'association de la simulation numérique avec les procédés automatisés d'impression 3D de moule en sable et de coulée Basse-Pression (BP) promet l'amélioration de la robustesse de fabrication tout en limitant les itérations à l'échelle industrielle. Toutefois, ces méthodes récentes souffrent d'un manque de données sur la préparation et la génération des défauts lors du remplissage des alliages comme le RZ5.
Dans ce travail, après avoir défini dans quelle mesure les règles métiers actuelles de préparation des alliages Mg-Zr sont adaptées au procédé BP, des essais de coulabilité expérimentaux à l'échelle industrielle ont été développés. L'analyse des données expérimentales et des simulations numériques des écoulements permettent d'établir des modèles analytiques de prédiction du risque d'inclusions d'oxydes et de malvenue. Ces modèles sont utilisés pour proposer une cartographie du procédé limitant les défauts de remplissage. Une méthodologie de conception des grappes de coulée spécifique à la BP est proposée puis est appliquée pour la fabrication d'une pièce industrielle en RZ5.

Mots clés : magnésium, fonderie, coulée basse-pression, coulabilité

EXPERIMENTAL AND NUMERICAL STUDY OF RZ5 MAGNESIUM ALLOY LOW-PRESSURE CASTING IN 3D SAND PRINTED MOLDS

ABSTRACT :

The use of magnesium alloys has a considerable interest to reduce the mass of components in the aeronautics industry. The main drawback of magnesium alloys is their high oxidization leading to hazardous casting conditions. Nowadays, a renewed interest for magnesium alloys is related to the association of casting simulation software with Low-Pressure Casting (LPC) and sand printing. It should limit the part design iterations and improve the casting process robustness. Nevertheless, this association lack of data on melt refining and the castability of magnesium alloys as RZ5 in LPC.
This work proposes an experimental analysis of the actual Mg-Zr refining rules to define in what extent they are suitable in LPC process. Experimental castability tests at the industrial scale are then developed and they are compared with fluid flow simulations. Analytical models of oxide inclusions and misrun predictions are established to define a process map limiting these defects. A specific LPC part design methodology is proposed and is applied on an industrial part.

Keywords : magnesium, Low-Pressure Casting, castability

ARTS ET MÉTIERS ParisTech

ParisTech INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY