



MÉMOIRE
PRÉSENTÉ À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI
COMME EXIGENCE PARTIELLE
DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR
JOSÉE COLBERT
B. ING.

CARACTÉRISATION DE LA FRACTION SOLIDE
DANS LES LOPINS SEMI-SOLIDES PRODUITS
PAR LE PROCÉDÉ SEED

AVRIL 2007



Mise en garde/Advice

Afin de rendre accessible au plus grand nombre le résultat des travaux de recherche menés par ses étudiants gradués et dans l'esprit des règles qui régissent le dépôt et la diffusion des mémoires et thèses produits dans cette Institution, **l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** est fière de rendre accessible une version complète et gratuite de cette œuvre.

Motivated by a desire to make the results of its graduate students' research accessible to all, and in accordance with the rules governing the acceptance and diffusion of dissertations and theses in this Institution, the **Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** is proud to make a complete version of this work available at no cost to the reader.

L'auteur conserve néanmoins la propriété du droit d'auteur qui protège ce mémoire ou cette thèse. Ni le mémoire ou la thèse ni des extraits substantiels de ceux-ci ne peuvent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

The author retains ownership of the copyright of this dissertation or thesis. Neither the dissertation or thesis, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

RÉSUMÉ

Depuis quelques années, les recherches qui portent sur les procédés de mise en forme par voie semi-solide ne cessent d'augmenter. Cette popularité s'explique par les nombreux avantages que procure ce type de moulage par rapport au moulage traditionnel en phase liquide. Le procédé SEED (Swirled Enthalpy Equilibration Device) est une méthode de mise en forme de l'aluminium semi-solide actuellement développée par Alcan International Limited et le Centre des technologies de l'aluminium. Ce procédé utilise la masse thermique d'un creuset pour absorber une quantité définie de chaleur d'un lopin pour qu'il atteigne la température et la fraction solide voulues. L'avantage principal du procédé SEED est qu'il ne requiert pas de contrôle de températures sophistiqué. Le transfert de chaleur peut être aisément contrôlé par la masse et le matériau du creuset.

L'objectif des travaux réalisés dans le cadre de cette maîtrise concerne l'évolution de la fraction solide en fonction de la température dans les lopins semi-solides produits par le procédé SEED. Comme les lopins sont destinés au moulage sous pression, il est essentiel de bien connaître les propriétés d'écoulement de la pâte pour obtenir des pièces ayant de bonnes propriétés mécaniques. Or, les propriétés rhéologiques de la pâte dépendent fortement de la fraction solide, d'où l'intérêt de la caractériser. Deux modèles théoriques sont fréquemment utilisés pour connaître la fraction solide en fonction de la température, soit le modèle de Scheil et celui de solidification à l'équilibre. Par contre, ces modèles demeurent des approximations et il est impossible de dire jusqu'à quel point l'évolution de la fraction solide dans les lopins semi-solides produits par le procédé SEED concorde avec ces modèles. Pour caractériser l'évolution de la fraction solide de l'aluminium, quatre approches ont été utilisées.

Le logiciel Thermo-Calc a d'abord été utilisé pour tracer l'évolution de l'enthalpie et de la fraction solide pour un alliage d'aluminium A356 en utilisant les modèles de Scheil et de solidification à l'équilibre. Ensuite, DICTRA a été utilisé pour tracer les mêmes courbes, mais cette fois en imposant un taux de refroidissement et en basant les calculs sur la vitesse de diffusion des atomes dans l'alliage. Les résultats de ses calculs ont permis d'obtenir les courbes théoriques d'enthalpie et de fraction solide prédites par les modèles.

Deux types de calorimètre ont été utilisés. D'abord, un calorimètre à pression constante a été fabriqué pour connaître la quantité de chaleur contenue dans un lopin. Ensuite, un

calorimètre à balayage différentiel a été utilisé pour mesurer l'évolution de l'énergie lors de la réaction de solidification d'une petite masse d'aluminium. Ces mesures ont ensuite permis de connaître la fraction solide pendant la réaction. Les résultats obtenus concordent bien avec les prédictions fournies par le logiciel Thermo-Calc.

Une première méthode expérimentale directement appliquée au procédé SEED a ensuite été employée. Cette démarche consiste à prélever des échantillons de pâte semi-solide à différents moments lors d'un cycle de production des lopins et à les refroidir très rapidement afin de figer la microstructure. Différentes méthodes d'échantillonnage ont été testées afin d'identifier la démarche la plus efficace et celle permettant la solidification la plus rapide. Plusieurs obstacles ont été rencontrés et il a été très difficile d'obtenir des échantillons représentatifs de la pâte. L'étude de la microstructure par analyse d'image des échantillons permet normalement de quantifier la fraction solide. Il s'est par contre avéré très difficile de distinguer la phase primaire qui s'est solidifiée en cours de procédé de la partie liquide qui s'est solidifiée pendant la trempe. La principale raison qui explique les difficultés rencontrées est associée à la morphologie et la taille des particules solides qui, dû à un manque de temps de maintien dans la région semi-solide, n'ont pas eu le temps d'évoluer en forme de globules et de grossir suffisamment pour se distinguer facilement de la phase secondaire solidifiée pendant la trempe. La fraction solide de la pâte n'a donc pas pu être quantifiée par cette méthode.

L'analyse thermique a finalement permis de connaître l'évolution de la fraction solide de la pâte produite par le procédé SEED. Des mesures de températures provenant de thermocouples insérés dans l'aluminium semi-solide et à la surface du creuset lors de la solidification des lopins ont d'abord été prises. Ensuite, un bilan énergétique a permis de connaître l'évolution de l'enthalpie du système. Finalement, la fraction solide a pu être déterminée en faisant l'hypothèse que la fraction solidifiée est proportionnelle à la fraction d'énergie dégagée. Il est important de souligner qu'habituellement l'analyse thermique utilise le concept de courbe de base pour isoler l'énergie de la réaction de solidification. L'analyse thermique développée dans le cadre de ces travaux utilise une approche complètement nouvelle qui s'affranchit de l'utilisation de la courbe de base. Les résultats obtenus par analyse thermique ont permis de constater que l'évolution de la fraction solide concorde avec les prédictions du modèle de Scheil.

Finalement, une démarche permettant de prédire la fraction solide après le drainage dans le procédé SEED a été développée. Suite aux résultats obtenus par analyse thermique, il est possible d'utiliser la relation de Scheil pour prédire la fraction solide des lopins produits par le procédé SEED avant le drainage. Par ailleurs, la période de drainage est plus complexe et rien ne permet d'affirmer que la relation de Scheil s'applique toujours. Pendant le drainage, trois facteurs contribuent à faire augmenter la fraction solide, soit la masse drainée, la diminution de la température et la modification de la composition du lopin. Deux cas limites théoriques basés sur des hypothèses différentes ont été étudiés pour calculer l'intervalle dans lequel la fraction solide finale de la pâte se trouve.

REMERCIEMENTS

Ce projet est le fruit d'une collaboration entre l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC), le Centre des technologies de l'aluminium (CTA) et Alcan International Limited. Je tiens à remercier mes directeurs de recherche André Charette de l'UQAC ainsi que Dominique Bouchard du CTA pour leur implication et leur soutien. Je souhaite aussi souligner la collaboration de Joseph Langlais du Centre de recherche et de développement d'Arvida (CRDA) de Alcan International Limited.

Je tiens à remercier spécialement Hugues Blanchette pour son assistance technique ainsi que pour ses précieux conseils. Je remercie tout le personnel du CTA pour leur soutien et particulièrement Hélène Grégoire qui m'a assistée dans les laboratoires de microscopie. Je désire aussi mentionner la participation de Dany Racine de l'UQAC pour les mesures de calorimétrie. Je souhaite en plus souligner la collaboration de Christian Chantal pour ses judicieux conseils et pour avoir relu plus d'une fois mes travaux.

Finalement, je remercie le CTA, la chaire CISMA de l'UQAC, Alcan International Limited, la Fondation de l'Université du Québec à Chicoutimi et le Centre québécois de recherche sur l'aluminium (CQRDA) pour leur soutien financier.

TABLES DES MATIÈRES

RÉSUMÉ.....	ii
REMERCIEMENTS	iv
TABLES DES MATIÈRES	v
LISTE DES TABLEAUX.....	ix
LISTE DES FIGURES.....	xi
NOMENCLATURE.....	xvi
1.....	1
INTRODUCTION.....	1
1.1 Problématique	2
1.2 Objectifs et méthodologie.....	3
2.....	6
REVUE DE LA LITTÉRATURE.....	6
2.1 Procédés de mise en forme de l'aluminium semi-solide	6
2.1.1 Principes de mise en forme semi-solide	6
2.1.2 Préparation de la pâte semi-solide	9
2.1.2.1 Thixomoulage	9
2.1.2.2 Rhéomoulage	9
2.1.2.2.1 Le procédé SEED.....	10
2.2 Méthode de caractérisation de la fraction solide de la pâte	12
2.2.1 Calorimétrie	12
2.2.1.1 Calorimètre à pression constante	12
2.2.1.2 Calorimètre à balayage différentiel.....	13
2.2.2 Échantillonnage	17

2.2.3	Analyse thermique	19
2.2.3.1	Analyse de Newton.....	19
2.2.3.2	Analyse de Fourier.....	22
2.2.3.3	Avantages et inconvénients	26
3.....		27
THÉORIE.....		27
3.1	Solidification.....	27
3.1.1	Germination	27
3.1.1.1	Gémination homogène.....	27
3.1.1.2	Gémination hétérogène	30
3.1.2	Solidification des alliages	34
3.1.2.1	Solidification planaire.....	34
3.1.2.2	Solidification cellulaire et dendritique.....	39
3.1.2.3	Microstructure de la pâte semi-solide.....	44
3.2	Transfert de chaleur	46
3.2.1	Conduction.....	47
3.2.2	Convection	47
3.2.3	Rayonnement	50
3.2.4	Loi de la conservation d'énergie.....	52
3.2.5	Résolution par l'équation de la diffusion de chaleur	53
3.2.6	Résolution par la méthode des capacités concentrées	55
4.....		58
SIMULATIONS NUMÉRIQUES.....		58
4.1	Présentation générale des simulations	58
4.2	Résultats et discussion	59
5.....		65
CALORIMÉTRIE		65
5.1	Calorimètre à pression constante	65
5.1.1	Démarche expérimentale	65
5.1.2	Résultats et discussion	67

5.2	Calorimètre à balayage différentiel.....	74
5.2.1	Démarche expérimentale	74
5.2.2	Résultats et discussion	74
6	78
	ÉCHANTILLONNAGE.....	78
6.1	Démarche expérimentale	78
6.1.1	Description du montage et du procédé	78
6.1.2	Prise d'échantillons.....	80
6.1.3	Analyse d'images.....	82
6.2	Résultats et discussion	83
6.2.1	Évaluation des matériaux de trempe.....	84
6.2.2	Évaluation des démarches proposées.....	86
6.2.3	Évaluation de la fraction solide des échantillons.....	88
7	97
	ANALYSE THERMIQUE.....	97
7.1	Démarche expérimentale	97
7.1.1	Analyse thermique utilisant un creuset de graphite	97
7.1.2	Analyse thermique dans le procédé SEED	100
7.2	Analyse, résultats et discussion	102
7.2.1	Analyse thermique utilisant un creuset de graphite	104
7.2.1.1	Filtrage des courbes de température	104
7.2.1.2	Détermination des températures de liquidus et de solidus.....	105
7.2.1.3	Calcul de l'énergie perdue	106
7.2.1.3.1	Calcul de l'énergie perdue par la méthode de Fourier.....	107
7.2.1.3.2	Calcul de l'énergie perdue par la méthode de Newton.....	112
7.2.1.4	Détermination de l'évolution de l'enthalpie	116
7.2.1.5	Calcul de la fraction solide	119
7.2.2	Analyse thermique dans le procédé SEED	121
7.2.2.1	Filtrage des courbes de température	121
7.2.2.2	Détermination des températures de liquidus et de solidus.....	121

7.2.2.3	Calcul de l'énergie perdue	122
7.2.2.3.1	Calcul de l'énergie perdue par la méthode de Fourier.....	122
7.2.2.3.2	Calcul de l'énergie perdue par la méthode de Newton.....	123
7.2.2.4	Détermination de l'évolution de l'enthalpie	127
7.2.2.5	Calcul de la fraction solide	129
8.	132
PRÉDICTION DE LA FRACTION SOLIDE FINALE DANS LE PROCÉDÉ SEED		132
Cas 1 : Seul le drainage contribue à augmenter la fraction solide		134
Cas 2 : Le drainage, le changement de composition et l'évolution de la température contribuent à augmenter la fraction solide.....		135
9.	141
CONCLUSIONS ET SUGGESTIONS		141
9.1	Conclusions.....	141
9.2	Suggestions	144
RÉFÉRENCES		147
ANNEXE 1		153
Article publié à la Conférence internationale sur les alliages d'aluminium 2006.....		153
A Heat Transfer Model for the Production of Semi-Solid Billets with the SEED Process.....		153
ANNEXE 2		162
Valeurs numériques utilisées en analyse thermique.....		162
ANNEXE 3		165
Calcul du coefficient de transfert de chaleur entre le creuset et l'air		165
Calcul du coefficient de transfert de chaleur entre le l'aluminium et l'air.....		170
ANNEXE 4		173
Étude de sensibilité des résultats de l'analyse thermique à une variation du coefficient de transfert de chaleur à la paroi entre le creuset et l'air.....		173
ANNEXE 5		176
Vérification de l'hypothèse de proportionnalité entre la variation d'enthalpie et la fraction solide		176

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Résumé des valeurs des constantes B et n données dans la littérature pour calculer l'espacement interdendritique	44
Tableau 2 : Valeurs typiques du coefficient de transfert de chaleur [54].	50
Tableau 3 : Informations obtenues par les simulations avec Thermo-Calc et Dictra.	64
Tableau 4 : Résumé des différentes mesures prises pour calibrer le calorimètre.	68
Tableau 5 : Résultats des calculs permettant de connaître l'énergie fournie par les blocs de cuivre, l'énergie absorbée par l'eau et l'énergie absorbée par les composantes du calorimètre.	69
Tableau 6 : Mesures prises pour chacun des essais réalisés en calorimétrie.	70
Tableau 7 : Résultats des calculs pour chacun des essais réalisés en calorimétrie.	71
Tableau 8 : Informations obtenues par l'analyse au CBD.	75
Tableau 9 : Composition de l'alliage utilisé (en pourcentage poids).	79
Tableau 10 : Spécifications des tuyaux utilisés pour l'échantillonnage.	81
Tableau 11 : Microstructure, espacement interdendritique et taux de refroidissement correspondant pour différentes combinaisons de matériau de trempe/tuyaux.	85
Tableau 12 : Chaleur latente de la réaction pour chacune des méthodes utilisées.	118
Tableau 13 : Enthalpie aux températures de liquidus et de solidus et chaleur latente de la réaction pour chacune des méthodes utilisées.	129
Tableau 14 : Composition initiale du lopin et composition de la phase solide et de la phase liquide au début du drainage.	137
Tableau 15 : Composition global du système après le drainage ($t = 100$ secondes).	137

Tableau 16 : Valeurs numériques des différents paramètres utilisés dans les calculs a) Valeurs associées au creuset de graphite b) Valeurs associées au creuset SEED c) Propriétés de l'aluminium et température ambiante.	163
Tableau 17 : Valeurs numériques utilisées pour calculer le coefficient de transfert de chaleur à l'interface entre le creuset et l'air.....	167
Tableau 18 : Nombres de Grashof et de Reynolds pour chacun des creusets utilisés.	167
Tableau 19 : Coefficient de transfert de chaleur à la paroi entre le creuset et l'air.	170
Tableau 20 : Valeurs numériques utilisées pour calculer le coefficient de transfert de chaleur à l'interface entre l'aluminium et l'air ambiante.	171

LISTE DES FIGURES

Figure 1: Microstructure d'un alliage d'aluminium A357 obtenu a) par moulage à l'état liquide classique et b) par voie semi-solide suite à un brassage électromagnétique [6].	7
Figure 2 : Schéma représentant l'évolution de la température lors de la mise en forme par a) thixomoulage b) rhéomoulage.	10
Figure 3 : Schéma présentant les différentes étapes du procédé SEED [14].	11
Figure 4 : a) Schéma représentant un CBD à compensation de puissance	14
Figure 5 : Comparaison entre des mesures expérimentales faites sur un échantillon trempé et les modèles de Scheil et de solidification à l'équilibre [19].	18
Figure 6 : Système (montré en pointillé) utilisé dans l'analyse de Newton et profil de la température	20
Figure 7 : Schéma représentant l'analyse thermique selon la méthode de Newton [30].	21
Figure 8 : Système (montré en pointillé) utilisé dans l'analyse de Fourier et profil de température.	23
Figure 9 : Germe solide résultant de la germination homogène dans le liquide [36]	28
Figure 10 : Variation de l'énergie libre du système suite à la formation d'un germe solide de rayon r [36]	30
Figure 11 : Germination hétérogène d'une calotte sphérique à la surface d'une paroi [36].	31
Figure 12 : Comparaison de la variation d'énergie libre de germinations homogènes et hétérogènes [36].	33
Figure 13 : Diagramme de phase hypothétique d'un alliage binaire [36].	35
Figure 14 : Solidification à l'équilibre. a) Transfert de chaleur unidirectionnel et front de solidification planaire. b) Évolution du profil de concentration [36]	36

Figure 15 : Diagramme de phase hypothétique d'un alliage binaire. L'évolution de la composition moyenne du solide selon le modèle de Scheil [36].....	37
Figure 16 : Évolution des profils de concentration selon Scheil. [36] a) avant le début de la solidification b)pendant la solidification c) lorsque la solidification est complétée.....	38
Figure 17 : Évolution de la fraction solide en fonction de la température selon le modèle de solidification à l'équilibre et le modèle de Scheil [40]	39
Figure 18 : Croissance de bras cellulaires à partir d'un front de solidification planaire [36].	40
Figure 19 : Évolution de la microstructure en fonction de la vitesse du front de solidification [38].....	41
Figure 20 : Résumé des différents types de microstructure pouvant se développer en fonction des conditions de refroidissement [38].....	42
Figure 21 : Relation entre le taux de refroidissement et l'espacement des bras dendritiques pour des alliages d'aluminium [42].	43
Figure 22 : Évolution des germes soumis à des forces de cisaillement [52].	45
Figure 23 : Évolution des germes lors de solidification en fonction du taux de refroidissement et du taux de cisaillement [3].	46
Figure 24 : Développement de la couche limite de convection à la surface d'un solide [54].	48
Figure 25 : Échange thermique par rayonnement entre un corps et une surface [54].	52
Figure 26 : Système utilisé lors de la résolution de la distribution de température par l'équation de la diffusion de chaleur.....	55
Figure 27 : Système utilisé lors de la résolution d'évolution de la température par la méthode des capacités concentrées.....	56
Figure 28 : Évolution de la distribution de la température dans le temps en fonction du nombre de Biot [54].....	57
Figure 29 : Évolution de l'enthalpie d'un alliage d'aluminium A356 [40].	59

Figure 30 : Évolutions de la fraction solide d'un alliage d'aluminium A356 selon les modèles de Scheil et de solidification à l'équilibre calculées avec Thermo-Calc [40].61	61
Figure 31 : Évolution de l'enthalpie en fonction de la température pour différents taux de refroidissement calculée avec Dictra.62	62
Figure 32 : Évolution de la fraction solide d'un alliage d'aluminium A356 calculée avec Dictra pour différents taux de refroidissement [40].....63	63
Figure 33 : Schéma du calorimètre à pression constante utilisé pour mesurer la quantité d'énergie d'un lopin.....66	66
Figure 34 : Quantité d'énergie absorbée par l'eau et par les composantes du calorimètre en fonction de l'énergie fournie par les blocs de cuivre.....69	69
Figure 35 : Comparaison entre l'évolution de l'enthalpie fournie par Thermo-Calc et les résultats de la calorimétrie.73	73
Figure 36 : Comparaison entre l'évolution de la fraction solide selon le modèle de Scheil et les résultats de la calorimétrie.....73	73
Figure 37 : Courbes de CBD obtenues pour les différents taux de refroidissement imposés.75	75
Figure 38 : Évolution de la fraction solide calculée à partir des courbes du CBD.....77	77
Figure 39 : Unité portable SEED utilisée pour fabriquer les lopins.79	79
Figure 40 : Exemples de tuyaux utilisés pour la prise d'échantillons.82	82
Figure 41 : Patron des mesures prises par analyse d'image.83	83
Figure 42 : Formation d'un bouchon solide à l'entrée des tuyaux.87	87
Figure 43 : Coupe transversale d'échantillons prélevés avec différents tuyaux utilisés.....88	88
Figure 44 : Échantillons prélevés à différents temps avec des tuyaux de céramique.....90	90
Figure 45 : Échantillons prélevés à différents temps avec des tuyaux de cuivre.....91	91
Figure 46 : a) Microstructure d'un échantillon prélevé avec un tuyau de céramique après 20 secondes de brassage. b) Utilisation de l'analyse d'image pour mettre en évidence la difficulté de quantifier la fraction solide.....93	93
Figure 47 : Creuset de graphite utilisé et emplacement des thermocouples.....98	98
Figure 48 : Emplacement des thermocouples utilisés pour l'analyse thermique.....101	101

Figure 49 : Schéma présentant les étapes nécessaires au calcul de la fraction solide.	103
Figure 50 : Courbes de température mesurées dans l'aluminium et à la surface du creuset.	105
Figure 51 : Détermination graphique du liquidus et du solidus.....	106
Figure 52 : Approximation du profil de température dans le lopin par une fonction d'erreur.	109
Figure 53 : Énergie perdue par le lopin en fonction de la température pour chacune des trois méthodes de calculs utilisées.	115
Figure 54 : Comparaison entre l'évolution de l'enthalpie calculée et la courbe d'enthalpie donnée par le logiciel Thermo-Calc.....	118
Figure 55 : Fraction solide calculée pour chacune des démarches utilisées et comparaison avec la courbe de Scheil.....	120
Figure 56 : Courbes de température mesurées dans un lopin SEED.	121
Figure 57 : Détermination graphique du liquidus et du solidus.....	122
Figure 58 : Énergie perdue par le lopin pour chacune des méthodes utilisées.	127
Figure 59 : Comparaison entre l'évolution de l'enthalpie calculée et la courbe d'enthalpie donnée par le logiciel Thermo-Calc.....	128
Figure 60 : Fraction solide calculée et comparaison avec la courbe de Scheil.....	130
Figure 61 : Microstructure de la masse drainée.	134
Figure 62 : Évolution de la température dans un cycle standard du procédé SEED.	135
Figure 63 : Évolution de la composition de la phase liquide selon la température.	136
Figure 64 : Évolution de la fraction solide selon Scheil pour les compositions avant et après drainage.....	138
Figure 65 : Augmentation de la fraction solide causée par le changement de composition et la baisse de température.	139
Figure 66 : Impacte de la variation de la valeur du coefficient de transfert de chaleur entre le creuset et l'air sur l'évolution de l'enthalpie.	174
Figure 67 : Impacte de la variation de la valeur du coefficient de transfert de chaleur entre le creuset et l'air sur l'évolution de la fraction solide.....	174

Figure 68 : Comparaison entre l'évolution de la fraction solide fournie par Thermo-Calc et calculée à partir de la courbe d'enthalpie en supposant que la fraction solidifiée est égale à la fraction d'énergie dégagée depuis le début de la solidification.....177

NOMENCLATURE

Symboles

A [m ²]	Aire
A	Constante
B	Constante
Bi	Nombre de Biot
c_p [J/kg K]	Chaleur spécifique
C	Constante
D [m]	Diamètre
e [m]	Épaisseur
E [J]	Énergie
\dot{E} [J/s]	Variation de l'énergie par unité de temps
f_s [%]	Fraction solide
f_L [%]	Fraction liquide
g [m ² /s]	Gravité
G [J]	Énergie libre
Gr	Nombre de Grashof
h [W/m ² K]	Coefficient de transfert de chaleur
ΔH [J/kg]	Chaleur latente de fusion par unité de masse
k [W/m K]	Conductivité thermique
k_p	Coefficient de partition
L [m]	Longueur
m [kg]	Masse
Nu	Nombre de Nusselt
Pr	Nombre de Prandtl
q [W]	Flux de chaleur
r [m]	Rayon
Ra	Nombre de Rayleigh
t [s]	Temps
T [K] ou [°C]	Température
\dot{T} [K/s]	Taux de refroidissement
V [m ³]	Volume

u [m/s]	Vitesse
x [m]	Distance
X	Concentration en soluté

Lettres grecques

α	Absorptivité ou diffusivité [m^2/s]
γ [J/m ²]	Énergie surfacique
Δ	Intervalle
ε	Émissivité
θ [radian]	Angle
λ [μm]	Espacement inter-dendritique ou taille d'une cellule
ν [m ² /s]	Viscosité cinématique
ρ [kg/m ³]	Densité
σ [W/m ² K ⁴]	Constante de Stefan-Boltzmann
∇	Gradient

Indices

a	Aluminium
c	Caractéristique
ca	Creuset acier
cg	Creuset de graphite
E	Eutectique
ex	Externe
f	Forcée
g	Généré
in	Entrant ou interne
l	Liquide
m	Moule
max	Maximum
n	Naturel
o	Initial
out	Sortant
s	Solide ou surface
st	Emmagasiné
sur	Entourage
t	Total
v	Volumique
∞	À l'infini

Exposants

<i>n</i>	Exposant général
*	Critique

1

INTRODUCTION

Dans l'industrie, le moulage sous pression de l'aluminium est grandement utilisé. En général, l'aluminium introduit dans la presse est à l'état liquide, mais depuis les dernières années plusieurs recherches sont effectuées pour remplacer l'aluminium liquide par de l'aluminium semi-solide. Cette substitution procure de nombreux avantages tant sur le plan de la qualité des pièces que sur la productivité du procédé. Les étapes de production de la pâte semi-solide par les procédés existants sont actuellement complexes et coûteuses et ceci freine l'adoption du moulage d'aluminium semi-solide à grande échelle. Par ailleurs, la compagnie Alcan International Limited a récemment développé le procédé SEED (Swirled Enthalpy Equilibration Device) afin de simplifier les étapes de préparation de la pâte semi-solide et de diminuer les coûts de production.

La première étape du procédé SEED consiste à verser de l'aluminium liquide dans un creuset d'acier. Celui-ci est alors agité par rotation. Le creuset s'immobilise ensuite pour un court temps de repos. Finalement, il y a une période de drainage où un trou au fond du creuset s'ouvre et une partie du liquide restant est drainée. Le lopin semi-solide est ensuite prêt pour l'injection dans la presse.

1.1 Problématique

Les lopins d'aluminium produits par le procédé SEED sont destinés au moulage sous pression. Les propriétés rhéologiques de la pâte sont donc extrêmement importantes pour qu'il y ait un écoulement adéquat de la pâte afin de permettre un bon remplissage du moule et ainsi, obtenir de bonnes propriétés mécaniques des pièces fabriquées. Par ailleurs, la viscosité de la pâte dépend principalement de sa température, de sa fraction solide et de sa microstructure. Il est donc essentiel de connaître ces caractéristiques pour être en mesure d'optimiser le procédé. L'évolution de la température dans les lopins SEED a fait l'objet de travaux antérieurs [1]. Un modèle permettant de prédire la température du lopin a été développé et ce volet du procédé est bien connu. Un article a récemment été publié et est présenté à l'annexe 1. Les travaux réalisés dans le cadre de la maîtrise se concentreront sur la caractérisation de la fraction solide de la pâte d'aluminium.

Les travaux réalisés dans le cadre de cette étude se sont concentrés uniquement sur le A356 puisque cet alliage est de loin le plus largement utilisé en rhéomoulage. Pour optimiser la mise en forme par moulage sous pression d'un alliage d'aluminium A356, la fraction solide de l'aluminium doit être voisine de 50% [2]. Le lopin semi-solide a alors une viscosité idéale pour tirer profit des avantages de la mise en forme semi-solide tout en ayant une viscosité suffisamment basse, lorsque qu'il est cisailé, pour pouvoir être moulé facilement. Par ailleurs, l'évolution de la fraction solide à l'intérieur des lopins n'est pas bien connue pour le procédé SEED. En fait, dans le domaine de la solidification des

métaux, deux modèles théoriques sont souvent utilisés pour prédire la fraction solide en fonction de la température, le modèle de Scheil et le modèle de solidification à l'équilibre. Pour les procédés où les taux de refroidissement du métal sont relativement faibles, les relations théoriques sont habituellement utilisées. Par contre, dans le cas du procédé SEED, un taux de refroidissement rapide a lieu lors du remplissage du creuset et dans les premières secondes du brassage (crash cooling), ce qui pourrait donner lieu à une germination importante des cristaux d'aluminium. Le transfert de chaleur est donc rapide et le système se retrouve hors équilibre. Les travaux rapportés dans ce mémoire ont développé une démarche permettant de caractériser la fraction solide dans les lopins de A356 en fonction de la température et ont vérifié si les modèles théoriques s'appliquent au procédé SEED ou si des déviations sont observées.

1.2 Objectifs et méthodologie

L'objectif principal du projet a été d'établir une méthodologie permettant de caractériser la fraction solide de la pâte d'aluminium produite par le procédé SEED en fonction de la température. Pour caractériser la fraction solide, trois approches ont été utilisées : des analyses calorimétriques, une étude métallographique d'échantillons prélevés dans les lopins et des analyses thermiques. Chacune des courbes obtenues a été comparée aux modèles théoriques pour vérifier si les relations usuelles de Scheil et de solidification à l'équilibre s'appliquent à ce procédé. Les similitudes et divergences entre la théorie et les résultats ont été étudiées et expliquées. Les logiciels Thermo-Calc et DICTRA ont aussi été

utilisés pour simuler l'évolution de la fraction solide lors de la solidification à différents taux de refroidissement.

La calorimétrie a d'abord été utilisée pour caractériser expérimentalement l'évolution de la fraction solide. L'objectif étant de mesurer la quantité de chaleur dégagée lors de la solidification de l'aluminium et ensuite de calculer l'évolution de la fraction solide à partir des résultats. Un premier calorimètre commercial (calorimètre à balayage différentiel (CBD)) a été utilisé pour prendre des mesures à partir d'échantillons de quelques milligrammes d'un alliage d'A356. Les courbes d'évolution de fraction solide ont servi à valider les résultats obtenus avec les logiciels Thermo-Cal et Dictra. Ensuite, un calorimètre à pression constante a été fabriqué. Les lopins d'aluminium produits avec le procédé SEED ont été directement placés dans ce calorimètre et en mesurant la quantité de chaleur dégagée, il est possible de calculer la fraction solide des lopins. Cette analyse calorimétrique a été faite sur des lopins drainés, obtenus à la toute fin d'un cycle du procédé SEED.

Ensuite, une étude de la microstructure de la pâte semi-solide a été faite. Des échantillons de pâte ont été prélevés à des intervalles réguliers lors d'un cycle de production et refroidis très rapidement afin de figer la microstructure. L'objectif de la trempe est de figer la phase solide, qui a une morphologie principalement globulaire et une taille appréciable, et de forcer la partie liquide à former de petites cellules, des dendrites très fines et de l'eutectique. Une étude métallographique et une analyse d'images ont permis de quantifier la surface occupée par les gros globules solides par rapport à la surface

totale de l'échantillon et d'obtenir la fraction solide. Plusieurs stratégies d'échantillonnage et de trempe ont été testées afin de déterminer celle(s) procurant les meilleurs résultats. Les objectifs de cette portion du projet sont donc de trouver un mode d'échantillonnage et de trempe efficace et de développer une routine d'analyse d'images afin de caractériser la fraction solide.

L'objectif suivant est de caractériser l'évolution de la fraction solide dans les lopins semi-solides produits par le procédé SEED en utilisant une analyse thermique. Des mesures de température provenant de thermocouples insérés dans le lopin d'aluminium et sur la paroi externe du creuset ont été prises. Ces mesures ont permis de calculer, à partir des équations classiques de transfert de chaleur, l'évolution de l'enthalpie du système et de la fraction solide au cours de la solidification. Différentes approches ont été examinées et comparées.

Les travaux ont donc permis de développer une méthodologie pour caractériser la fraction solide des lopins produits par le procédé SEED en prenant l'alliage A356 et les conditions standards comme exemple. La méthodologie développée peut maintenant s'appliquer pour des lopins produits dans d'autres conditions ou à d'autres alliages d'intérêts. Les mesures de fraction solide prises dans les lopins ont permis d'approfondir la relation entre la température de la pâte et sa fraction solide et de vérifier si les modèles classiques de solidification à l'équilibre et de Scheil s'appliquent au procédé SEED. Les résultats des trois méthodes expérimentales et des simulations ont été comparés et évalués.

2

REVUE DE LA LITTÉRATURE**2.1 Procédés de mise en forme de l'aluminium semi-solide****2.1.1 Principes de mise en forme semi-solide**

Différents procédés sont utilisés pour mettre en forme des alliages à partir de l'état liquide. Ces procédés ont tous en commun le fait que l'alliage doit être coulé liquide à une température suffisante pour permettre le remplissage adéquat du moule. Ce type de moulage est très répandu, mais présente par ailleurs des inconvénients non négligeables. En effet, des problèmes de ségrégation, de porosités ou de retassures peuvent survenir lors de la mise en forme des métaux à partir de l'état liquide puisque le remplissage des moules se fait selon un écoulement turbulent. Pour remédier à ces différents inconvénients, des recherches sont réalisées depuis quelques années pour injecter le métal dans les moules à une température plus basse que le liquidus, à partir d'un état déjà partiellement solidifié. On nomme cette nouvelle technologie : processus de moulage par voie semi-solide [3].

Le moulage par voie semi-solide rencontre par ailleurs un obstacle majeur. En effet, le caractère dendritique de la solidification rend difficile l'écoulement de la pâte semi-solide dès que la fraction solide dépasse environ 20 à 30 % [4]. Les dendrites forment alors un réseau fortement interconnecté qui rend difficile la mise en forme. Il en résulte l'apparition de fissures et de ségrégation, ce qui n'est guère mieux que les problèmes liés à la mise en forme à l'état liquide. Pour contourner cette difficulté, le métal doit être agité lors de la solidification de façon mécanique ou électromagnétique pour briser les bras dendritiques et obtenir plutôt une microstructure globulaire dans la pâte semi-solide. Il en résulte ainsi un écoulement beaucoup plus aisé lors du remplissage des moules. Spencer et al. [5] ont été les premiers à démontrer que si un métal est agité constamment durant la solidification, la viscosité de sa pâte semi-solide est grandement diminuée par rapport à la viscosité du même métal semi-solide refroidi sans agitation. La Figure 1 présente une comparaison entre une microstructure dendritique obtenue à partir du moulage à l'état liquide et une microstructure globulaire obtenue par voie semi-solide suite à un brassage [6].

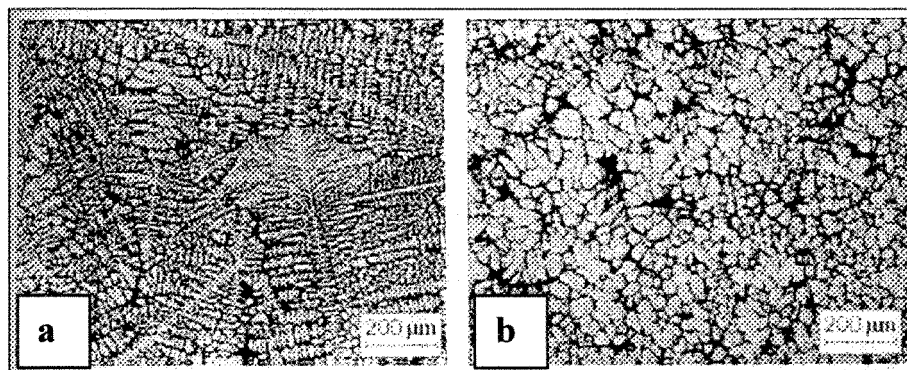


Figure 1: Microstructure d'un alliage d'aluminium A357 obtenu a) par moulage à l'état liquide classique et b) par voie semi-solide suite à un brassage électromagnétique [6]

Les avantages de l'utilisation du moulage par voie semi-solide sont nombreux. Le plus important est certainement l'amélioration des propriétés mécaniques des pièces moulées de cette façon. Cette augmentation des propriétés mécaniques s'explique grandement par la diminution des porosités dans le produit final. Comme le métal semi-solide entre dans le moule selon un régime laminaire, les tourbillons qui emprisonnent les bulles de gaz sont grandement diminués. De plus, la fraction solide élevée lors de l'injection permet d'obtenir une structure des pièces beaucoup plus homogène après la mise en forme. Un autre avantage très important relié à l'utilisation du semi-solide est la possibilité d'utiliser des alliages de corroyage dans le moulage sous pression plutôt que des alliages de fonderie. Cet avantage est très intéressant puisque les alliages de corroyage ont en général de meilleures propriétés mécaniques [7,8]. Ensuite, comme la température d'injection est beaucoup plus basse, le temps de résidence du métal dans le moule est plus bas et la durée de vie des moules est augmentée. De plus, le cycle de production étant plus court, la productivité est accrue. Le moulage par voie semi-solide se distingue aussi par la précision de contrôle et la reproductibilité du procédé qui sont améliorées. [9].

Bien que les procédés faisant intervenir l'aluminium semi-solide possèdent de nombreux avantages, ils ont aussi leurs inconvénients. La limitation principale vient certainement de la matière première particulière exigée pour ce procédé. En effet, comme le procédé exige une source ayant une microstructure non dendritique, le métal doit être spécialement préparé. Cette matière première est plus dispendieuse et peut être difficile à se procurer. De plus, comme c'est une technologie relativement nouvelle, elle requiert du

personnel qualifié dans ce domaine. Finalement, les compagnies voulant se convertir au moulage par voie semi-solide doivent investir et se doter d'équipements spécialisés [9].

2.1.2 Préparation de la pâte semi-solide

2.1.2.1 Thixomoulage

Pour obtenir la pâte semi-solide nécessaire au moulage, la première approche développée fut pour le thixomoulage. Ce procédé utilise une billette de métal solide qui a été préalablement traitée pour qu'une fois réchauffée, on retrouve la structure non dendritique désirée dans la pâte semi-solide. L'alliage initialement liquide est solidifié complètement de façon contrôlée pour donner une microstructure globulaire. Ensuite, la billette obtenue est conservée pour une utilisation subséquente. Quand vient le temps de mouler les pièces, la billette est réchauffée par induction dans la zone semi-solide pour être ensuite mise dans les presses [10]. La Figure 2a représente l'évolution de la température lors de la mise en forme par thixomoulage.

2.1.2.2 Rhéomoulage

Le rhéomoulage est le second procédé utilisé pour le moulage d'aluminium semi-solide. Il consiste à refroidir du métal liquide dans la zone semi-solide et à l'injecter directement dans le moule. Le métal liquide est refroidi légèrement en dessous du liquidus et est injecté

dans les moules sans étape de solidification intermédiaire. Le refroidissement est contrôlé pour obtenir la structure globulaire recherchée. La microstructure dépend grandement du taux de refroidissement ainsi que du taux de cisaillement appliqué. Différentes méthodes d'agitation existent pour obtenir la microstructure voulue, comme le brassage mécanique et le brassage électromagnétique [2]. La Figure 2b est une représentation schématique de l'évolution de la température pour le rhéomoulage.

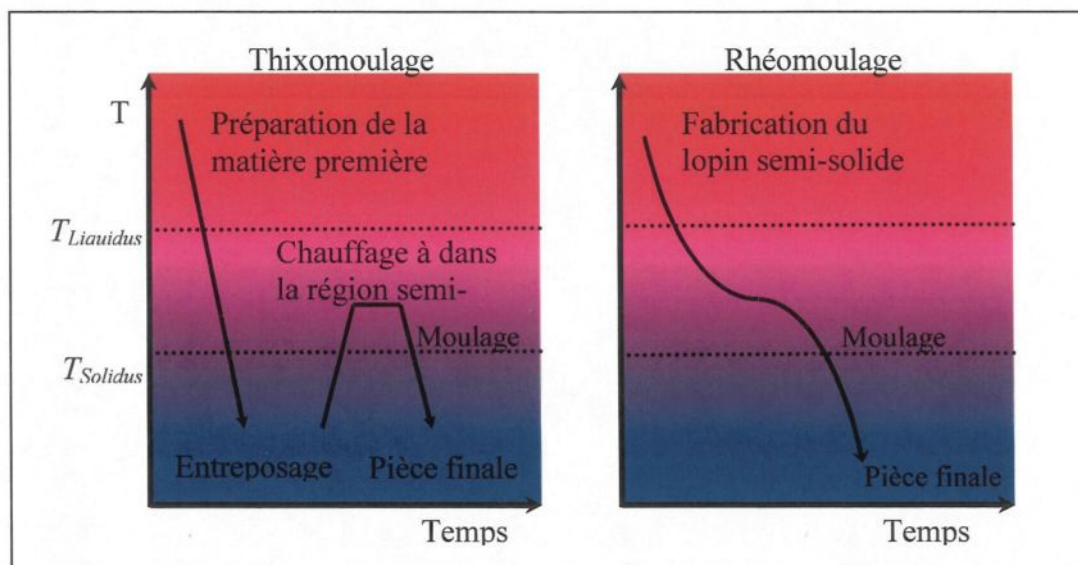


Figure 2 : Schéma représentant l'évolution de la température lors de la mise en forme par a) thixomoulage b) rhéomoulage.

2.1.2.2.1 Le procédé SEED

Récemment, une nouvelle méthode de mise en forme par semi-solide a été développée, le procédé SEED (Swirled Enthalpy Equilibration Device). Cette technologie brevetée par Alcan International Limited [11] est une variante du rhéomoulage et est dédiée

principalement au moulage de pièces de hautes performances. L'aluminium liquide, de composition et de température voulues, est versé dans un creuset d'acier. Lors du refroidissement, le creuset est agité. Le mouvement permet d'abord d'obtenir une structure globulaire, mais aussi de favoriser l'équilibre thermique. Un temps de repos suit où tout le système est immobile. Ensuite, une valve située au fond du creuset est ouverte pour drainer de l'aluminium liquide. Le drainage permet d'augmenter la fraction solide plus rapidement. Finalement, le lopin d'aluminium semi-solide est retiré du creuset et placé dans le moule. L'avantage principal du procédé SEED est qu'il ne requiert pas de contrôle de températures sophistiqué. Le creuset, d'une masse déterminée, absorbe une quantité définie de chaleur pour atteindre l'équilibre thermique. Le transfert de chaleur peut donc être aisément contrôlé par la masse et le matériau du creuset. La simplicité du procédé le rend plus économique. Le procédé SEED est décrit en détail dans plusieurs articles [12, 13]. La Figure 3 représente un schéma des différentes étapes nécessaires au rhéomoulage du procédé SEED.

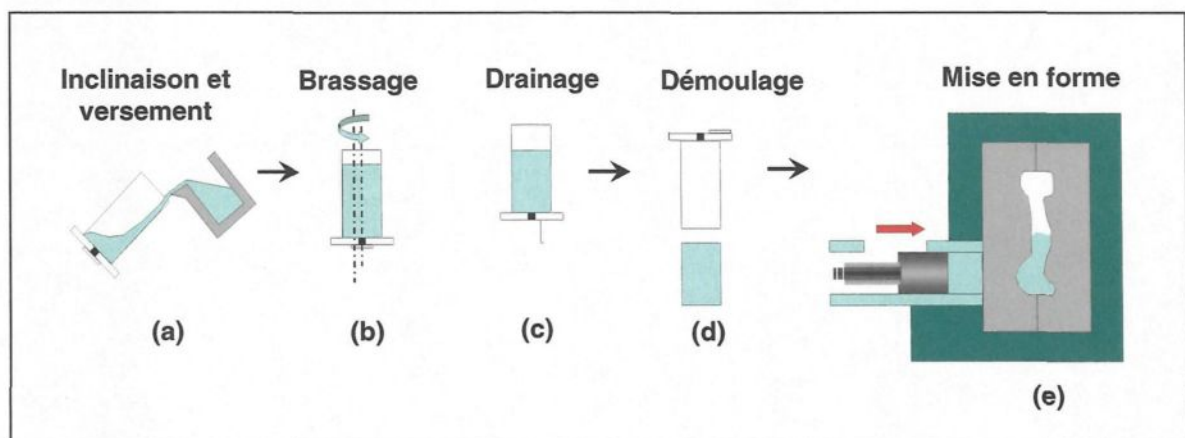


Figure 3 : Schéma présentant les différentes étapes du procédé SEED [14].

2.2 Méthode de caractérisation de la fraction solide de la pâte

2.2.1 Calorimétrie

2.2.1.1 Calorimètre à pression constante

La calorimétrie regroupe les techniques physiques existantes pour mesurer des quantités de chaleur. Le calorimètre est un système thermodynamique isolé qui n'échange pas d'énergie avec l'extérieur. Par contre, à l'intérieur du calorimètre plusieurs échanges thermiques peuvent survenir entre ses différentes composantes. Comme il n'y pas de pertes de chaleur avec l'extérieur, le bilan énergétique est toujours nul. Pour étudier des réactions mettant en jeu uniquement des phases liquides ou solides un calorimètre à pression constante doit être utilisé. Les échanges de chaleur sont alors proportionnels à la variation d'enthalpie des différentes composantes du calorimètre. La loi de la conservation d'énergie impose donc que la somme de la variation d'énergie de chacune des composantes du calorimètre soit égale à zéro :

$$\text{Équation 1} \quad \sum \Delta E_i = \sum m_i \Delta H_i = 0$$

Le calorimètre à pression constante le plus simple consiste en un récipient isolé, rempli d'eau. Lorsqu'une réaction, un échange de chaleur ou un travail se produit dans le

calorimètre, la température de l'eau varie. La mesure de la température de l'eau du calorimètre permet de calculer les échanges d'énergie à partir des équations classiques de thermodynamique.

2.2.1.2 Calorimètre à balayage différentiel

La calorimétrie à balayage différentiel est une méthode d'analyse qui permet d'étudier le comportement des matériaux lorsqu'ils sont soumis à des variations de température. Le calorimètre à balayage différentiel (CBD) le plus utilisé est celui à compensation de puissance. Il est composé de deux cellules, l'une sert de référence et l'autre contient l'échantillon à l'étude. Tous les deux sont soumis au même contrôle de température programmé. Lorsqu'il y a une réaction exothermique ou endothermique dans l'échantillon à l'étude, le CBD ajuste automatiquement l'énergie fournie à l'échantillon pour compenser l'énergie de la réaction. Le CBD mesure la différence de flux de chaleur à être fournie entre l'échantillon et la référence et cette mesure est directement proportionnelle au différentiel d'énergie de la réaction survenue dans l'échantillon. La Figure 4a montre un schéma d'un CBD à compensation de puissance. La Figure 4b est un exemple de courbe obtenue par cet appareil [15]. Elle représente la différence de flux fournie par l'appareil entre l'échantillon et la référence en fonction de la température. L'aspérité indique qu'une réaction s'est produite dans l'échantillon et que le flux de chaleur de l'appareil a dû être ajusté pour conserver la même température dans les deux cellules. L'aire sous la courbe de l'aspérité est proportionnelle à l'énergie de la réaction.

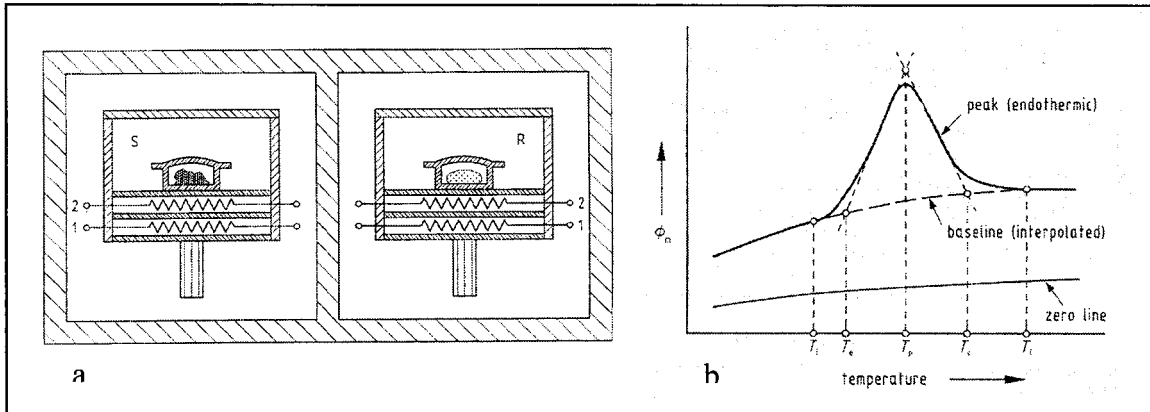


Figure 4 : a) Schéma représentant un CBD à compensation de puissance

b) exemple de courbe obtenue par une analyse au CBD [15]

Lors d'une réaction de solidification dans un CBD, le taux auquel l'énergie sort de l'échantillon est égale au taux de variation de son l'énergie interne. L'équation de conservation d'énergie peut être écrite comme suit [16] :

$$\text{Équation 2} \quad \frac{dE}{dt} = m \left(f_s c_{p,s} + (1 - f_s) c_{p,l} + \Delta H \frac{df_s}{dT} \right) \frac{dT}{dt}$$

Dans cette équation, le terme dE/dt est obtenu par le CBD et correspond au flux de chaleur qui est dégagé par l'échantillon. La variable m est la masse de l'échantillon, $c_{p,s}$ et $c_{p,l}$ sont les chaleurs spécifiques de la phase solide et de la phase liquide respectivement et ΔH est la chaleur latente de fusion par unité de masse. Le terme f_s est la fraction solidifiée. De plus, le taux de refroidissement est constant puisqu'il est fixé par l'appareil ($dT/dt = \dot{T}$).

Le seul terme inconnu dans cette équation est l'évolution de la fraction solide (df_s/dT) et il peut être calculé directement à partir de l'énergie dégagée. On obtient à partir de l'Équation 2:

Équation 3

$$df_s = \frac{1}{\dot{T}m\Delta H} \left(\frac{dE}{dt} \right) dT \Leftrightarrow \Delta f_s = 1 - f_s(T)$$

$$df_s = \frac{1}{\dot{T}m} \int_{T_s}^T \frac{1}{\Delta H} \left(\frac{dE}{dt} \right) dT$$

Si on suppose que la chaleur latente dégagée est proportionnelle à la fraction d'alliage solidifiée, on obtient :

Équation 4

$$f_s(T) = 1 - \frac{1}{m\Delta H} E(T)$$

Le terme $E(T)$ représente l'énergie dégagée depuis début de la solidification jusqu'à la température T , soit l'aire sous la courbe obtenue au CBD jusqu'à la température T d'intérêt. L'enthalpie totale de la réaction est donnée par ΔH , soit l'aire sous la courbe totale. Cette démarche se nomme la méthode des aires partielles. La supposition faite que la fraction solide est proportionnelle à la chaleur latente dégagée est seulement exacte pour des changements de phases où l'enthalpie du solide et du liquide est constante dans l'intervalle de solidification, ce qui se produit seulement pour la solidification de substances pures ou

pour des transformations eutectiques [17]. La méthode des aires partielles peut donc induire des erreurs dans les calculs. Elle a toutefois été utilisée dans de nombreux travaux, car elle procure une bonne estimation [16, 18]. Pour contourner ce problème, Larouche a proposé une démarche tenant compte de la variation d'enthalpie des phases [17].

Les échantillons utilisés dans le CBD sont très petits, quelques milligrammes, ce qui diffère des procédés commerciaux où de grandes masses de métal sont employées. Ce calorimètre ne reproduit donc pas fidèlement les conditions industrielles. De plus, les creusets utilisés dans la calorimétrie sont en général en équilibre thermique avec le métal en fusion alors que dans le procédé SEED, le creuset est initialement à la température de la pièce. Il en résulte des processus de germination bien différents entre le procédé SEED et ce calorimètre. Les résultats obtenus par une analyse avec un CBD se rapprochent donc plus des prédictions théoriques puisque les processus de solidification se font près de l'équilibre. Par ailleurs, la calorimétrie apporte des informations très utiles sur la solidification d'un alliage. Il est possible de déterminer les températures du liquidus et du solidus. De plus, il est intéressant et enrichissant de comparer les courbes d'enthalpie et de fraction solide obtenues par le CBD aux modèles théoriques et aux résultats obtenus par d'autres techniques expérimentales.

2.2.2 Échantillonnage

Cette technique utilise la trempe pour figer la microstructure de la pâte et permettre l'évaluation de la fraction solide en utilisant l'analyse d'images. Lorsque le métal est semi-solide, des échantillons sont prélevés et refroidis très rapidement. La partie qui était solide avant la trempe a une microstructure particulière. Ce sont des globules ou des rosettes de phase primaire et la trempe ne devrait pas, si elle procure un taux de refroidissement suffisamment rapide, modifier leur morphologie et leur grosseur. Par ailleurs, la partie qui était liquide se solidifie rapidement et forme de petites particules ayant une conformation allant de cellulaire à dendritique selon du taux de refroidissement pendant la trempe. Ensuite, les échantillons doivent être polis pour permettre une étude au microscope optique. La dernière étape consiste à mesurer, à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images, la surface de solide par rapport à la surface totale. Il représente la fraction solide. Des précautions doivent être prises pour examiner une surface suffisamment grande et représentative de l'échantillon. Cette technique est décrite abondamment dans la littérature [16, 19].

Il a été rapporté à plusieurs reprises que cette méthode pourrait surestimer le pourcentage de fraction solide par rapport aux modèles théoriques [19, 20, 21]. La phase liquide débiterait par se solidifier en s'agglomérant sur les globules déjà existants. Il y aurait donc un ajout de phase primaire sur les globules solides ce qui surestimerait la fraction solide réelle. De plus, la diffusion participerait au grossissement des globules solides pendant la trempe [22, 23]. La Figure 5 montre une comparaison entre les résultats

expérimentaux obtenus par de Figueredo et les modèles de Scheil et de solidification à l'équilibre [19]. On voit très bien sur cette figure que la fraction solide mesurée après une trempe par analyse d'images est plus élevée que les prédictions. Par contre, il est difficile de savoir dans quelle mesure cette surestimation provient vraiment de la démarche expérimentale. Il est en effet possible que la fraction solide réelle de la pâte soit supérieure aux prédictions théoriques et dans ce cas, les mesures de fraction solides seraient très près de la réalité.

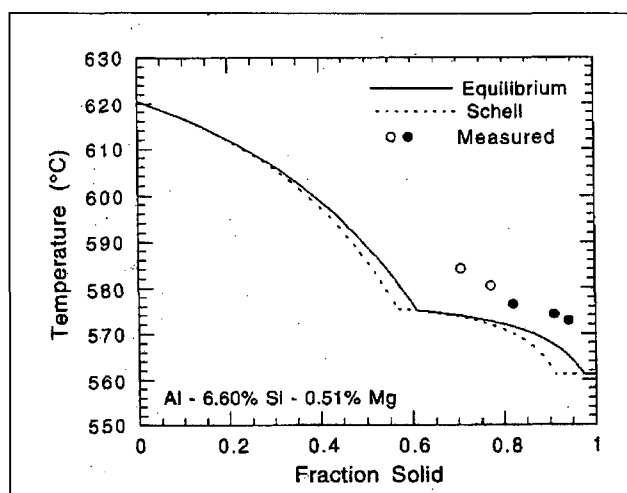


Figure 5 : Comparaison entre des mesures expérimentales faites sur un échantillon trempé et les modèles de Scheil et de solidification à l'équilibre [19].

Il est donc très important lors de l'emploi de cette méthode d'obtenir une trempe procurant un taux de refroidissement suffisamment élevé pour éviter ces problèmes. Il a été rapporté que pour un alliage d'aluminium - cuivre, le taux de refroidissement devait être supérieur à 80 K/s pour limiter les changements microstructuraux menant à une surestimation de la fraction solide et supérieure à 150 K/s pour éviter complètement une

surestimation [24, 25]. Cette technique permet, par ailleurs, de mesurer la fraction solide directement dans la pâte semi-solide, en cours de procédé. De plus, c'est la seule parmi les méthodes approchées dans le cadre de ces travaux, qui permet d'étudier la microstructure.

2.2.3 Analyse thermique

L'analyse thermique repose sur la mesure de la température lors de la solidification d'un métal liquide. À partir du bilan énergétique et des équations de transfert de chaleur, ces mesures de température permettent d'obtenir l'évolution de l'énergie du système à l'étude. Deux méthodes sont décrites dans la littérature pour réaliser une analyse thermique, soit la méthode de Newton et celle de Fourier.

2.2.3.1 Analyse de Newton

La première méthode suppose un refroidissement newtonien [26, 27, 28]. L'hypothèse est faite que le gradient thermique dans l'échantillon est faible et sa valeur limite est fixée par le nombre de Biot, ce concept sera abordé ultérieurement. On suppose aussi que les pertes de chaleur se produisent par convection à la paroi du moule, qui est à une température uniforme. Le système utilisé dans cette méthode inclut le lopin d'aluminium et le creuset. La Figure 6 montre le système utilisé ainsi que le profil de température. Le bilan énergétique s'écrit comme suit [29] :

Équation 5 $\dot{E}_{st} = \dot{E}_{in} - \dot{E}_{out}$

Équation 6 $\rho c_p V \frac{\partial T}{\partial t} - \Delta H \rho V \frac{df_s}{dt} = hA(T - T_\infty)$

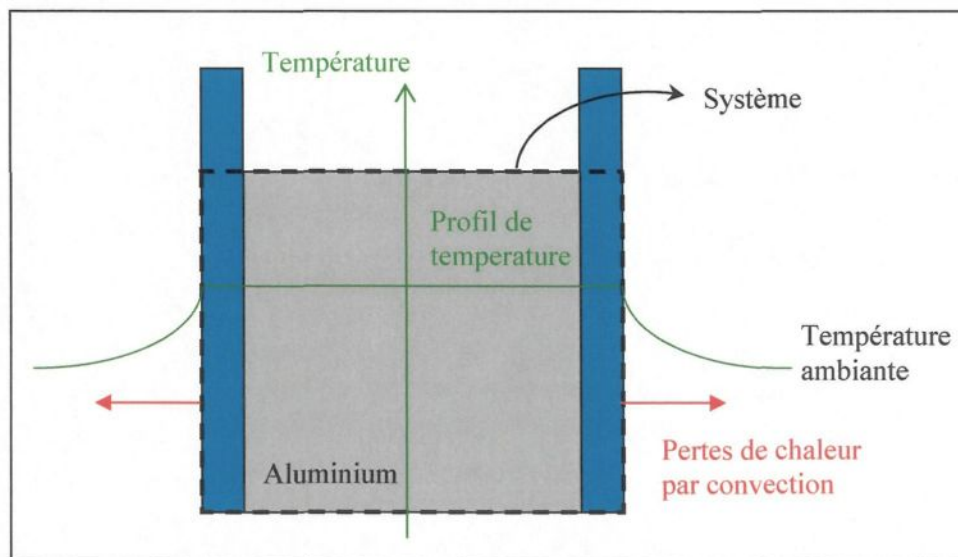


Figure 6 : Système (montré en pointillé) utilisé dans l'analyse de Newton et profil de la température

Les pertes de chaleur sont représentées par le terme $hA(T-T_\infty)$ qui correspond à la convection à la paroi du creuset. Habituellement dans la littérature, la valeur numérique de ce terme est trouvée en utilisant la méthode de la courbe de base. La courbe de base est la définition théorique d'une courbe de refroidissement du métal qui ne subirait pas de transformation de phases. Elle est utilisée pour isoler la chaleur latente de fusion. Pour la méthode de Newton, elle est trouvée graphiquement. Il y a plusieurs démarches pour

l'obtenir, mais elles consistent toutes à interpoler la courbe de refroidissement du lopin entre le début et la fin de la solidification, comme le montre la Figure 7 [30].

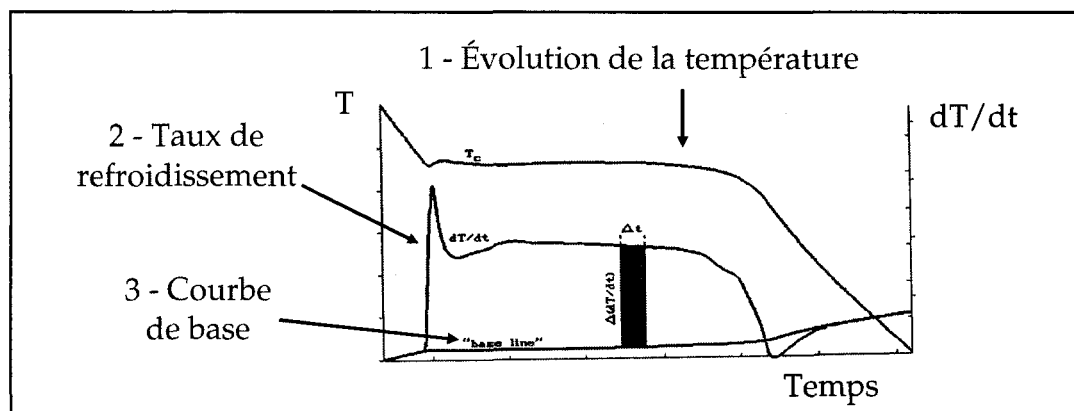


Figure 7 : Schéma représentant l'analyse thermique selon la méthode de Newton [30].

L'enthalpie totale de la réaction est proportionnelle à l'aire entre la courbe de refroidissement et la courbe de base.

$$\text{Équation 7} \quad \Delta H = c_p \int_{t_s}^{t_f} \left(\frac{\partial T}{\partial t} - \frac{hA(T - T_\infty)}{\rho V c_p} \right) dt$$

La fraction solide est ensuite trouvée en supposant que la fraction solidifiée est égale à la division de l'énergie dégagée depuis le début de la réaction par l'énergie totale de la réaction.

$$\text{Équation 8} \quad f_s = \frac{\Delta H_i}{\Delta H} = \frac{c_p}{\Delta H} \int_{t_s}^{t_f} \left(\frac{\partial T}{\partial t} - \frac{hA(T - T_\infty)}{\rho V c_p} \right) dt$$

Dans l'analyse de Newton classique, deux conditions doivent être respectées pour s'assurer que les hypothèses de départ sont valides. D'abord, cette méthode exige que le creuset et l'aluminium se trouvent en l'équilibre thermique dès le début de la prise de mesures. Ainsi, le régime stationnaire est atteint immédiatement et on évite que le creuset absorbe de l'énergie à la manière d'un condensateur. Pour atteindre cette exigence en laboratoire, le creuset est préchauffé avant qu'il ne soit rempli d'aluminium liquide. Un creuset ayant une faible capacité calorifique doit aussi être choisi. Ensuite, il est nécessaire de s'assurer que l'hypothèse faite que le gradient thermique dans le lopin est faible est valable. Les creusets utilisés en analyse thermique sont donc étroits pour minimiser le gradient. Le critère utilisé pour s'assurer que le gradient thermique est faible repose sur le nombre de Biot. C'est un nombre adimensionnel représentant le rapport entre la convection à la paroi et la conduction dans le lopin. Il a été établi que si ce nombre est inférieur à 0,1, le gradient thermique est assez faible pour qu'on le néglige. Plus d'explications sur la signification du nombre de Biot sont données à la section 3.2.6 - Résolution par la méthode des capacités concentrées.

2.2.3.2 Analyse de Fourier

Dans l'analyse de Fourier, le système à l'étude est uniquement le lopin d'aluminium. Le volume de contrôle du système se trouve donc sur la paroi externe du lopin, comme il est montré à la Figure 8. De la loi de la conservation d'énergie, on obtient que le taux à

laquelle l'énergie est emmagasinée dans ce système (\dot{E}_{st}) est égal à la différence entre les taux d'énergie qui entre (\dot{E}_{in}) et qui sort (\dot{E}_{out}) [31] :

Équation 9
$$\dot{E}_{st} = \dot{E}_{in} - \dot{E}_{out}$$

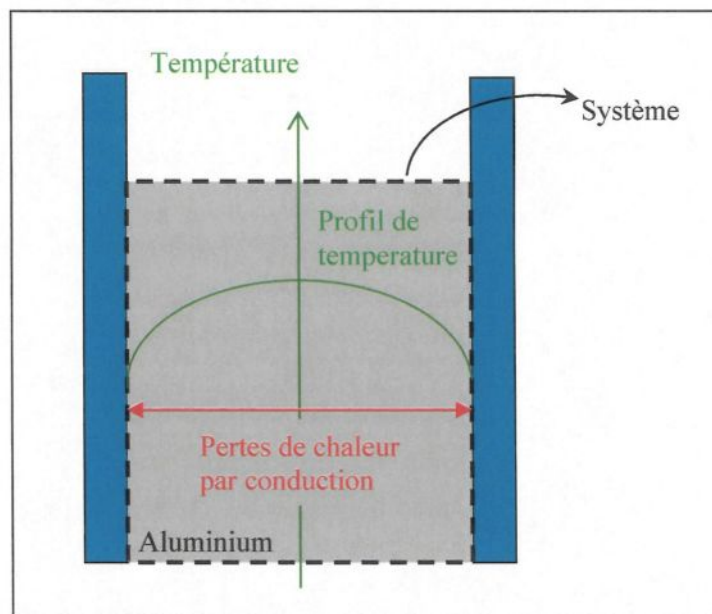


Figure 8 : Système (montré en pointillé) utilisé dans l'analyse de Fourier et profil de température.

Si on suppose qu'il y a des pertes de chaleur uniquement par conduction dans le lopin, on obtient l'équation de chaleur (Équation 10). On fait aussi l'hypothèse que la conductivité thermique de l'aluminium est indépendante de la température [32].

$$\text{Équation 10} \quad \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} - \Delta H \rho \frac{df_s}{dt} = k_a \nabla^2 T$$

Dans cette équation, ρ , c_p et k_a sont respectivement la densité, la chaleur spécifique et la conductivité thermique de l'aluminium. On peut utiliser cette technique d'analyse uniquement si un gradient de température est présent dans le lopin. Le terme $\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t}$ est le taux de changement de l'énergie interne de l'aluminium. Le terme $\Delta H \rho \frac{df_s}{dt}$ représente l'énergie dégagée par la solidification du métal. Finalement, le terme $k_a \nabla^2 T$ correspond aux pertes de chaleur par conduction. Expérimentalement, on mesure la température au moins à deux endroits dans le lopin. On peut ensuite calculer le taux de refroidissement de l'aluminium ($\partial T / \partial t$). Les mesures de température permettent aussi de calculer la dérivée seconde de la température par rapport à l'espace dans le lopin. Fras et al. [33] ont utilisé une approximation polynomiale de degré 2 pour modéliser le profil de température. Pour un cylindre de longueur unitaire dont les pertes de chaleur ne se produisent que de façon radiale, le Laplacien s'écrit alors comme suit :

$$\text{Équation 11} \quad \nabla^2 T = \frac{4(T_2 - T_1)}{r_2^2 - r_1^2}$$

Dans cette équation, T_1 , T_2 , r_1 et r_2 sont respectivement les mesures de température des deux thermocouples et la distance à laquelle ils se trouvent du centre. Dans l'Équation 10, il

ne reste plus comme inconnu que le terme relié à la solidification du métal. La première étape de la démarche présentée dans la littérature pour calculer la fraction solide, est de trouver l'énergie totale reliée au changement de phase, qui est égal à :

$$\text{Équation 12} \quad \Delta H = \int_{t_s}^{t_l} \left(c_p \frac{\partial T}{\partial t} - \frac{k_a}{\rho} \nabla^2 T \right) (t) dt$$

Les variables t_l et t_s sont les temps où débute et se termine la solidification. La fraction solide peut être finalement trouvée en faisant l'hypothèse que la chaleur latente de chacune des phases est la même. La fraction solide au temps t est alors égale à la chaleur latente dégagée au temps t , ΔH_i , divisée par la chaleur latente totale, ΔH :

$$\text{Équation 13} \quad f_s = \frac{\Delta H_i}{\Delta H} = \frac{1}{\Delta H} \int_{t_s}^t \left(c_p \frac{\partial T}{\partial t} - \frac{k_a}{\rho} \nabla^2 T \right) (t) dt$$

Le concept de courbe de base est aussi présent dans l'analyse de Fourier. Par contre, contrairement à l'analyse de Newton, la courbe de base n'est pas estimée, mais elle est plutôt calculée à partir du gradient thermique présent dans le lopin. Par ailleurs, la courbe de base qui est tracée est utilisée afin de déterminer le début et la fin de la solidification en identifiant le moment où la courbe de refroidissement diverge de la courbe de base.

2.2.3.3 Avantages et inconvénients

L'utilisation de la démarche de la courbe de base en analyse thermique est discutable, autant pour la méthode de Newton que pour celle de Fourier. Comme la courbe de base peut être tracée de différentes façons, les résultats peuvent varier beaucoup. Il faut donc être très prudent avec cette méthode et vérifier l'exactitude des résultats obtenus. De plus, Barlow et Stefanescu ont fait ressortir le fait que la courbe de base est très dépendante du choix du début et de la fin de la solidification [34]. Par ailleurs, il est intéressant de remarquer que pour déterminer la fraction solide avec la méthode de Newton, il n'est pas nécessaire de connaître la chaleur spécifique de l'alliage. Cette méthode est donc utilisée lorsque les propriétés thermiques des alliages ne sont pas connues. Contrairement à la méthode de Newton, la démarche de Fourier tient compte de la variation des propriétés thermiques et physiques des alliages avec la température. D'après Emadi [31], cette démarche serait plus précise et plus juste que la méthode de Newton. Selon ses résultats, la chaleur latente de fusion et la fraction solide calculées avec la démarche de Fourier seraient plus près des valeurs théoriques déjà rapportées dans la littérature que les résultats obtenus à partir de la méthode de Newton. Bien entendu, ces résultats sont valides pour les conditions expérimentales qu'il a utilisées et rien n'indique que la démarche de Fourier est toujours supérieure à la démarche de Newton. Les deux méthodes ont leurs avantages et leurs limitations. Le choix de l'utilisation de l'analyse de Newton ou de Fourier doit donc être fait judicieusement en s'assurant de faire les bonnes hypothèses de départ. L'analyse thermique demeure tout de même un outil d'analyse puissant et simple d'utilisation.

3

THÉORIE

3.1 Solidification

L'étape de solidification est très importante lors de la mise en forme des métaux. En effet, les conditions de refroidissement ont un impact direct sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques de la pièce finale. La solidification d'un métal passe par deux étapes importantes. D'abord, elle est initiée par la germination qui consiste en la formation de grappes d'atomes et de germes solides. Ensuite, ces germes vont croître aux dépens du liquide, jusqu'à solidification complète du matériau.

3.1.1 Germination

3.1.1.1 Gémination homogène

Dans le métal liquide, les atomes sont en mouvement continu et se déplacent librement les uns par rapport aux autres. Il existe par contre une probabilité que quelques atomes se regroupent momentanément en une structure cristalline pour former un petit

amas solide. Lorsque la température est supérieure à la température de fusion du métal, ces amas instables se défont instantanément. Si par contre, la température est inférieure au liquidus, leur création abaisse l'énergie libre du système et ils forment alors des germes solides stables. Ce type de processus se nomme germination homogène : il y a absence de sites de germination, les germes se forment à l'intérieur de la phase liquide [35,36].

Il est possible d'évaluer l'énergie requise pour former ce genre de germes. Considérons un volume de liquide qui se trouve à une température ΔT sous la température de fusion (T_f). Il est possible dans ce volume que des atomes se regroupent pour former une sphère solide. La Figure 9 est un schéma représentant cette situation.

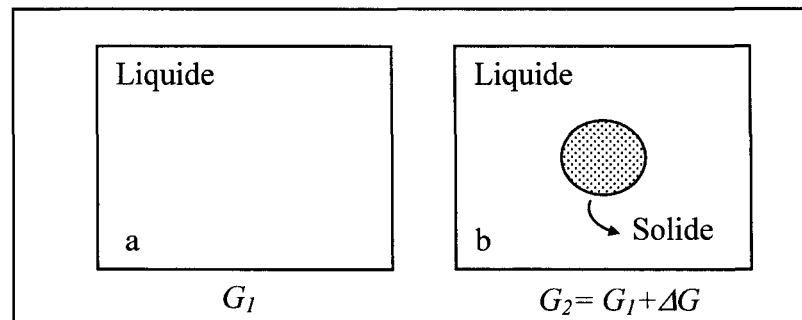


Figure 9 : Germe solide résultant de la germination homogène dans le liquide [36]

La variation d'énergie libre du système associée à la formation de ce germe solide provient de l'énergie dégagée lors de la formation du volume du germe ($V_s \Delta G_v$ où V_s est le volume et ΔG_v l'énergie libre de formation) et de l'énergie requise pour former la nouvelle surface ($A_{SL} \gamma_{SL}$ où A_{SL} est l'aire et γ_{SL} l'énergie de surface).

$$\text{Équation 14} \quad \Delta G = G_2 - G_1 = -V_s \Delta G_v + A_{SL} \gamma_{SL}$$

$$\text{Où, } \Delta G_v = (G_v^L - G_v^S)$$

Par ailleurs, il est démontré dans la littérature que si la surfusion (ΔT) est faible, le terme ΔG_v est donné par l'équation suivante [36] :

$$\text{Équation 15} \quad \Delta G_v = \frac{\Delta H_v \Delta T}{T_f}$$

Dans cette équation, ΔH_v est la chaleur latente de fusion par unité de volume. Finalement, si on suppose que le germe formé est une sphère de rayon r , le volume et l'aire de cette sphère sont connus et l'Équation 14 devient :

$$\text{Équation 16} \quad \Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_v + 4\pi r^2 \gamma_{SL}$$

Si la température est en dessous de T_f , le terme ΔG_v est toujours positif et donc, la formation d'un volume a une contribution négative sur l'énergie du système. Par contre, la formation de la nouvelle surface augmente l'énergie libre du système. L'évolution de l'énergie libre totale du système en fonction du rayon du germe est présentée à la Figure 10. Cette figure montre aussi la contribution due à la formation du volume solide et celle due à la formation de la surface.

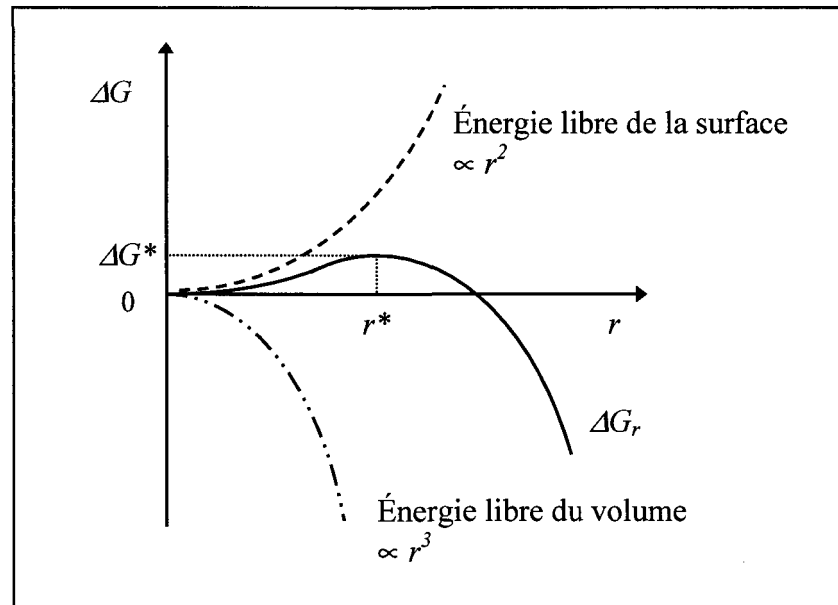


Figure 10 : Variation de l'énergie libre du système suite à la formation d'un germe solide de rayon r [36]

Comme on peut le voir sur la figure, à partir d'un rayon critique (r^*), l'énergie libre du système diminue de façon importante avec l'augmentation de r . Donc, si un germe solide atteint ce rayon critique, il continuera à croître pour abaisser l'énergie du système. Par contre, tous les amas d'atomes n'ayant pas ce rayon critique sont instables et vont se dissoudre, puisque l'énergie du système sera ainsi minimum.

3.1.1.2 Gémination hétérogène

La germination homogène ne se produit que dans des situations exceptionnelles puisqu'elle nécessite un métal très pur et aucune germination à la paroi des moules. C'est

plutôt une approche théorique pour expliquer la formation des germes. En réalité, les germes se forment en général à la surface d'un substrat (moule, impureté, particules solides, etc.). C'est alors le processus de germination hétérogène qui se produit [35, 36].

Dans le cas de la germination hétérogène, le germe est assimilable à une calotte sphérique à la surface d'une paroi, comme le montre la Figure 11.

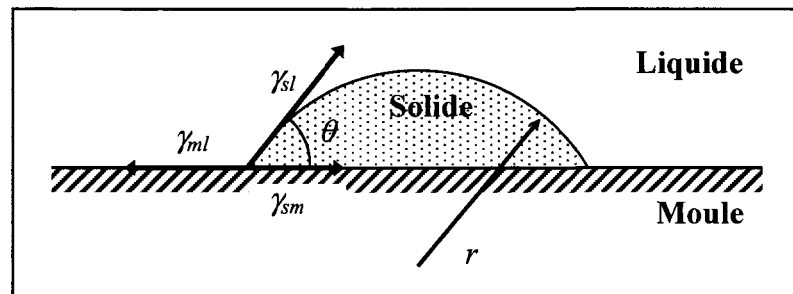


Figure 11 : Germination hétérogène d'une calotte sphérique à la surface d'une paroi [36]

Les termes γ_{ml} , γ_{sm} et γ_{sl} sont associés aux énergies d'interfaces moule/liquide, solide/moule et solide/liquide respectivement. L'énergie de surface de cette calotte sera minimisée si les composantes parallèles au moule des vecteurs d'énergie de surface sont en équilibre, c'est-à-dire si :

$$\text{Équation 17} \quad \gamma_{ml} = \gamma_{sm} + \gamma_{sl} \cos \theta$$

L'énergie de formation d'un germe de ce type peut être trouvée de la même façon que pour un germe sphérique homogène, la seule différence provient de l'énergie de surface associée au germe :

$$\text{Équation 18} \quad \Delta G_{\text{hétérogène}} = -V_s \Delta G_v + A_{sl} \gamma_{sl} + A_{sm} \gamma_{sm} - A_{ml} \gamma_{ml}$$

Il y a maintenant trois énergies de surface impliquées dans la formation du germe. L'énergie de surface entre le germe solide et la phase liquide ($A_{sl} \gamma_{sl}$) et celle entre le germe solide et le moule ($A_{sm} \gamma_{sm}$) augmente l'énergie libre du système, tandis que l'énergie surface détruite entre le moule et la phase liquide ($A_{ml} \gamma_{ml}$) a une contribution négative sur la variation d'énergie libre. L'Équation 18 peut être écrite en fonction de l'angle de contact. La démonstration nécessaire pour obtenir cette équation est faite dans la littérature [36].

$$\text{Équation 19} \quad \Delta G_{\text{hétérogène}} = \left(-\frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_v + 4 \pi r^2 \gamma_{SL} \right) S(\theta)$$

$$\text{Où } S(\theta) = (2 + \cos \theta)(1 - \cos \theta)^2 / 4$$

On retrouve dans cette expression le même terme que pour une germination homogène, seul un facteur qui est fonction de l'angle de contact ($S(\theta)$) diffère. La germination hétérogène a donc pour effet d'abaisser la barrière d'énergie ($0 \leq S(\theta) \leq 1$) que les amas d'atomes doivent franchir pour devenir des germes et croître, comme on le voit sur la Figure 12.

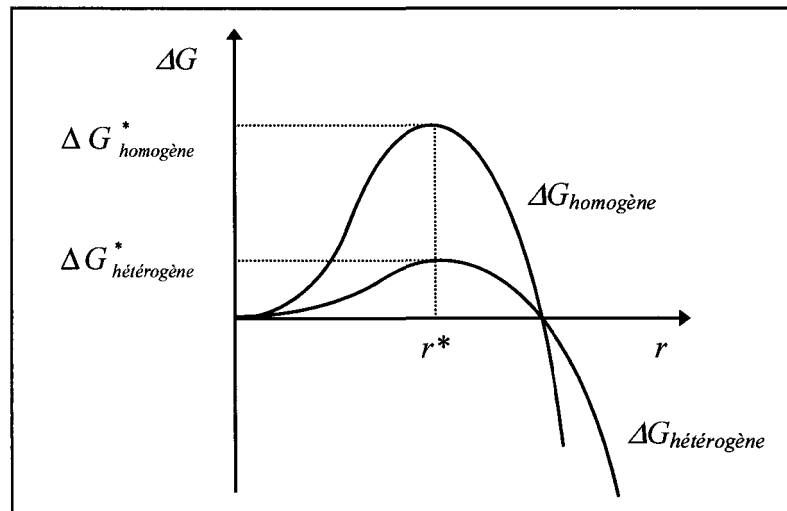


Figure 12 : Comparaison de la variation d'énergie libre de germinations homogènes et hétérogènes [36]

Lorsqu'un métal en fusion est versé dans un moule froid, la germination hétérogène à la surface du moule domine. Comme la température du moule est bien en deçà de la température du liquidus du métal, la couche qui est en contact avec le moule se refroidit extrêmement rapidement et il y a une germination très abondante. En fait, plus la chaleur est extraite rapidement et plus le nombre de germes augmente. Le taux de germination dépend alors des températures du moule et du métal liquide et aussi de leurs propriétés thermiques [37]. Lors du versement de l'aluminium liquide sur la paroi du creuset SEED, il se forme donc un nombre élevé de germes. Dans les premiers instants, la température est légèrement supérieure à la température de liquidus, alors certains de ces germes vont

refondre. Par contre, un certain nombre d'entre eux vont survivre et croître. La paroi froide du moule crée donc, dès les premiers instants, un fort déséquilibre du système.

3.1.2 Solidification des alliages

Lorsque la surfusion est suffisante et que des germes solides atteignent le rayon critique, la solidification débute. Différentes microstructures peuvent se former au cours de du refroidissement, mais la croissance des grains est toujours régie par les processus d'extraction de la chaleur et la redistribution des solutés. Il existe plusieurs types de réactions de solidification, mais ne seront abordées ici que les plus pertinentes à ce projet de recherche. Le cas le plus simple où le front de solidification est planaire sera d'abord étudié. Ensuite, la croissance des structures cellulaires et dendritiques sera aussi abordée.

3.1.2.1 Solidification planaire

La solidification d'un alliage est complexe et dépend de plusieurs facteurs. Par contre, il est pertinent de simplifier le problème en faisant quelques hypothèses pour mieux comprendre les phénomènes en jeu. Il est d'abord possible d'idéaliser le diagramme de phase d'un alliage binaire en supposant que le solidus et le liquidus sont des segments de droite, comme le montre la Figure 13. Le rapport X_s/X_L (X_s et X_L sont les concentrations des phases solide et liquide) se nomme coefficient de partition (k_p). Sur ce diagramme idéalisé, il est constant. Ensuite, présumons que le refroidissement se fait en une dimension selon l'axe d'une barre et que l'interface entre la partie solidifiée et la phase liquide est planaire.

Dans la littérature, deux cas limites sont souvent étudiés pour ce type de système. D'abord, le cas de la solidification à l'équilibre, où le refroidissement est assez lent pour permettre la diffusion complète dans le solide et dans le liquide. Le deuxième cas suppose qu'il n'y a pas de diffusion dans le solide, mais une diffusion complète dans le liquide, c'est le modèle proposé par Scheil.

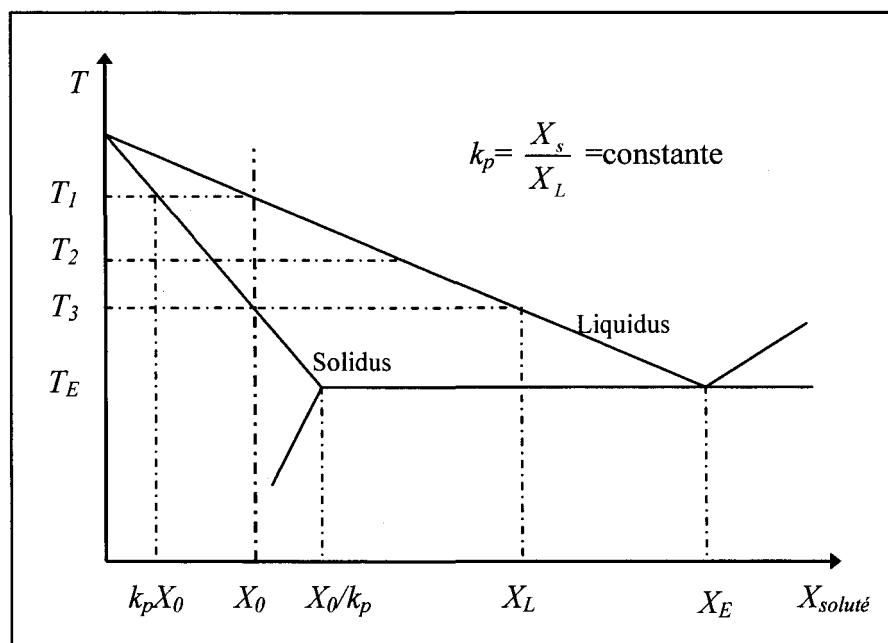


Figure 13 : Diagramme de phase hypothétique d'un alliage binaire [36].

Pour le premier cas où la diffusion est complète, la solidification débute à T_1 . Le premier germe formé a alors la composition $k_p X_0$. Lorsque la température diminue (T_2), la phase solide prend de l'ampleur. La diffusion permet la redistribution des solutés dans la phase solide et dans la phase liquide, ainsi, la composition est homogène dans chacune des phases. La composition et le pourcentage des phases solide et liquide sont simplement

donnés par la règle des bras de levier. Une fois la solidification complétée, à une température T_3 , toute la barre a la composition X_0 . La Figure 14 représente cette situation.

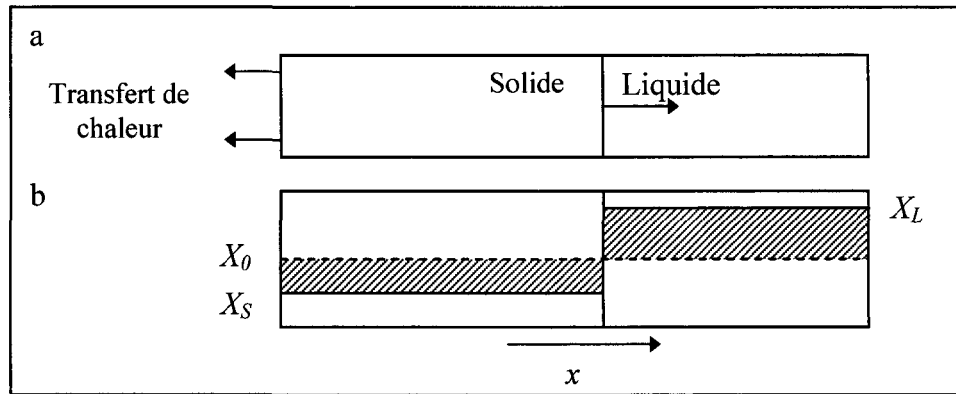


Figure 14 : Solidification à l'équilibre. a) Transfert de chaleur unidirectionnel et front de solidification planaire. b) Évolution du profil de concentration [36]

Le refroidissement est habituellement trop rapide pour permettre la diffusion dans la phase solide. Ainsi, le modèle de Scheil est plus réaliste puisqu'il considère qu'il n'y a pas de diffusion des atomes dans la partie déjà solidifiée. Par contre, la diffusion est parfaite dans le liquide. Le premier germe solide à se former lorsque la température atteint T_1 a une concentration de $k_p X_0$. Tout au long de la solidification, l'interface solide/liquide doit être à l'équilibre, ce qui implique que la concentration de chaque nouvelle couche de solide soit X_S et que la concentration du liquide soit de X_L . Par contre, comme il n'y a pas de diffusion dans le solide, chaque couche de solide conserve la concentration qu'elle avait lors de sa formation, ce qui donne lieu à de la microségrégation. De plus, comme la valeur de X_S augmente sans cesse, la valeur moyenne de la concentration dans le solide (\bar{X}_S) sera

toujours inférieure à X_s . La ligne pointillée de la Figure 15 montre l'évolution de la valeur moyenne de la concentration en soluté dans le solide. Il en découle que la concentration du liquide peut devenir supérieure à X_0/k_p et peut même atteindre la concentration eutectique X_E . La dernière partie de solide se forme lorsque la température atteint T_E . Il y a alors une réaction eutectique où toute la partie liquide restante se solidifie instantanément avec une composition X_E et la composition moyenne de tout le solide est de X_0 . L'évolution du profil de concentration est présenté à la Figure 16. Le calcul de l'évolution de la composition des phases solide (X_s) et liquide (X_L) est fait abondamment dans la littérature pour obtenir les équations de Scheil [36, 38, 39]. La démonstration ne sera pas reprise ici, mais on obtient :

$$\text{Équation 20} \quad X_s = k_p X_0 (1 - f_s)^{(k_p - 1)} \quad X_L = X_0 f_L^{(k_p - 1)}$$

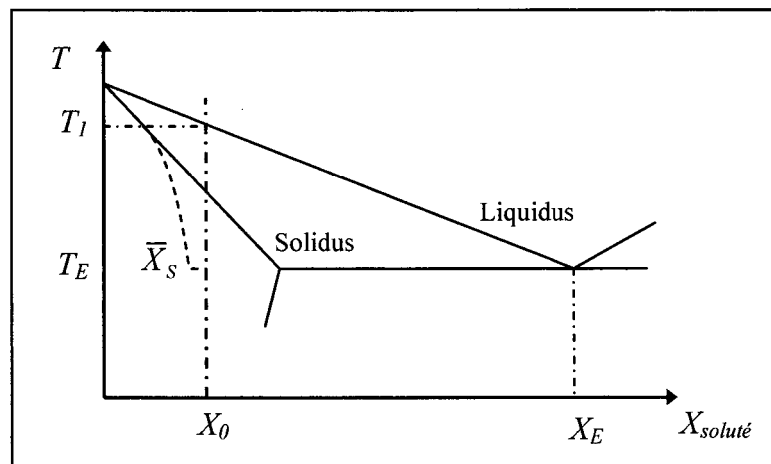


Figure 15 : Diagramme de phase hypothétique d'un alliage binaire. L'évolution de la composition moyenne du solide selon le modèle de Scheil [36].

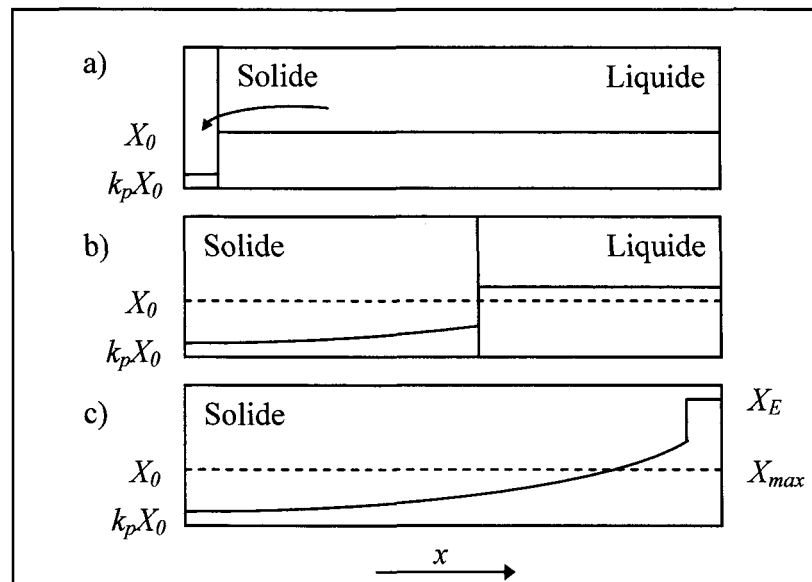


Figure 16 : Évolution des profils de concentration selon Scheil. [36] a) avant le début de la solidification b) pendant la solidification c) lorsque la solidification est complétée

Ces deux modèles théoriques sont fréquemment utilisés pour prédire l'évolution de la fraction solide en fonction de la température. Plusieurs livres de référence les expliquent en détail [36, 39]. La Figure 17 présente l'évolution de la fraction solide en fonction de la température pour un alliage de A356 selon le modèle de solidification à l'équilibre et le modèle de Scheil. Ces courbes ont été calculées avec le logiciel ThermoCalc pour un alliage A356 (Al - 7,2 % Si - 0,4 % Mg - 0,2 % Fe) [40]. Les explications concernant les simulations réalisées avec le logiciel Thermo-Calc seront apportées plus loin au chapitre 4 – Simulations numériques.

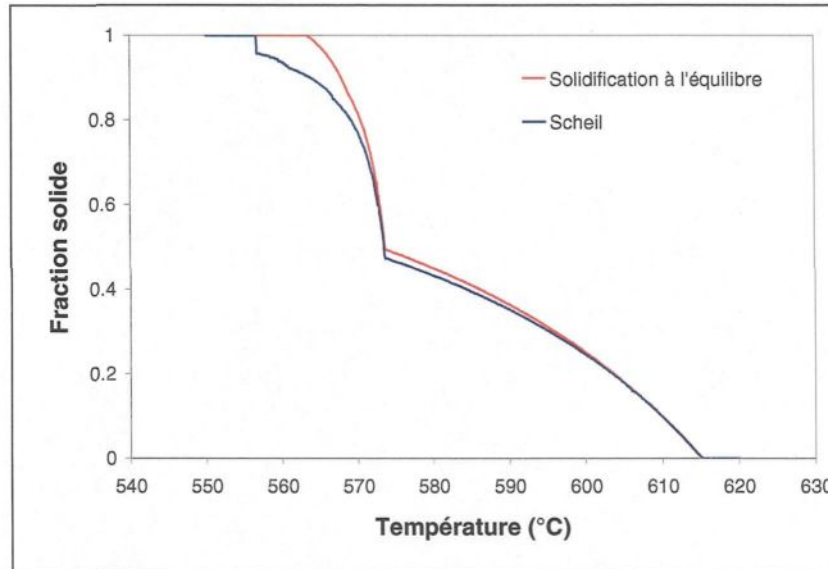


Figure 17 : Évolution de la fraction solide en fonction de la température selon le modèle de solidification à l'équilibre et le modèle de Scheil [40]

3.1.2.2 Solidification cellulaire et dendritique

En pratique, un front planaire de solidification est très difficile à obtenir. Il s'observe seulement en laboratoire avec des conditions particulières de solidification. C'est pourquoi il est plus fréquent d'observer une solidification cellulaire ou dendritique. Lorsque la germination débute, il y a aussitôt un rejet de soluté dans le liquide. La zone en tête du front de solidification est alors enrichie en soluté et il y a une surfusion locale. Ces conditions créent une instabilité à l'interface et toute protubérance a tendance à croître plus rapidement que le front de solidification. Comme la tête de la protubérance se trouve dans une région de surfusion plus grande, elle a une force motrice plus importante et sa vitesse de croissance augmente. L'aspérité qui se forme rejette alors du soluté latéralement et modifie

les conditions de l'interface solide/liquide à sa base. La croissance d'autres aspérités dans son voisinage est alors favorisée. Par la suite, les protubérances se développent en longs bras cellulaires [35, 41]. La Figure 18 montre le développement d'une structure cellulaire à partir d'un front planaire de solidification.

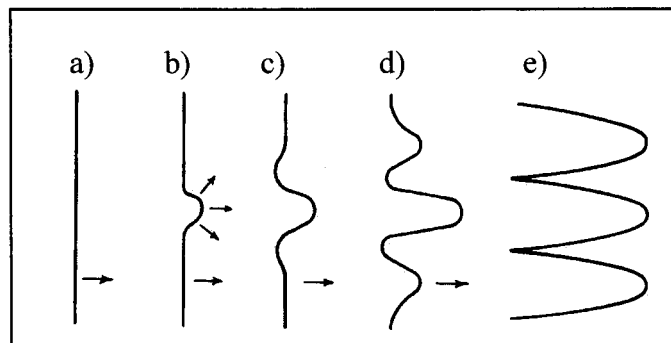


Figure 18 : Croissance de bras cellulaires à partir d'un front de solidification planaire [36].

La croissance de bras cellulaires est stable seulement pour un certain intervalle de gradient de température. Très souvent, il y a aussi des instabilités sur la surface latérale des bras cellulaires. Il se forme alors des bras secondaires. Il peut même avoir apparition de bras tertiaires. Les mécanismes régissant la formation de ses bras sont les mêmes que pour la formation de cellules, un rejet de soluté augmente la surfusion à l'interface et toute protubérance a tendance à croître plus rapidement. Ce phénomène donne naissance à des structures arborescentes qu'on nomme dendrites.

L'évolution de la microstructure vers une forme cellulaire ou en dendritique lors de la solidification dépend de plusieurs facteurs. Par ailleurs, les deux paramètres qui ont le plus d'influence sont la vitesse du front de solidification (u) et le gradient de température (G).

Dans la littérature, il est souvent question du taux de refroidissement (\dot{T}), qui est simplement le produit de la vitesse du front et du gradient ($\dot{T} = uG$). Kurz et Fisher [38] ont présenté une figure qui montre la morphologie des cellules ou des dendrites en fonction de la vitesse du front de solidification pour un gradient thermique donné (Figure 19). Cette figure montre aussi l'évolution de la distance interdendritique primaire (λ_1) et du rayon de courbure à la tête de la cellule ou de la dendrite (R). Lorsque le taux de refroidissement est très faible, λ_1 est nulle et le front de solidification est pratiquement plat. À partir d'un certain taux de refroidissement, il y a apparition de cellules émoussées. Lorsque le refroidissement s'accélère, les cellules deviennent de plus en plus fines jusqu'à ce que les dendrites prennent forme et remplacent celles-ci. Les dendrites s'affinent aussi avec une augmentation du refroidissement. Finalement, lorsque la solidification se fait très rapidement, les dendrites disparaissent et sont plutôt remplacées un front de solidification plat.

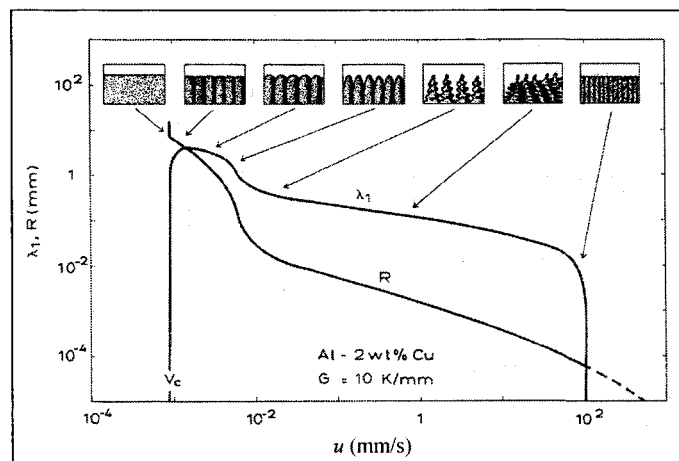


Figure 19 : Évolution de la microstructure en fonction de la vitesse du front de solidification [38]

Comme il a été mentionné précédemment, se sont la vitesse du front de solidification (u) et le gradient de température (G) qui régissent principalement la microstructure. La Figure 20 montre les différentes microstructures pouvant se former en fonction de ces deux paramètres. Le taux de refroidissement ($\dot{T} = uG$) agit sur la taille de la microstructure formée alors que le quotient du gradient thermique sur la vitesse du front de solidification (G/u) influence la morphologie de la microstructure. Donc, en se déplaçant du coin inférieur gauche au coin supérieur droit de la Figure 20, la microstructure passe de grossière à très fine, mais la morphologie des particules reste la même ($G/u = \text{constante}$). Par ailleurs, par un déplacement du coin supérieur gauche vers le coin inférieur droit, il est possible d'observer un changement de morphologie, allant de dendritique, cellulaire et planaire, sans modification de la taille des particules ($\dot{T} = uG = \text{constante}$).

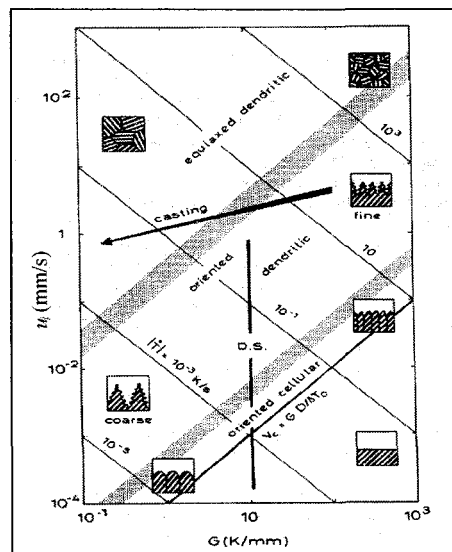


Figure 20 : Résumé des différents types de microstructure pouvant se développer en fonction des conditions de refroidissement [38].

La taille des particules formées dépend du taux de refroidissement selon une loi exponentielle. Fréquemment dans la littérature, la relation suivante est proposée [38] :

$$\text{Équation 21} \quad \lambda = B\dot{T}^{-n}$$

Dans cette équation, λ est la taille de la cellule formée ou la distance entre les bras dendritiques. B et n sont des constantes qui varient en fonction de l'alliage. La Figure 21 montre cette relation pour des alliages d'aluminium.

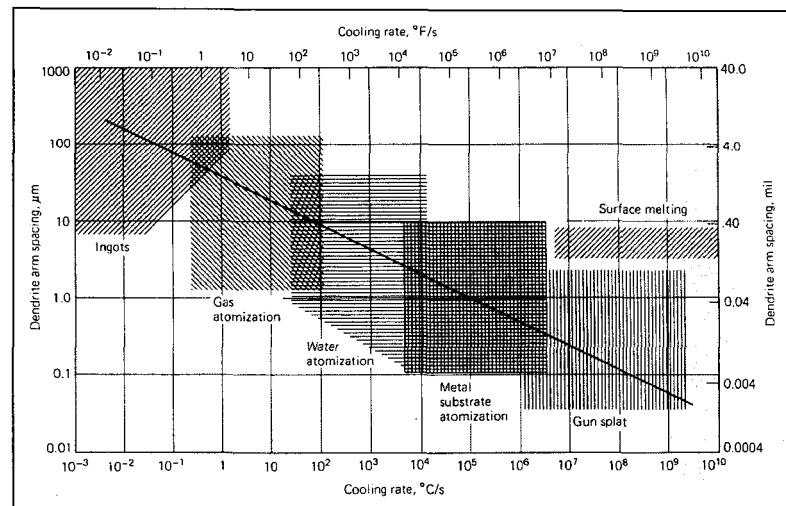


Figure 21 : Relation entre le taux de refroidissement et l'espacement des bras dendritiques pour des alliages d'aluminium [42].

Plusieurs auteurs ont fait des travaux pour déterminer la valeur des constantes B et n . Le Tableau 1 est un résumé des principaux résultats pour différents alliages d'aluminium. Ce

tableau présente les valeurs des constantes déterminées par les auteurs, mais aussi l'intervalle de taux de refroidissement sur lequel la relation est valide.

Alliages	Intervalle de \dot{T} (K/s)	B	n	Références
Alliage d'aluminium	-	50	0.33	43
Alliage d'aluminium	-	53.0	0.33	44, 45
Alliage d'aluminium	$10^{-2} - 10^{10}$	40	0.32	46
Alliage d'aluminium	$10^{-2} - 10^9$	35	0.337	42
Al - 4.5%Cu	$10^2 - 10^4$	78.2	0.34	47
6xxx	$10^2 - 10^4$	88.2	0.34	47
Al - 7%Si - 0.3%Mg	$10^{-2} - 20$	42	0.34	48
Al - 7%Si - 0.3%Mg	$10^{-2} - 10^1$	40.25	0.3038	49
Al - 6.9% Si	$3 \cdot 10^{-1} - 7 \cdot 10^0$	32	0.26	50
356	-	30.39	0.345	51

Tableau 1 : Résumé des valeurs des constantes B et n données dans la littérature pour calculer l'espacement interdendritique

Pour les alliages d'aluminium, la valeur de B se situe donc approximativement entre 30 et 90 selon de l'alliage. Plus précisément, pour des alliages aluminium-silicium, la valeur de B se trouve dans l'intervalle 30 à 42. La valeur de n est d'environ de 1/3.

3.1.2.3 Microstructure de la pâte semi-solide

Lors des procédés de mise en forme semi-solide, le métal liquide est agité pendant sa solidification. Cette étape de fabrication confère aux pièces produites une microstructure particulière. En effet, le cisaillement appliqué pendant le refroidissement permet d'obtenir

une structure fine et non dendritique. Plusieurs mécanismes ont été suggérés pour expliquer ces modifications de la microstructure. Flemings [52] a proposé un modèle d'évolution des germes solides en globules ou en rosettes lorsque des forces de cisaillement sont présentes. Ce modèle est montré à la Figure 22. Si le nombre de sites de germination est suffisant, les germes deviennent immédiatement sphériques, comme il est montré en a_2 . Les germes peuvent aussi croître en une forme dendritique. Les bras dendritiques se détériorent par ailleurs rapidement et laissent plutôt place à une microstructure en forme de globules ou de rosettes ($a \rightarrow e$). La structure finale contient souvent du liquide emprisonné dans le grain (e). Si la taille des dendrites initialement formée est trop grande, elles évolueront plutôt en dendrites dégénérées ($b \rightarrow b_2$).

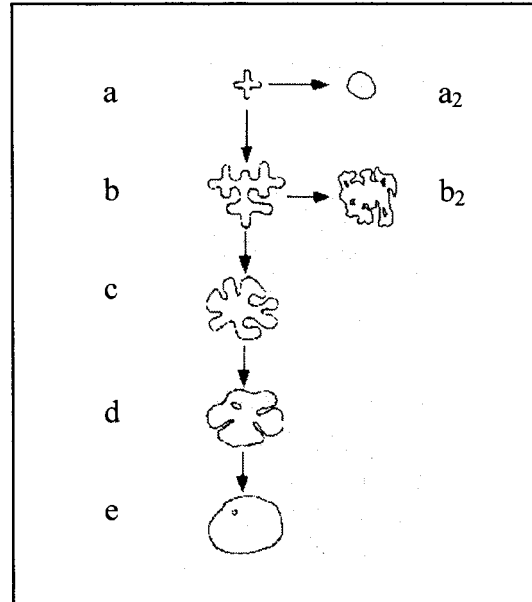


Figure 22 : Évolution des germes soumis à des forces de cisaillement [52].

Comme il l'a été mentionné précédemment, la taille de la microstructure dépend du taux de refroidissement. Par ailleurs, pour les procédés semi-solides, le taux de cisaillement a aussi un impact sur la morphologie des particules solides. En effet, plus l'agitation est grande et plus les particules solides auront une forme sphérique plutôt que dendritique. La Figure 23 montre l'évolution de la microstructure pour des taux de cisaillement et de refroidissement croissants.

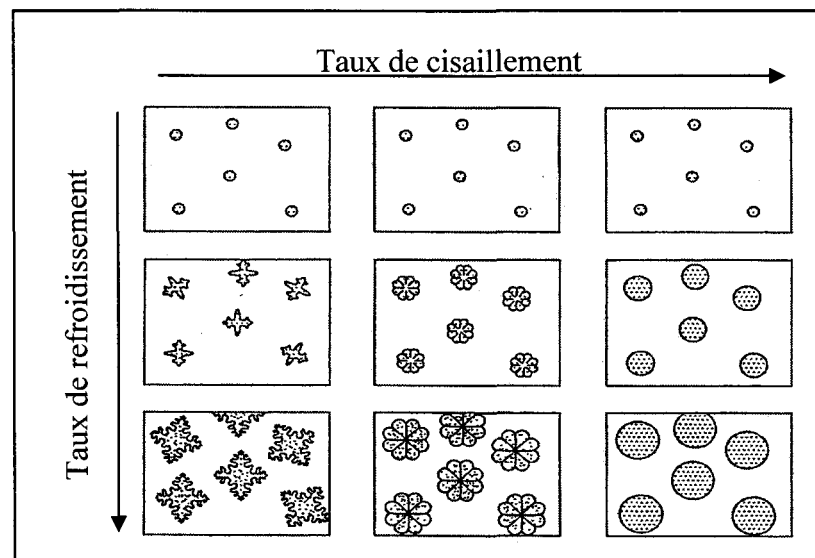


Figure 23 : Évolution des germes lors de solidification en fonction du taux de refroidissement et du taux de cisaillement [3].

3.2 Transfert de chaleur

Chaque fois qu'il existe une différence de température à l'intérieur d'un corps ou entre deux matériaux, il se produit un transfert de chaleur. La chaleur se propage par trois modes: la conduction, la convection et le rayonnement.

3.2.1 Conduction

Les atomes et les molécules qui composent un corps sont en vibration constante. Plus ce corps est à une température élevée, plus il possède d'énergie et plus ces atomes vibrent rapidement. La conduction résulte de l'interaction des atomes qui, lors de collisions entre eux, se transfèrent de l'énergie. L'équation qui décrit le flux de chaleur se propageant par conduction est connue sous le nom de : loi de Fourier [54].

Équation 22 $q = -Ak\nabla T$

L'énergie qui traverse une surface (A) par unité de temps est donnée par q . La conductivité thermique du matériau (k) est une propriété caractérisant sa facilité à conduire la chaleur. Finalement, ∇T représente le gradient thermique. Le signe moins indique que le flux de chaleur se propage toujours dans la direction opposée au gradient thermique.

3.2.2 Convection

Le transport d'énergie par convection se fait toujours à l'intérieur d'un fluide. Deux mécanismes expliquent le déplacement de l'énergie thermique par convection. D'abord, de la même manière que pour la conduction, les atomes vibrent et entrent en collision, se transférant ainsi de l'énergie. Ensuite, le transport macroscopique de la matière propage de l'énergie. Ainsi, des agrégats d'atomes se déplacent dans le fluide et transportent de

l'énergie causant un flux de chaleur. Les bulles de vapeur qui se forment dans le fond d'un chaudron d'eau qui bout sur une cuisinière et qui remontent à la surface est un bon exemple de transfert de chaleur par convection. La convection se produit aussi à la surface d'un solide qui est en contact avec un fluide lorsqu'ils sont à des températures différentes. La Figure 24 est un schéma représentant le développement de la couche limite pour ce type de convection.

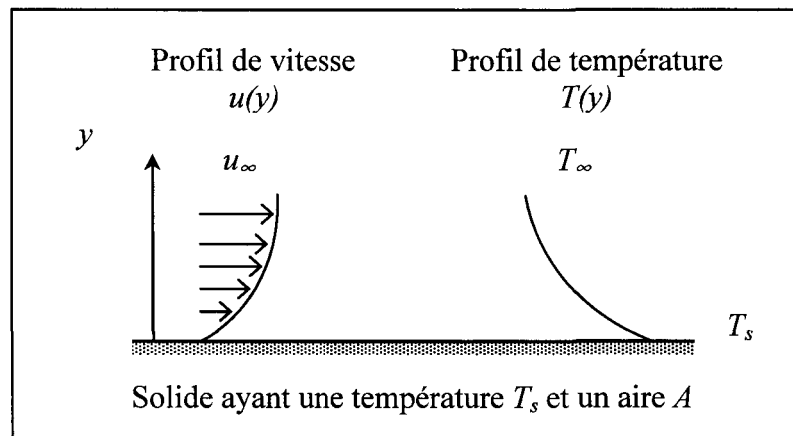


Figure 24 : Développement de la couche limite de convection à la surface d'un solide [54].

Sur cette figure, on voit la distribution de la vitesse du fluide qui se déplace à la surface du solide. La vitesse varie de zéro, à la surface du solide, jusqu'à la vitesse de déplacement du fluide. La zone de transition se nomme la couche limite de vitesse. Une couche limite thermique existe aussi. C'est la région où la température passe de la température du solide jusqu'à la température du fluide. À l'interface entre le solide et le fluide, l'énergie est uniquement transférée par les collisions se produisant entre les atomes. Ce transfert de chaleur modifie localement la température du fluide, ce qui fait varier sa densité. Cet

agrégat d'atomes se déplace ensuite dans le fluide dû à la gravité et au déplacement global du fluide contribuant ainsi au transfert de chaleur.

Le transfert de chaleur par convection peut être regroupé en deux catégories selon la nature du déplacement du fluide. La convection naturelle survient quand aucun moyen extérieur n'est utilisé pour déplacer le fluide. C'est alors les forces de poussée, provenant d'une variation de la densité, qui créent le mouvement du fluide. Lorsque le fluide se déplace sous l'action d'un moyen extérieur, il s'agit alors de convection forcée. Le mouvement peut être induit par une pompe, un ventilateur, le vent atmosphérique, etc. Dans la réalité, il y a très souvent présence des deux types de convections, c'est alors une convection mixte.

Le transfert de chaleur par convection entre une surface à température uniforme T_s et un fluide ayant une température de T_∞ est décrit par la loi de Newton [54] :

Équation 23 $q = Ah(T_s - T_\infty)$

Le flux de chaleur (q) est proportionnel au coefficient de transfert de chaleur (h). Ce coefficient dépend de plusieurs facteurs comme de la géométrie de la surface, sa rugosité, la nature et la vitesse du fluide, etc. Le Tableau 2 présente quelques valeurs typiques du coefficient de transfert de chaleur selon du type de convection.

Mécanismes	h (W/m ² K)
Convection naturelle	
Gaz	2-25
Liquide	50-1000
Convection Forcée	
Gaz	25-250
Liquide	100-20 000
Convection avec un changement de phase	
Évaporation ou condensation	2500-100 000

Tableau 2 : Valeurs typiques du coefficient de transfert de chaleur [54].

3.2.3 Rayonnement

Toute forme de matière qui est à une température donnée émet de l'énergie sous forme de rayonnement. Les rayonnements proviennent des électrons qui émettent des ondes lorsqu'ils changent de configuration. Le transport de chaleur par rayonnement se fait à partir d'ondes électromagnétiques. L'énergie qui quitte une surface se trouvant à une température T_s est donnée par la loi de Stefan-Boltzmann [54].

Équation 24
$$E = \epsilon \sigma T_s^4$$

Dans cette équation, σ est la constante de Stefan-Boltzmann ($5,67 \cdot 10^{-8}$ W/m²K⁴). L'émissivité de la surface (ϵ) représente sa facilité à émettre de l'énergie sous forme de rayonnement. Sa valeur est comprise entre 0 et 1 et dépend beaucoup du matériau et de son fini de surface. Un corps idéal ($\epsilon = 1$) se nomme un corps noir. C'est un corps de référence

qui absorbe tous les rayons incidents et qui émet des radiations que par rayonnement thermique.

Le rayonnement peut aussi être incident sur un corps, il est alors question d'irradiation. Les rayons incidents peuvent être transmis, réfléchis ou absorbés par le corps selon ses propriétés. La portion des rayons absorbés par le corps augmentera son énergie interne proportionnellement à son absorptivité (α) :

$$\text{Équation 25} \quad E_{\text{absorbé}} = \alpha E_{\text{incident}}$$

Pour étudier le transfert de chaleur à la surface du corps, il est très souvent approprié de schématiser les systèmes de la vie courante par un petit corps étant à une température uniforme T_s qui est complètement entouré par une surface isotherme à T_{sur} très grande. La Figure 25 montre un schéma de cette situation. La surface isotherme peut être par exemple les murs d'une pièce ou les parois d'un four. Dans ce cas, il est possible de faire une approximation de l'énergie incidente sur le corps à partir de la température de la surface qui l'entoure par : $E_{\text{incident}} = \sigma T_{sur}^4$. Finalement, la surface peut être considérée comme un corps gris et l'absorptivité est alors égale à l'émissivité ($\alpha = \varepsilon$). Le flux de chaleur résultant qui quitte la surface du corps par rayonnement peut alors être écrit comme suit :

$$\text{Équation 26} \quad q = A(\varepsilon\sigma T_s^4 - \alpha E_{\text{incident}}) = A\varepsilon\sigma(T_s^4 - T_{sur}^4)$$

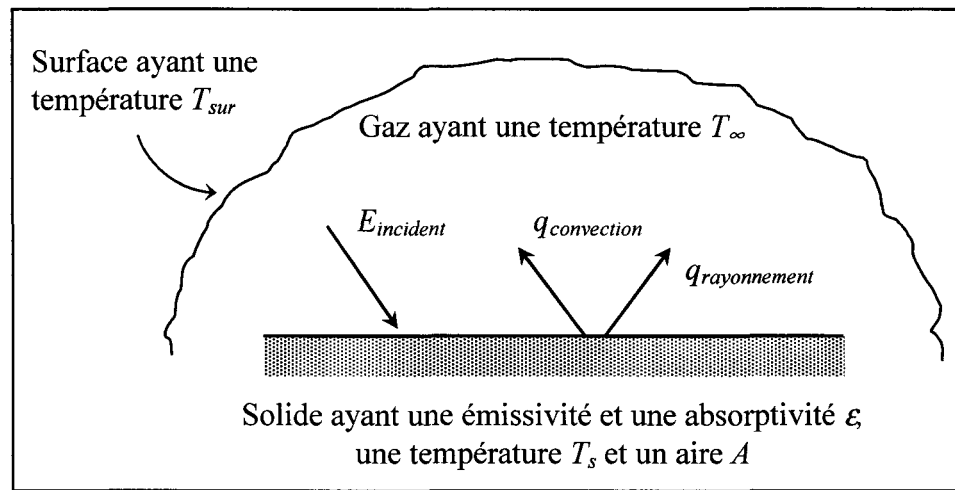


Figure 25 : Échange thermique par rayonnement entre un corps et une surface [54].

Très souvent, en plus du rayonnement, il y a aussi du transfert de chaleur par convection. Il est alors utile d'exprimer le flux de chaleur de rayonnement sous la forme : $A h_r (T_s - T_{sur})$ où h_r est un coefficient qui tient compte du transfert de chaleur par rayonnement. Pour trouver la valeur de h_r , il faut écrire l'Équation 26 sous la forme:

$$\text{Équation 27} \quad q = A \epsilon \sigma (T_s + T_{sur})(T_s^2 + T_{sur}^2)(T_s - T_{sur}) = A h_r (T_s - T_{sur})$$

$$\text{Où } h_r \equiv \epsilon \sigma (T_s + T_{sur})(T_s^2 + T_{sur}^2)$$

3.2.4 Loi de la conservation d'énergie

La loi de la conservation impose que : « rien ne se perd, rien ne se crée, tout se transforme ». Ainsi, dans un système quelconque, l'énergie peut se transformer, sortir ou

entrer, mais le bilan sera toujours nul. Le bilan énergétique doit toujours être fait sur un volume de contrôle qui est borné par des surfaces. La différence entre l'énergie emmagasinée et l'énergie générée ($E_{st} - E_g$) doit être égale à la différence entre l'énergie qui entre dans le système et celle qui sort ($E_{in} - E_{out}$).

Équation 28
$$E_{st} - E_g = E_{in} - E_{out}$$

Les termes d'énergie qui entre (E_{in}) et qui sort (E_{out}) du volume de contrôle sont des phénomènes de surface. Ils représentent l'énergie qui traverse les frontières du volume de contrôle. Ces termes sont souvent associés au transport de chaleur par conduction, convection et rayonnement. Par ailleurs, les termes d'énergie emmagasinée (E_{st}) et générée (E_g) sont des phénomènes de volume. L'énergie peut, par exemple, être générée par une réaction chimique ou par la conversion de l'énergie électrique d'une résistance en énergie thermique. Pour ce qui est de l'énergie emmagasinée, elle résulte d'une variation de l'énergie interne, potentielle ou cinétique des composantes du volume de contrôle.

3.2.5 Résolution par l'équation de la diffusion de chaleur

Il est souvent utile dans les problèmes de transfert de chaleur de connaître la distribution de température dans un volume donné. Lorsqu'il y a des pertes de chaleur principalement par conduction, c'est l'équation de la diffusion de chaleur qui décrit la

variation de température à l'intérieur de ce volume. Cette équation a déjà été présentée à la section 2.2.3.2 - Analyse de Fourier. L'analyse thermique par la méthode de Fourier repose en effet sur l'équation de diffusion de chaleur. Cette équation est obtenue en faisant le bilan énergétique sur un élément de volume. Par contre, la démonstration menant à cette équation ne sera pas reprise puisqu'elle est présentée dans plusieurs ouvrages [53, 54].

$$\text{Équation 29} \quad \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot (k \nabla T) + \dot{q}$$

Le terme $\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t}$ représente l'énergie emmagasinée dans le volume. Il correspond à la variation d'énergie thermique interne. Il est important de noter que ce terme n'est valable que pour un volume qui ne subit pas de changement de phase. Dans ce cas, il faudrait tenir compte de l'évolution de la chaleur latente de la réaction. Le terme \dot{q} fait référence à l'énergie générée par unité de volume. Finalement, le terme $\nabla \cdot (k \nabla T)$ est associé à la différence de flux de chaleur qui entre et qui sort du volume par conduction. Il correspond à la divergence de la multiplication de la conductivité thermique et du gradient de température. Souvent, la conductivité thermique est constante dans l'espace et on utilise plutôt le Laplacien ($k \nabla^2 T$). La Figure 26 montre le système utilisé lors de la résolution de la distribution de température par l'équation de la diffusion de chaleur.

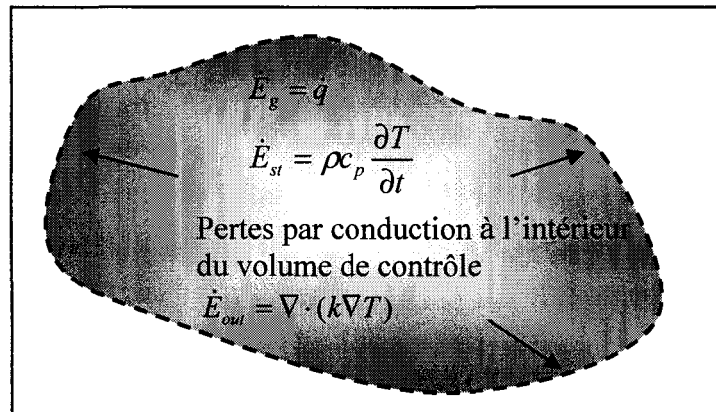


Figure 26 : Système utilisé lors de la résolution de la distribution de température par l'équation de la diffusion de chaleur.

3.2.6 Résolution par la méthode des capacités concentrées

L'évolution de la température dans le temps peut aussi être évaluée à partir de la méthode des capacités concentrées. L'hypothèse principale de cette démarche est que la température est uniforme dans tout le volume de contrôle. L'utilisation de l'équation de la diffusion de chaleur impliquerait que la conductivité thermique est infinie. Cette condition est évidemment impossible. Alors, pour résoudre l'évolution de la température, un bilan énergétique est plutôt fait sur le volume de contrôle total. Ainsi, la variation de l'énergie interne de la masse est égale aux pertes de chaleur à la surface du volume de contrôle. Ces pertes sont habituellement dues à la convection et au rayonnement.

Équation 30 $\dot{E}_{st} = -\dot{E}_{out}$

$$\text{Équation 31} \quad \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = -Ah_{total}(T - T_{\infty})$$

La Figure 27 montre un exemple de système qui est utilisé dans la méthode des capacités concentrées. Dans l'analyse thermique utilisant la démarche de Newton, présentée à la section 2.2.3.1 - Analyse de Newton, c'est cette méthode qui est utilisée.

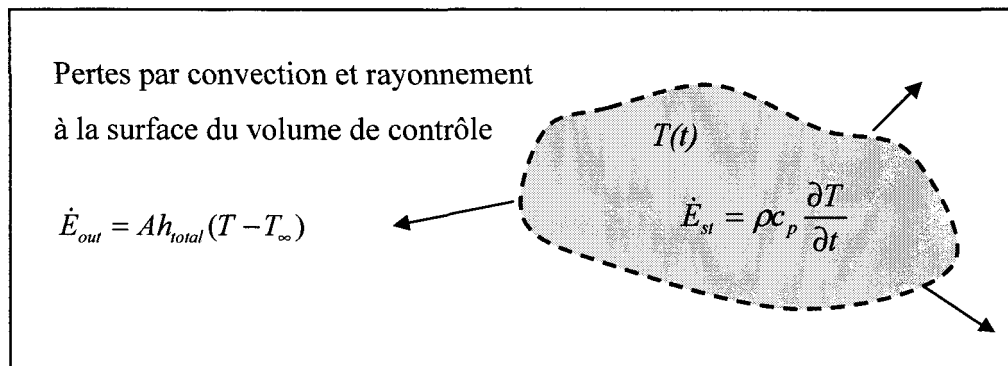


Figure 27 : Système utilisé lors de la résolution d'évolution de la température par la méthode des capacités concentrées.

Il est évident qu'en réalité, le gradient thermique n'est jamais complètement nul afin de produire un transfert de chaleur. Il est donc important de déterminer dans quelles conditions la méthode des capacités concentrées peut être utilisée pour obtenir des résultats raisonnablement fidèles à la réalité. Pour que le gradient thermique soit négligeable, il faut que les pertes à la surface du volume de contrôle dominant par rapport aux pertes par conduction à l'intérieur de la masse. Le rapport entre la convection à la paroi et la

conduction dans la masse se nomme le nombre de Biot. Ce nombre adimensionnel est défini comme suit [54]:

$$\text{Équation 32} \quad Bi = \frac{hL_c}{k}$$

La variable L_c se nomme la longueur caractéristique et est définie par le rapport du volume sur la surface ($L_c \equiv V/A$). Pour un cylindre, la longueur caractéristique est égale à $r/2$. Plus le nombre de Biot est faible et plus le gradient thermique l'est aussi. Par convention, il est établi que si le nombre de Biot est inférieur à 0,1, le gradient thermique est assez faible pour qu'on le néglige. La température est alors uniquement dépendante du temps et ne varie pas dans l'espace. La Figure 28 montre le gradient thermique dans des moules cylindriques pour différents nombres de Biot.

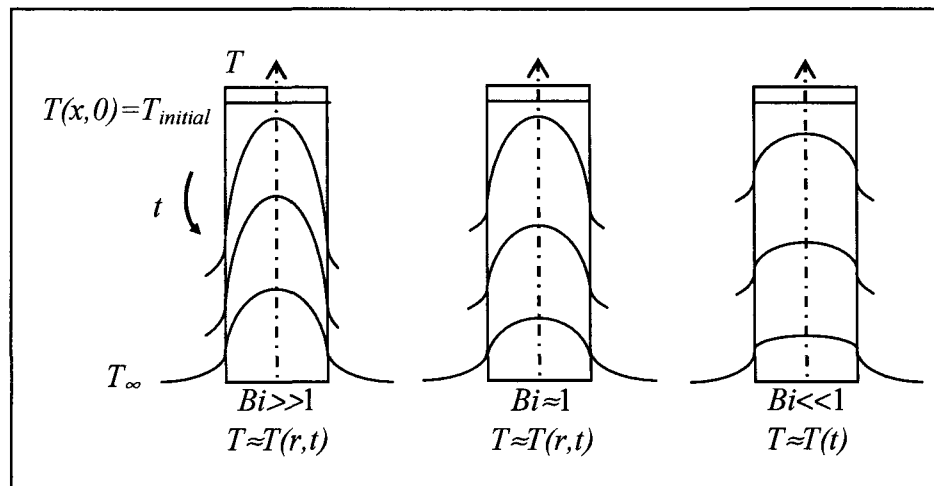


Figure 28 : Évolution de la distribution de la température dans le temps en fonction du nombre de Biot [54].

4

SIMULATIONS NUMÉRIQUES

4.1 *Présentation générale des simulations*

Le logiciel Thermo-Calc permet de réaliser des simulations thermodynamiques et a été utilisé pour calculer l'évolution de la fraction solide lors du refroidissement d'un alliage d'aluminium. Thermo-Calc est un logiciel permettant de réaliser des calculs d'équilibre thermodynamique. Il permet d'évaluer les phases présentes à l'équilibre pour différentes températures et de tracer des diagrammes d'équilibre. Ces calculs sont basés sur la minimisation de l'énergie libre de Gibbs. D'abord, l'évolution de l'enthalpie et de la chaleur latente de solidification ont été calculées. Ensuite, la fraction solide a été calculée en utilisant le modèle de refroidissement à l'équilibre et le modèle de Scheil.

L'application Dictra a aussi été employée pour tenir compte du taux de refroidissement et de la diffusion dans les calculs d'enthalpie et de fraction solide. Dictra permet de simuler des transformations qui sont gouvernées par la diffusion. Il a donc été possible avec Dictra de tenir compte de la diffusion et d'imposer un taux de refroidissement lors de la solidification pour calculer l'évolution de la fraction solide. Donc, plutôt que de considérer

la diffusion nulle ou infinie, comme pour les simulations réalisées avec Thermo-Calc, Dictra calcule la vitesse de diffusion des atomes. Les coefficients de diffusion sont tirés d'une base de données [55]. Toutes les simulations ont été réalisées pour un alliage d'aluminium A356 contenant 7.2 % de silicium, 0.4 % de magnésium et 0,1 % de fer (pourcentage poids).

4.2 Résultats et discussion

L'évolution de l'enthalpie lors de la solidification d'un alliage d'aluminium A356 a d'abord été obtenue en utilisant le logiciel Thermo-Calc en utilisant le modèle de solidification à l'équilibre et le modèle de Scheil. Les résultats sont présentés à la Figure 29. Ce graphique permet de déterminer la chaleur latente de fusion qui correspond à la différence d'enthalpie entre le liquidus et le solidus. À partir de la courbe, on obtient une valeur de 425 kJ/kg.

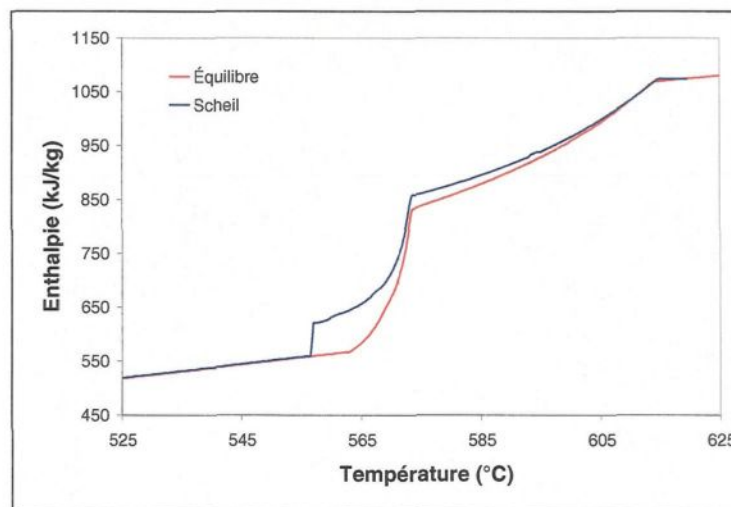


Figure 29 : Évolution de l'enthalpie d'un alliage d'aluminium A356 [40].

Ensuite, le logiciel Thermo-Calc a permis de connaître la fraction solide calculée selon le modèle de solidification à l'équilibre et selon le modèle de Scheil. De plus, le logiciel fournit de l'information sur les phases en présence aux différentes températures. Les résultats sont présentés à la Figure 30. À la température de liquidus qui est de 614°C, la phase d'aluminium α primaire commence à se former (1 \rightarrow 2). Le silicium se solidifie à partir de 575°C (3). À ce moment, la fraction solide augmente rapidement. Finalement, le précipité Mg_2Si se forme (4). D'autres précipités se forment aussi, principalement des composés à base de fer, mais comme ils ne sont pas d'intérêt dans le cadre de cette recherche, ils ne sont pas présentés. Les différences principales entre les deux modèles se manifestent dans les tout derniers moments de la solidification. On observe alors l'apparition d'un petit plateau et une température de solidus plus basse pour le modèle de Scheil. Ces distinctions entre les deux modèles s'expliquent par le diagramme d'équilibre et par la composition des derniers germes solides à se former. Comme il l'a été expliqué dans la section 3.1.2.1 - Solidification planaire, dans le modèle de Scheil, la composition moyenne du solide est inférieure à la concentration du solidus ce qui permet au liquide d'atteindre la concentration eutectique. Les derniers germes solidifiés se forment donc selon une réaction eutectique, ce qui explique la présence du plateau dans le modèle de Scheil. De plus, la réaction eutectique se produit à une température plus basse que la température de solidus de la concentration initiale. Le solidus est donc de 564°C pour le modèle de solidification à l'équilibre et de 557°C pour le modèle de Scheil.

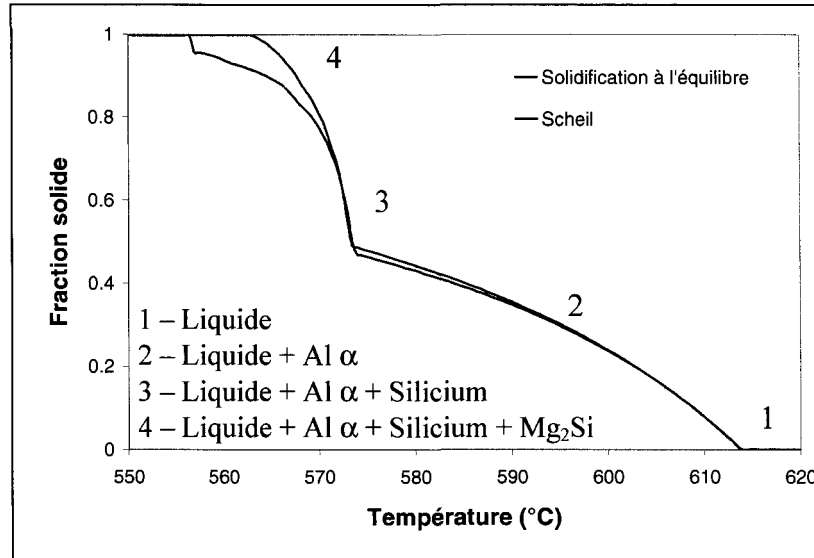


Figure 30 : Évolutions de la fraction solide d'un alliage d'aluminium A356 selon les modèles de Scheil et de solidification à l'équilibre calculées avec Thermo-Calc [40].

Le logiciel Dictra a ensuite été utilisé pour obtenir l'évolution de l'enthalpie du A356 pour différents taux de refroidissement (0,5 K/min, 10 K/min et 60 K/min). Les résultats sont présentés à la Figure 31. Un calcul a aussi été réalisé en utilisant un taux de refroidissement variable reproduisant celui retrouvé lors de la fabrication de lopin SEED. Pour les 5 premières secondes, un taux de refroidissement rapide de 120 K/min a été utilisé et ensuite un taux de refroidissement de 12 K/min était fixé pour le reste de la solidification. Il est possible de constater que le taux de refroidissement modifie la forme de la courbe de l'enthalpie. Par contre, la chaleur latente totale de la solidification est la même pour toutes les courbes, soit de 420 kJ/kg.

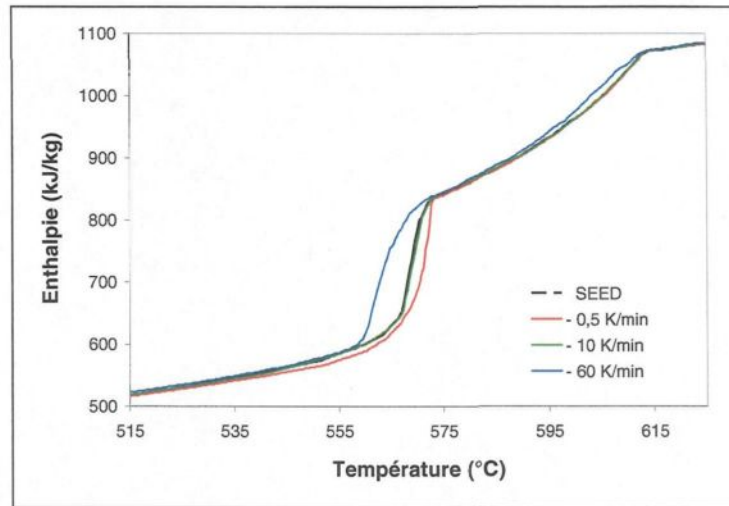


Figure 31 : Évolution de l'enthalpie en fonction de la température pour différents taux de refroidissement calculée avec Dictra.

Enfin, l'évolution de la fraction solide a été calculée avec Dictra en imposant un taux de refroidissement. La Figure 32 présente les résultats obtenus pour des taux de refroidissement de 0,5 K/min, 10 K/min et 60 K/min et pour un taux de refroidissement reproduisant les conditions retrouvées dans le procédé SEED. On voit que pour des refroidissements lents, l'évolution de la fraction solide se rapproche du modèle de Scheil, ce qui est tout à fait normal puisque le système est alors près de l'équilibre. Par ailleurs, lorsque le taux de refroidissement augmente, les courbes de fraction solide sont de plus en plus décalées vers la gauche et s'éloignent des prédictions. La solidification est alors hors équilibre et les atomes n'ont plus le temps de diffuser complètement ni dans le solide, ni dans le liquide. Par ailleurs, le décalage des courbes ne se fait sentir qu'à partir d'une fraction solide autour de 0,5. Dans les premiers moments de la solidification, le taux de

refroidissement a donc peu d'effet sur la fraction solide. De plus, on constate qu'avec le taux de refroidissement reproduisant les conditions présentes dans le procédé SEED, les résultats sont très près des résultats obtenus pour un refroidissement constant de 10 K/min. Les simulations prédisent donc que le taux de refroidissement très rapide dans les premiers instants de la fabrication du lopin SEED a donc peu d'influence sur l'évolution de la fraction solide. C'est plutôt le taux de refroidissement du régime stationnaire obtenu après quelques secondes qui dicte l'évolution de la fraction solide. Il est aussi possible de noter que la température de liquidus, qui est de 614°C , est toujours la même, peu importe le taux de refroidissement. Ainsi, le logiciel Dictra suppose qu'au-dessus de la température du liquidus, la phase à l'équilibre est toujours la phase liquide et le premier germe solide se forme lorsque la température du liquidus est atteinte. Par contre, il est possible de noter que plus le taux de refroidissement est élevé et plus la température du solidus est basse.

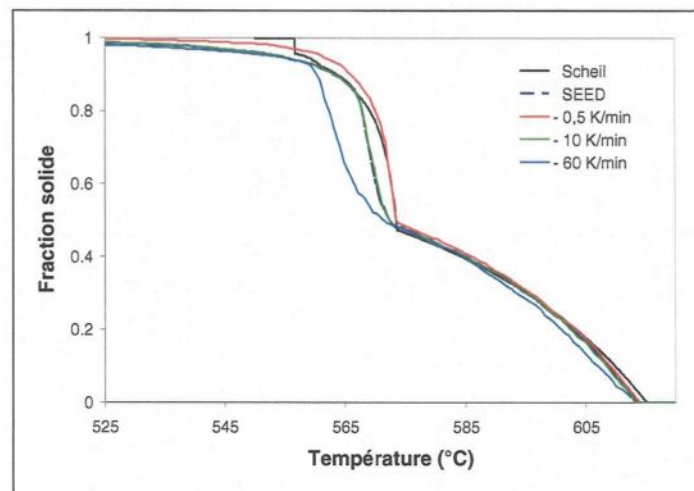


Figure 32 : Évolution de la fraction solide d'un alliage d'aluminium A356 calculée avec

Dictra pour différents taux de refroidissement [40].

Le Tableau 3 résume l'information obtenue par les simulations numériques. De façon générale, les calculs réalisés avec Thermo-Calc et Dictra permettent d'affirmer que le taux de refroidissement ne modifie pas la température de liquidus. La différence entre la chaleur latente calculée avec Thermo-Calc et Dictra n'est pas significative et on peut conclure qu'elle ne varie pas. Par contre, la température du solidus n'est pas la même pour chacun des deux modèles et elle diminue lorsque le taux de refroidissement augmente.

Modèle	Liquidus (°C)	Solidus (°C)	Chaleur latente (J/g)
Thermo-Calc Solidification à l'équilibre	614	564	425
Thermo-Calc Scheil	614	557	425
Dictra (- 0,5 K/min)	614	555	420
Dictra (-10K/min)	614	531	420
Dictra (-60 K/min)	614	509	420
Dictra (SEED)	614	531	420

Tableau 3 : Informations obtenues par les simulations avec Thermo-Calc et Dictra.

5

CALORIMÉTRIE

5.1 *Calorimètre à pression constante*

5.1.1 Démarche expérimentale

Un calorimètre à pression constante a été construit pour tremper les lopins produits par le procédé SEED. La fonction de ce calorimètre est de mesurer la quantité de chaleur contenue dans un lopin d'aluminium semi-solide. Cet appareil est composé de deux récipients de plastique emboîtés l'un dans l'autre. La couche d'air présente entre les deux récipients assure l'isolation thermique du contenu du calorimètre. Le récipient interne est rempli d'eau déionisée et a une capacité d'environ $0,05 \text{ m}^3$. Un contenant métallique de rétention est placé dans le calorimètre pour éviter que le lopin semi-solide n'entre en contact avec le récipient de plastique. Ce contenant est placé sur un support de plastique grillagé pour permettre à l'eau de circuler sous le contenant et ainsi de favoriser l'uniformité de la température de l'eau. Une hélice de plastique est plongée dans l'eau pour permettre son agitation, toujours dans le but de distribuer uniformément la chaleur dans la masse d'eau. L'hélice est actionnée par un moteur électrique et elle tourne à une vitesse

d'environ 1500 rpm. Un schéma de ce calorimètre est montré à la Figure 33. Quatre thermocouples de type K permettent de connaître la température de l'eau. Un module d'acquisition de données de la compagnie DATAQ Instruments (modèle D1-718B) a été utilisé pour recueillir les mesures de température. Ce module était relié à un ordinateur (Pentium 3 de Dell) permettant d'enregistrer les données. Le logiciel Windaq Acquisition de DATAQ Instruments permettait d'exploiter l'ensemble du système d'acquisition.

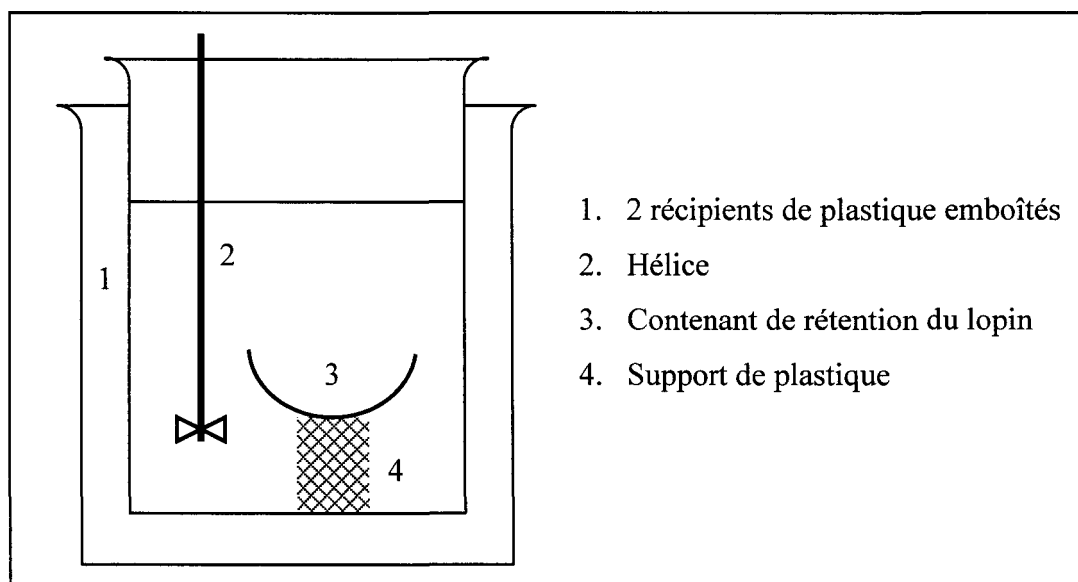


Figure 33 : Schéma du calorimètre à pression constante utilisé pour mesurer la quantité d'énergie d'un lopin.

La première étape a été de déterminer la capacité calorifique du calorimètre. Pour ce faire, des blocs de cuivre (99,9%) ont été chauffés à différentes températures dans un four. Les blocs de cuivre ont ensuite été plongés tour à tour dans le calorimètre et la température de l'eau a été enregistrée. La masse d'eau contenue dans le calorimètre a été mesurée pour

chaque essai. Au total, trois essais ont été réalisés avec des blocs de cuivre ayant différentes masse et température. Comme l'énergie des blocs de cuivre est connue, il a été possible de calculer l'énergie absorbée par l'eau et celle absorbée par les composantes du calorimètre.

Ensuite, le calorimètre a été utilisé pour connaître l'énergie contenue dans des lopins produits par le procédé SEED. Des lopins ont été produits selon la démarche standard du procédé SEED décrite à la section 6.1.1-Description du montage et du procédé. Ils ont ensuite été plongés directement dans le calorimètre. Au total, quatre lopins ont été trempés, deux après 45 secondes du procédé, soit juste après la période de brassage et deux à la toute fin du cycle, après la période de drainage. Quatre thermocouples ont permis de mesurer l'évolution de la température de l'eau. Deux autres thermocouples mesuraient la température du lopin au moment de sa fabrication. Ces thermocouples étaient retirés du lopin au tout dernier moment avant la trempe. La masse d'eau contenue dans le calorimètre et la masse des lopins ont été mesurées.

5.1.2 Résultats et discussion

Comme il l'a été mentionné à la section précédente, la première étape a été de déterminer la capacité calorifique du calorimètre en utilisant des blocs de cuivre dont l'énergie interne est connue. L'objectif de ces manipulations est de quantifier l'énergie absorbée par les composantes du calorimètre et perdue par le système pour en tenir compte dans les calculs ultérieurs. Trois essais ont été réalisés à partir de blocs de cuivre ayant des

énergies internes différentes. Les températures initiale et finale de l'eau ont été obtenues à partir de la température moyenne donnée par les quatre thermocouples. La température finale du système correspond à la température maximale atteinte. Le Tableau 4 présente les résultats obtenus pour chacun des essais.

Test	Masse de cuivre (kg)	Masse d'eau (kg)	Température initiale du cuivre (°C)	Température initiale de l'eau (°C)	Température finale (°C)
1	6,026	40,668	234,6	24,04	26,81
2	6,026	39,468	459,0	22,17	28,34
3	12,032	39,268	460,3	24,83	36,32

Tableau 4 : Résumé des différentes mesures prises pour calibrer le calorimètre.

À partir de ces résultats, il est possible de calculer l'énergie qui est fournie au calorimètre par les blocs de cuivre et l'énergie qui est absorbée uniquement par l'eau contenue dans le calorimètre à partir des équations suivantes :

$$\text{Équation 33} \quad E_{\text{fournie,Cu}} = E_{\text{eau}} + E_{\text{calorimètre}}$$

$$\text{Équation 34} \quad E_{\text{fournie,Cu}} = m_{\text{cuivre}} c_{p,\text{cuivre}} (T_f - T_i)_{\text{cuivre}}$$

$$\text{Équation 35} \quad E_{\text{eau}} = m_{\text{eau}} c_{p,\text{eau}} (T_f - T_i)_{\text{eau}}$$

Les chaleurs spécifiques du cuivre et de l'eau sont respectivement de 0,385 et 4,1819 kJ/kg K [71]. Finalement, l'énergie absorbée par les composantes du calorimètre peut être

facilement connue en soustrayant l'énergie absorbée par l'eau à l'énergie fournie par les blocs de cuivre. Le Tableau 5 présente les résultats des calculs. La Figure 34 montre la quantité d'énergie absorbée par l'eau et par les composantes du calorimètre pour les différentes énergies fournies par les blocs de cuivre.

Test	Énergie fournie par le cuivre (kJ)	Énergie absorbée par l'eau (kJ)	Énergie absorbée par les composantes du calorimètre (kJ)
1	482.07	471.09	10.98
2	999.14	1018.37	-19.23
3	1964.01	1886.83	77.18

Tableau 5 : Résultats des calculs permettant de connaître l'énergie fournie par les blocs de cuivre, l'énergie absorbée par l'eau et l'énergie absorbée par les composantes du calorimètre.

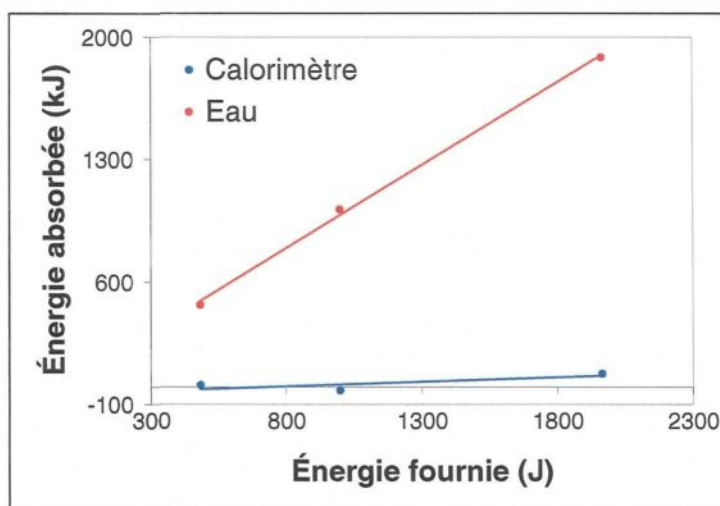


Figure 34 : Quantité d'énergie absorbée par l'eau et par les composantes du calorimètre en fonction de l'énergie fournie par les blocs de cuivre.

Il est possible de constater que l'énergie est principalement absorbée par l'eau du calorimètre. En effet, les composantes absorbent un maximum de 4% de l'énergie fournie par les blocs de cuivre. De plus, conformément aux attentes, plus l'énergie fournie est élevée et plus l'énergie absorbée par l'eau et par les composantes du calorimètre est élevée. Par contre, la valeur négative de l'énergie absorbée par les composantes du calorimètre pour le test 2 est invraisemblable et peut être expliquée par les causes d'erreur associées aux manipulations expérimentales et aussi aux incertitudes venant de la lecture des thermocouples.

Suite à la détermination de la capacité calorifique, le calorimètre a été utilisé pour connaître l'énergie contenue dans un lopin produit par le procédé SEED. Les essais 1 et 2 ont été faits à partir de lopins trempés avant le drainage et les essais 3 et 4 ont été faits à partir de lopins trempés après le drainage. Le Tableau 6 présente les résultats obtenus pour chacun des essais.

#	Masse d'eau (kg)	Masse du lopin (kg)	Température initiale du lopin (°C)	Température initiale de l'eau (°C)	Température finale du système (°C)
1	39,7	2,3758	602,9	23,4	35,2
2	39,5	2,3979	604,6	20,6	32,7
3	38,9	2,1873	595,0	25,4	36,3
4	39,9	2,2219	595,5	23,7	34,7

Tableau 6 : Mesures prises pour chacun des essais réalisés en calorimétrie.

À partir de ces mesures, l'énergie absorbée par l'eau a d'abord été calculée. Ensuite, à partir des résultats de la calibration, il a été possible de calculer la quantité d'énergie absorbée par les composantes du calorimètre (se référer à la Figure 34 : Quantité d'énergie absorbée par l'eau et par les composantes du calorimètre en fonction de l'énergie fournie par les blocs de cuivre.). L'énergie contenue dans le lopin au moment de la trempe peut ensuite facilement être connue en additionnant ces deux termes. Par la suite, l'enthalpie du lopin peut être évaluée en additionnant la variation d'enthalpie du lopin au cours de la trempe à son enthalpie finale (trouvée à l'aide de Thermo-Calc à sa température finale). La fraction solide peut finalement être trouvée en supposant que la quantité d'énergie dégagée par rapport à la chaleur latente de la réaction est égale à la fraction solide. Pour faire les calculs, la différence entre l'enthalpie au liquidus et au solidus fournie par Thermo-Calc a été utilisée comme valeur de chaleur latente. Les résultats des calculs sont présentés au Tableau 7.

#	Énergie absorbée par l'eau (kJ)	Énergie absorbée par le calorimètre (kJ)	Énergie du lopin (kJ)	Enthalpie finale du lopin* (kJ/kg)	Enthalpie du lopin au moment de la trempe (kJ/kg)	Fraction solide (%)
1	1776,8	131,3	1908,1	1,16	872,9	36,2
2	1844,2	134,9	1979,1	0,24	890,8	32,9
3	1944,7	140,4	2085,2	0,69	878,0	35,3
4	2001,6	143,5	2145,1	-1,81	893,8	32,4

* Tiré de Thermo-Calc à la température finale du lopin.

Tableau 7 : Résultats des calculs pour chacun des essais réalisés en calorimétrie.

Les résultats d'enthalpie et de fraction solide ont finalement été comparés aux courbes fournies par Thermo-Calc. La Figure 35 et la Figure 36 montrent ces comparaisons. On observe que les résultats de la calorimétrie sous-estiment légèrement l'énergie contenue dans les lopins par rapport à la courbe de thermo-Calc. Cette sous estimation, bien qu'elle soit assez faible, de 4% à 10%, peut être expliquée par trois raisons principales. D'abord, le lopin a assurément perdu de l'énergie lors de son transfert entre le creuset d'acier et le calorimètre. Bien que des mesures aient été prises pour limiter ce délai, il n'en demeure pas moins que pendant les quelques secondes où le lopin est transféré pour être trempé, il perd une petite quantité d'énergie. Ensuite, malgré que le calorimètre soit isolé avec une couche d'air, il est fort probable qu'il perde tout de même un peu d'énergie au cours de la prise de mesure. Le couvercle n'étant pas isolé, une quantité non négligeable d'énergie est donc aussi perdue par cet endroit. Toutes ces pertes d'énergie expliqueraient aussi que les résultats obtenus soient plus faibles que les valeurs données par Thermo-Calc. Finalement, bien que l'équilibre thermique semblait avoir été atteint lors de l'arrêt de la prise de mesure, il est possible que le cœur du lopin était encore légèrement plus chaud que l'eau du calorimètre. Ainsi, une petite quantité d'énergie n'a peut-être pas été absorbée par l'eau et comptabilisée dans les calculs. Un écart de température de seulement quelques dixièmes de degrés Celsius pourrait être suffisant pour expliquer en partie la sous estimation de l'enthalpie du lopin.

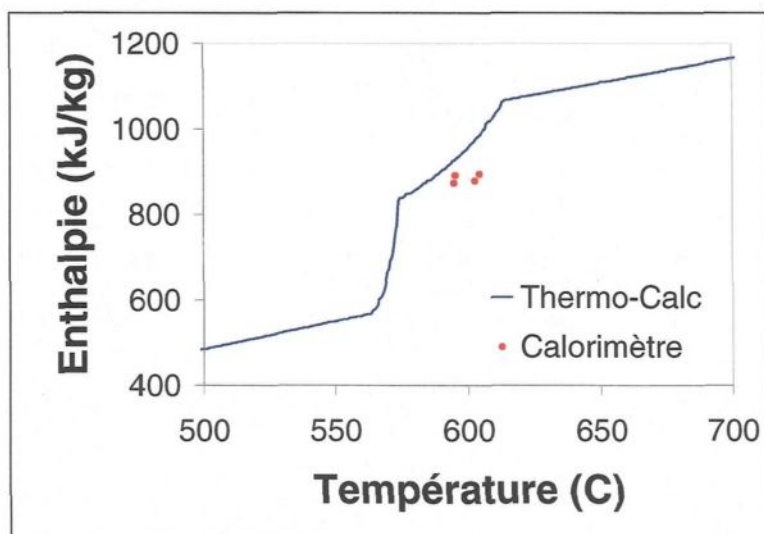


Figure 35 : Comparaison entre l'évolution de l'enthalpie fournie par Thermo-Calc et les résultats de la calorimétrie.

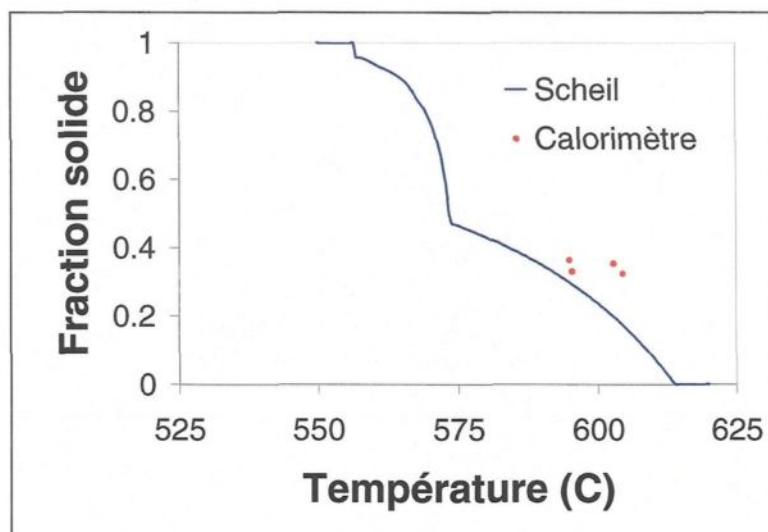


Figure 36 : Comparaison entre l'évolution de la fraction solide selon le modèle de Scheil et les résultats de la calorimétrie.

5.2 Calorimètre à balayage différentiel

5.2.1 Démarche expérimentale

Les mesures effectuées avec le calorimètre à balayage différentiel (CBD) avaient comme unique objectif de trouver expérimentalement l'enthalpie de fusion de l'alliage A356 et de comparer les résultats avec les données fournies par Thermo-Calc

Les analyses au CBD ont été faites avec un appareil Perkin-Elmer DSC-7. Cet instrument est un CBD à compensation de puissance tout comme celui présenté à la Figure 4 de la section 2.2.1.2 -Calorimètre à balayage différentiel. Les échantillons utilisés pour la prise de mesure avaient une masse près de 10 mg. Une fois placés dans l'appareil, ils étaient chauffés à une température de 650°C. Des mesures ont été prises avec quatre taux de refroidissement différents (2K/min, 5K/min, 10K/min, 60K/min) jusqu'à la solidification complète de l'échantillon.

5.2.2 Résultats et discussion

Les résultats obtenus sont présentés à la Figure 37. Ces courbes correspondent à la différence de flux de chaleur à être fournie entre l'échantillon (q_{CBD}) et la référence (q_0) en fonction de la température. Ces courbes sont normalisées par la masse de l'échantillon.

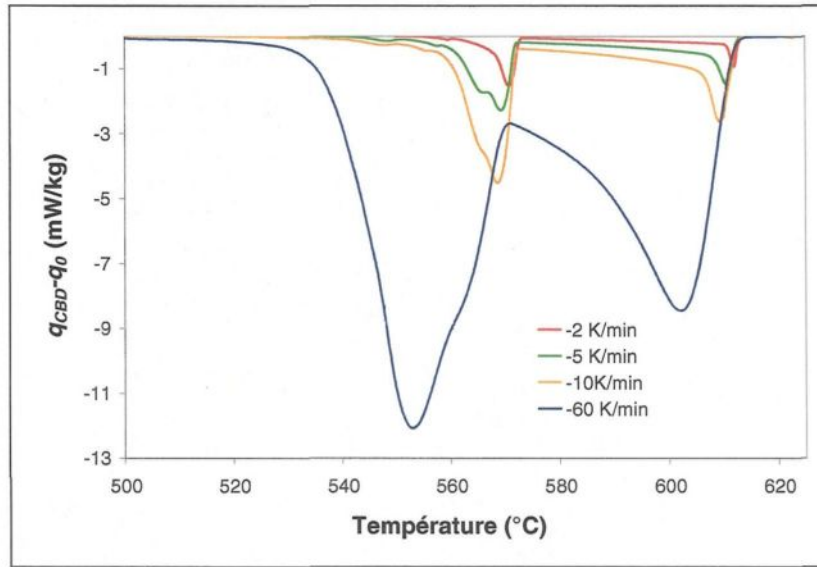


Figure 37 : Courbes de CBD obtenues pour les différents taux de refroidissement imposés.

La chaleur latente de la réaction peut être calculée à partir de ce graphique. Elle est égale à l'aire sous la courbe totale entre le début et la fin de la solidification divisée par le taux de refroidissement (voir la section 2.2.1.2 - Calorimètre à balayage). Le Tableau 8 résume les résultats obtenus pour les différents taux de refroidissement.

Taux de refroidissement (K/min)	Liquidus (°C)	Solidus (°C)	Chaleur latente (J/g)
2	613.5	553	407
5	613	538	429
10	613	519	442
60	608	500	451

Tableau 8 : Informations obtenues par l'analyse au CBD.

Le taux de refroidissement a une influence sur le liquidus et sur le solidus. En effet plus le taux de refroidissement est élevé et plus les températures de liquidus et de solidus diminuent. Cette relation a souvent été reportée dans la littérature pour des analyses au CBD [17, 56]. Ces résultats diffèrent de ceux obtenus avec le logiciel Dictra où le taux de refroidissement avait un effet seulement sur le solidus. La chaleur latente varie aussi lorsque le taux de refroidissement change. Par contre, on s'attend à ce qu'elle soit constante, peu importe les conditions de refroidissement. Ce comportement serait plutôt un artefact de la démarche utilisée pour calculer la chaleur latente de la réaction et n'est pas relié à un phénomène physique. Le résultat obtenu avec les logiciels Thermo-Calc et Dictra qui indique que la chaleur latente de fusion ne varie pas avec le taux de refroidissement est plus logique et cohérent. Les valeurs de chaleur latente obtenues avec le CBD se trouvent à l'intérieur d'un écart de moins de 6% des valeurs données par Thermo-Calc et Dictra, ce qui est relativement faible (entre 407 et 451 kJ/kg pour le CBD et entre 420 et 425 kJ/kg pour les simulations).

Finalement, la fraction solide a été calculée en supposant que la fraction d'énergie dégagée est égale à la fraction solidifiée. La Figure 38 présente les résultats et les compare au modèle de Scheil. Tout comme pour les résultats obtenus avec le logiciel Dictra, lorsque le taux de refroidissement est faible, l'évolution de la fraction solide se rapproche du modèle de Scheil. L'augmentation du taux de refroidissement a pour effet de déplacer les courbes de fraction solide vers la gauche. Par ailleurs, contrairement aux résultats obtenus avec Dictra, le décalage est observable dès le début de la solidification.

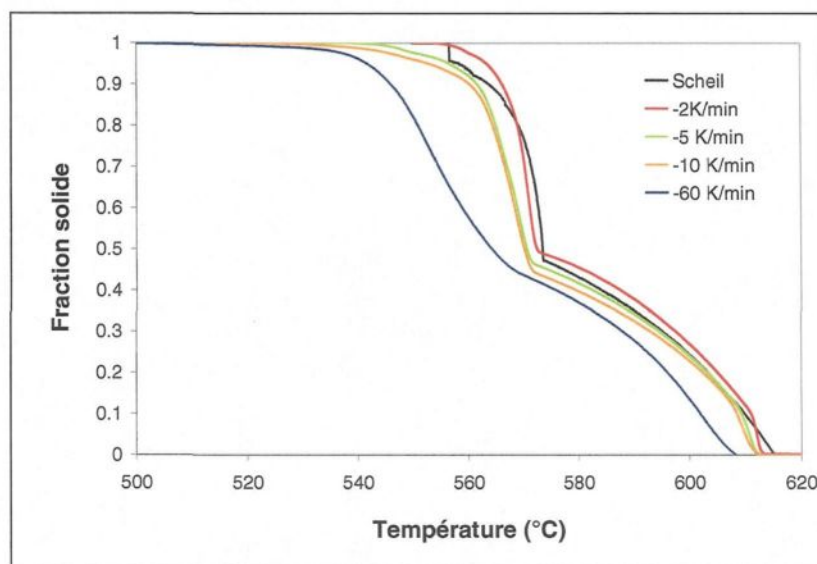


Figure 38 : Évolution de la fraction solide calculée à partir des courbes du CBD.

6

ÉCHANTILLONNAGE

6.1 Démarche expérimentale

6.1.1 Description du montage et du procédé

Cette méthode de caractérisation de la fraction solide consiste à prélever un échantillon directement dans le lopin d'aluminium produit par le procédé SEED, à le refroidir très rapidement et à étudier sa microstructure. Des lopins semi-solides produits par le procédé SEED doivent d'abord être fabriqués. Pour ce faire, l'unité portable SEED est utilisée. C'est un appareil semi-automatique qui permet de reproduire un cycle du procédé SEED. L'appareil est montré à la Figure 39. La première étape de production des lopins consiste à préparer l'alliage de fonderie. Des lingots d'aluminium A356 sont chauffés à une température de 750°C. Au début de chaque série d'essais, une analyse spectroscopique a été réalisée afin de s'assurer que l'alliage avait la composition voulue. Le Tableau 9 présente les spécifications de l'alliage utilisé.

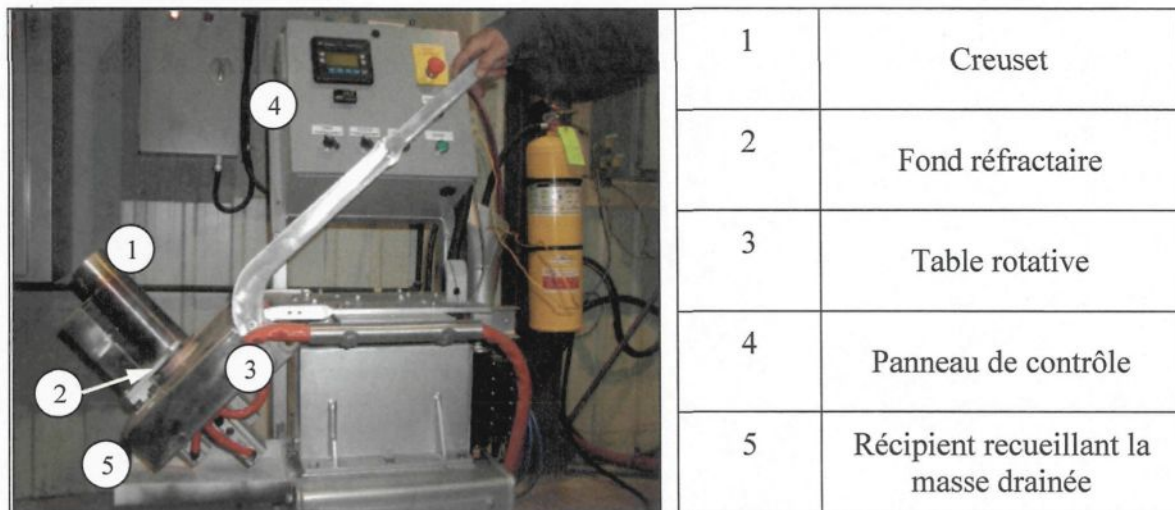


Figure 39 : Unité portable SEED utilisée pour fabriquer les lopins.

Aluminium	Silicium	Magnésium	Fer	Titanium
Balance	6,50 - 7,45 visé 7,20	0,30 - 0,45 visé 0,40	Max 0,12	Max 0,12

Tableau 9 : Composition de l'alliage utilisé (en pourcentage poids).

À l'aide d'un récipient prévu à cet effet, environ 0,7 litre d'aluminium liquide est prélevé dans le four pour ensuite être légèrement refroidi à la température voulue de 645°C. Il est aussitôt versé dans un creuset d'acier. Ce creuset spécialement conçu pour le procédé SEED a un diamètre de 80,8 mm, une épaisseur de paroi de 2,3 mm et une hauteur de 250 mm. La paroi interne du creuset est recouverte de nitrure de bore afin d'éviter que l'aluminium ne colle à sa paroi. Le fond du creuset est fait d'un alliage de titane (6 % Al – 4 % V) de 1,5 mm d'épaisseur. L'aluminium est versé jusqu'à une hauteur approximative de 200 mm, ce qui correspond à 2,2 kg d'aluminium. Lors du remplissage, le creuset doit être

incliné d'environ 45° pour augmenter la germination et faciliter le versement. Le creuset est ensuite replacé à l'horizontale et agité par rotation à une vitesse de 150 rpm pour une période de 45 secondes. Par la suite, un temps de repos de 10 secondes suit. Finalement, un trou situé au fond du creuset s'ouvre, permettant un drainage de l'aluminium de 45 secondes. Un thermocouple de type K de 0,813 mm (0,032") de diamètre est inséré dans le lopin au centre et à mi-hauteur. Il est branché à un lecteur permettant la lecture instantanée de la température au moment de l'échantillonnage.

6.1.2 Prise d'échantillons

Lors du cycle de production standard d'un lopin semi-solide décrit ci-dessus, des échantillons doivent être prélevés et refroidis très rapidement à divers moments. Un tuyau sur lequel est fixée une seringue est inséré dans la pâte semi-solide afin d'en aspirer quelques grammes au moment voulu. L'échantillon est toujours prélevé au centre et à la mi-hauteur du lopin, soit à proximité de l'endroit où se situe le thermocouple. Par la suite, le tuyau est retiré et placé dans un matériau de trempe quelconque. Différentes stratégies ont été étudiées afin de déterminer la démarche permettant d'obtenir un échantillon représentatif de la pâte tout en ayant le refroidissement le plus rapide possible. Le temps et la température au moment de l'échantillonnage doivent être notés. L'échantillonnage fait descendre la température de la pâte de quelques degrés et laisse une cavité dans le lopin. Pour limiter ces causes d'erreur, un seul échantillon peut être extrait par lopin fabriqué.

Deux matériaux de trempe ont été évalués, : l'eau et la glace sèche. Quatre matériaux différents ont été utilisés pour les tuyaux : le cuivre, l'acier, le laiton et la céramique (Al_2O_3). Dans certains cas, une extrémité en céramique était ajoutée aux tuyaux métalliques afin que ce soit un matériau isolant qui entre en contact en premier avec la pâte d'aluminium. Les tuyaux métalliques étaient recouverts de béton réfractaire sur une longueur d'environ 200 mm à l'extrémité plongée dans la pâte. Cet ajout a été fait afin de s'assurer que la chaleur extraite par le tuyau provenait principalement de l'échantillon et non du lopin. Diverses épaisseurs de couches de béton ont également été étudiées. Au total, huit différents tuyaux ont été évalués. Le Tableau 10 présente les spécifications de chacun d'eux. La Figure 40 présente quelques exemples des tuyaux utilisés pour la prise d'échantillons. Les tuyaux avaient tous une longueur approximative de 45 cm.

Matériau du tuyau	Dimension* (mm)	Spécification	Numéro
Cuivre Cu 99,9 %	$D_{in} = 7,7$ $e = 0,9$	Béton mince	1
		Béton épais	2
		Extrémité en céramique	3
Acier Fe 95%	$D_{in} = 6,0$ $e = 1,0$	Béton mince	4
		Béton épais	5
		Extrémité en céramique	6
Laiton Cu 85 %, Zn 15 %	$D_{in} = 9,5$ $e = 2,1$	Béton épais	7
Céramique Al_2O_3 99,8 %	$D_{in} = 8,0$ $e = 1,5$		8

* D_{in} est le diamètre interne du tuyau, e est l'épaisseur du tuyau

Tableau 10 : Spécifications des tuyaux utilisés pour l'échantillonnage.

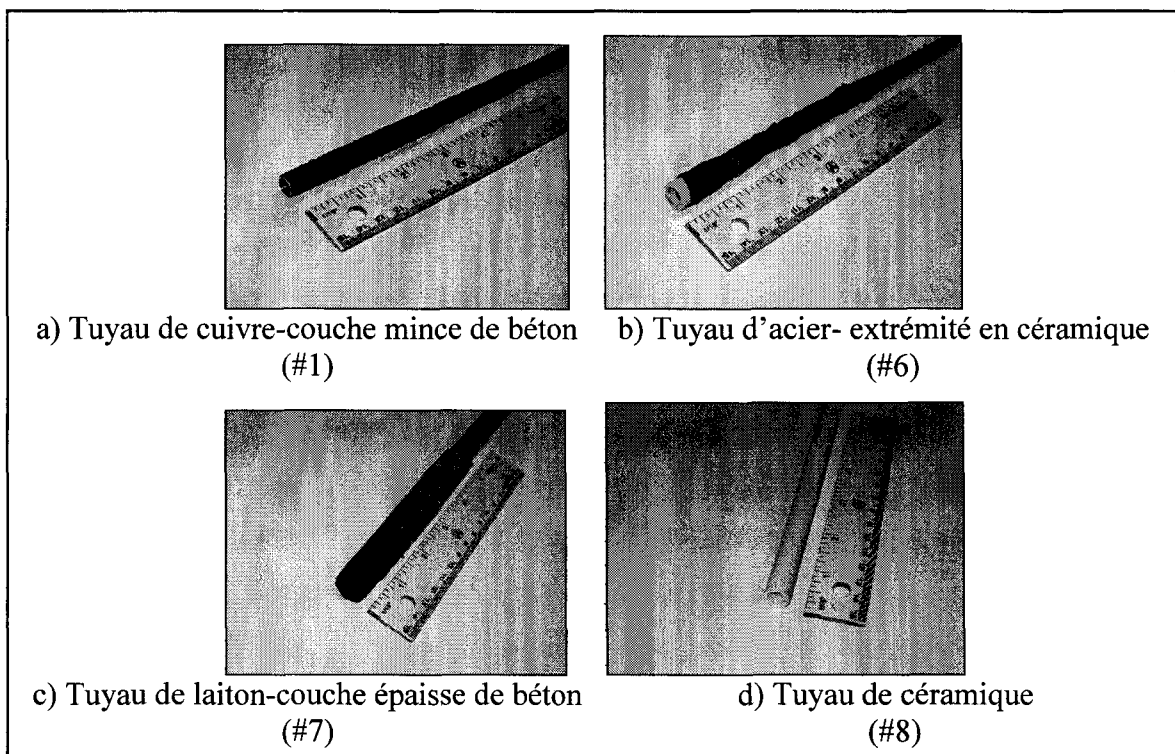


Figure 40 : Exemples de tuyaux utilisés pour la prise d'échantillons.

6.1.3 Analyse d'images

Les échantillons prélevés ont ensuite été préparés pour l'analyse au microscope optique. Ils ont d'abord été coupés selon leur axe longitudinal afin de vérifier leur homogénéité et ainsi pouvoir vérifier s'ils sont représentatifs de l'endroit où ils ont été prélevés. Les échantillons ont ensuite été coupés selon leur axe radial pour permettre la prise de mesures quantitatives de la fraction solide et de l'espacement interdendritique.

L'analyse métallographique a été réalisée avec un microscope optique inversé Olympus GX71. Ce microscope était couplé au logiciel d'analyse d'image de la compagnie Clémex

(Clemex Vision – Professional Edition) permettant la description quantitative des échantillons. La caméra du système permet d’abord de numériser l’image de la microstructure. Par la suite, un traitement est fait sur l’image de manière à faire ressortir les caractéristiques qui sont à l’étude. Deux routines ont été écrites à l’aide de ce logiciel. La première était pour en calculer la fraction solide tandis que l’autre était pour mesurer l’espacement interdendritique. Ces deux mesures ont été prises sur plusieurs champs pour chaque coupe radiale des échantillons. La Figure 41 présente le patron utilisé. La valeur moyenne a été utilisée pour quantifier la fraction solide ainsi que l’espacement interdendritique global de l’échantillon.

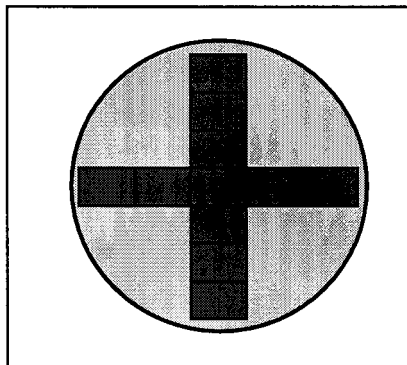


Figure 41 : Patron des mesures prises par analyse d’image.

6.2 Résultats et discussion

L’analyse des méthodes d’échantillonnage proposées s’est faite en trois étapes. D’abord, une étude a été réalisée pour déterminer le matériau de trempe le plus efficace. Ensuite, les échantillons provenant des différents tuyaux utilisés ont été étudiés pour évaluer lesquels des tuyaux permettaient la prise d’échantillons représentatifs de la pâte.

Finalement, les méthodes retenues ont été utilisées pour prendre des séries d'échantillons et tenter de quantifier la fraction solide.

6.2.1 Évaluation des matériaux de trempe

L'eau et la glace sèche ont été utilisées pour tremper les tuyaux immédiatement après l'échantillonnage. Des tuyaux de cuivre ayant une couche de béton mince ainsi que des tuyaux de céramiques ont été utilisés pour comparer les taux de refroidissement des deux matériaux de trempe. Le Tableau 11 montre une photo de la microstructure (grossissement de 50X) pour chacune des combinaisons évaluée. Ce tableau inclut aussi l'espacement interdendritique mesuré de la phase qui était liquide avant la trempe et le taux de refroidissement correspondant. Le calcul du taux de refroidissement a été fait à partir de l'Équation 21 de la page 43 en utilisant des valeurs de n et de B de 0,3038 et 40,25 [49]. Il est à noter que l'évaluation de l'espacement interdendritique a été faite dans un but de comparaison pour être en mesure de déterminer le matériau de trempe le plus efficace. Les résultats obtenus ne doivent pas être interprétés comme des valeurs absolues, mais plutôt comme des valeurs relatives. Un minimum de soixante mesures ont été prises par échantillon. Ces résultats permettent de constater que la glace sèche est beaucoup moins efficace que l'eau, surtout lors de l'emploi d'un tuyau de céramique. Malgré que la glace sèche soit très froide ($\sim -80^{\circ}\text{C}$), le contact avec le tuyau n'est pas très bon dû à la consistance neigeuse de la glace sèche et le transfert de chaleur n'est pas efficace. Lors de l'emploi des tuyaux de cuivre, le matériau de trempe a eu peu d'effet sur le taux de

refroidissement. Comme la conductivité thermique du cuivre est élevée et qu'il est recouvert de béton isolant, c'est lui qui absorbe en grande partie la chaleur permettant de solidifier l'échantillon. À la suite de ces essais, l'eau a toujours été utilisée pour tremper les échantillons. C'est le matériau de trempe qui permet d'obtenir le refroidissement le plus rapide et qui est aussi le plus facile d'utilisation.

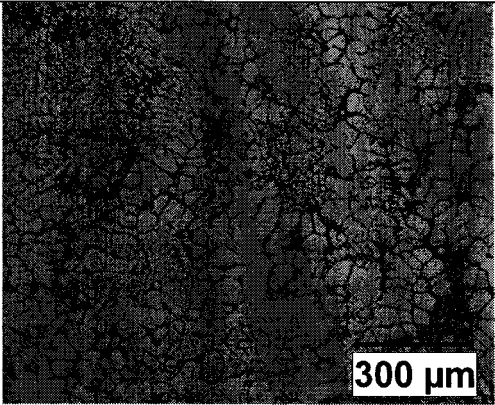
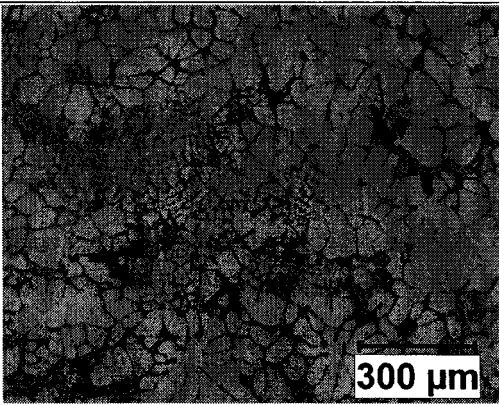
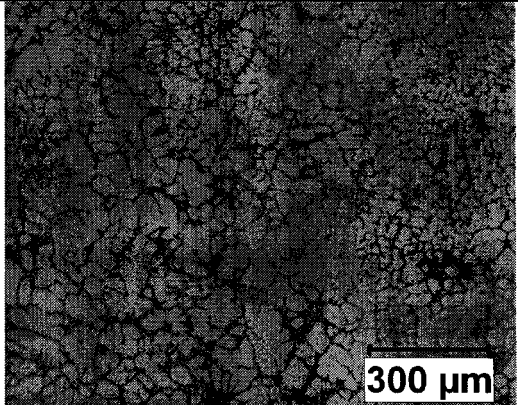
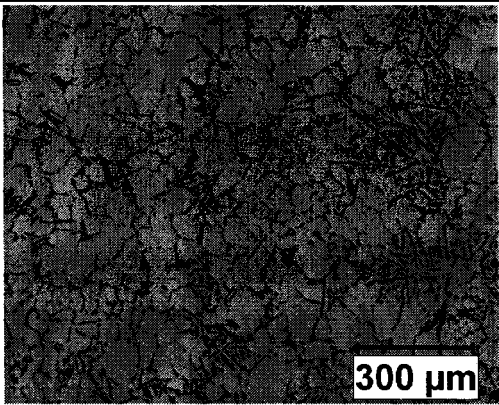
	Eau	Glace sèche
Cuivre	 <p>300 μm</p> <p>6,3 μm / 448 $^{\circ}\text{C/s}$</p>	 <p>300 μm</p> <p>6,6 μm / 384 $^{\circ}\text{C/s}$</p>
Céramique	 <p>300 μm</p> <p>6,3 μm / 448 $^{\circ}\text{C/s}$</p>	 <p>300 μm</p> <p>19,2 μm / 11 $^{\circ}\text{C/s}$</p>

Tableau 11 : Microstructure, espacement interdendritique et taux de refroidissement correspondant pour différentes combinaisons de matériau de trempe/tuyaux.

6.2.2 Évaluation des démarches proposées

À la suite de l'analyse des matériaux de trempe, les différents types de tuyaux présentés au Tableau 10 ont été utilisés pour prendre des échantillons qui ont ensuite été trempés dans l'eau. Les échantillons obtenus ont été coupés selon leur axe transversal pour vérifier si l'échantillon était homogène sur toute sa longueur. Cette étape permet de s'assurer que l'échantillon est représentatif de la pâte à l'endroit où il a été prélevé. L'analyse d'image n'a pas été utilisée à cette étape, seule une évaluation qualitative des échantillons a été faite.

On a d'abord observé lors de l'emploi des tuyaux métalliques ayant une couche de béton épaisse ou extrémité en céramique (# 2-3-5-6-7 du Tableau 10) qu'un bouchon de globules se formait à l'entrée du tuyau et que seule une petite quantité de liquide était aspirée à l'intérieur du tuyau au moment de l'échantillonnage. La Figure 42 montre des exemples de ce phénomène. Tout porte à croire qu'au contact du tuyau froid, la pâte d'aluminium subit un choc thermique et solidifie extrêmement rapidement. Le réseau interconnecté de globules solides s'accumule alors rapidement à l'entrée du tuyau et forme un bouchon. Les tuyaux de cuivre, d'acier et de laiton qui ont une couche de béton épaisse ou une extrémité en céramique ne permettent donc pas de prélever un échantillon représentatif de la pâte et d'évaluer sa fraction solide.

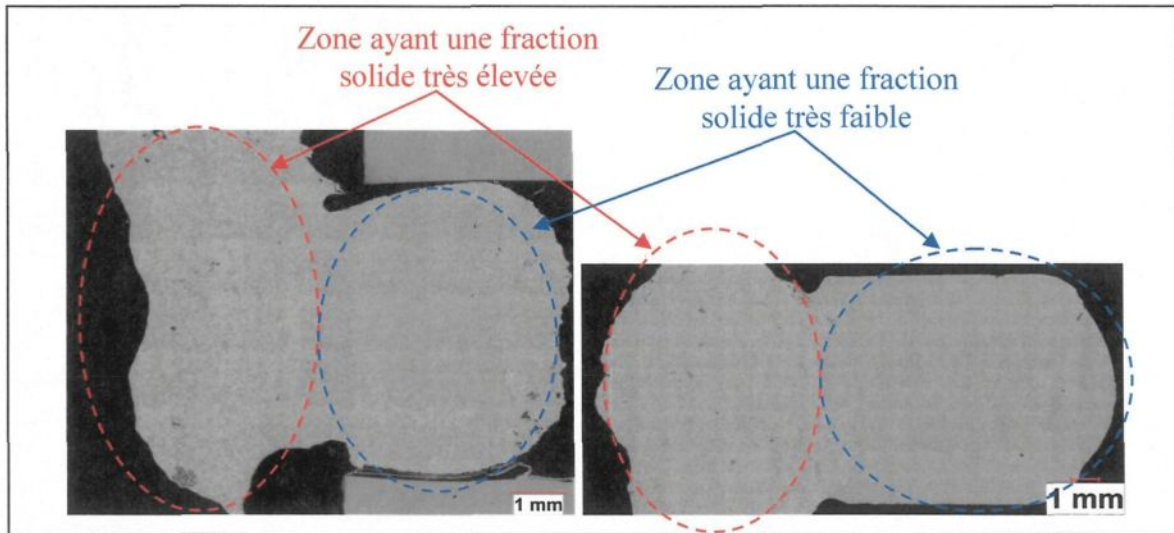


Figure 42 : Formation d'un bouchon solide à l'entrée des tuyaux.

Les photos des coupes transversales des tuyaux d'acier et de cuivre ayant une couche mince de béton ainsi que ceux de céramique sont montrées à la Figure 43 (# 1-4-8 du Tableau 10). On voit bien sur ces photos que les échantillons sont homogènes et que la fraction solide est constante sur toute la longueur. On peut donc supposer que la fraction solide est la même que celle de la pâte à l'endroit où l'échantillon a été pris. L'épaisseur de la couche de béton appliquée sur les tuyaux métalliques a donc un impact important sur la qualité des échantillons prélevés. En effet, lorsque la couche de béton est trop épaisse, un bouchon de globules solides se forme à l'entrée et il n'y a alors que du liquide qui est aspiré. Si la couche de béton est assez mince, le tuyau est légèrement réchauffé lorsqu'il est plongé dans la pâte et ainsi, le choc thermique est moins important et la pâte peut pénétrer correctement dans le tuyau.

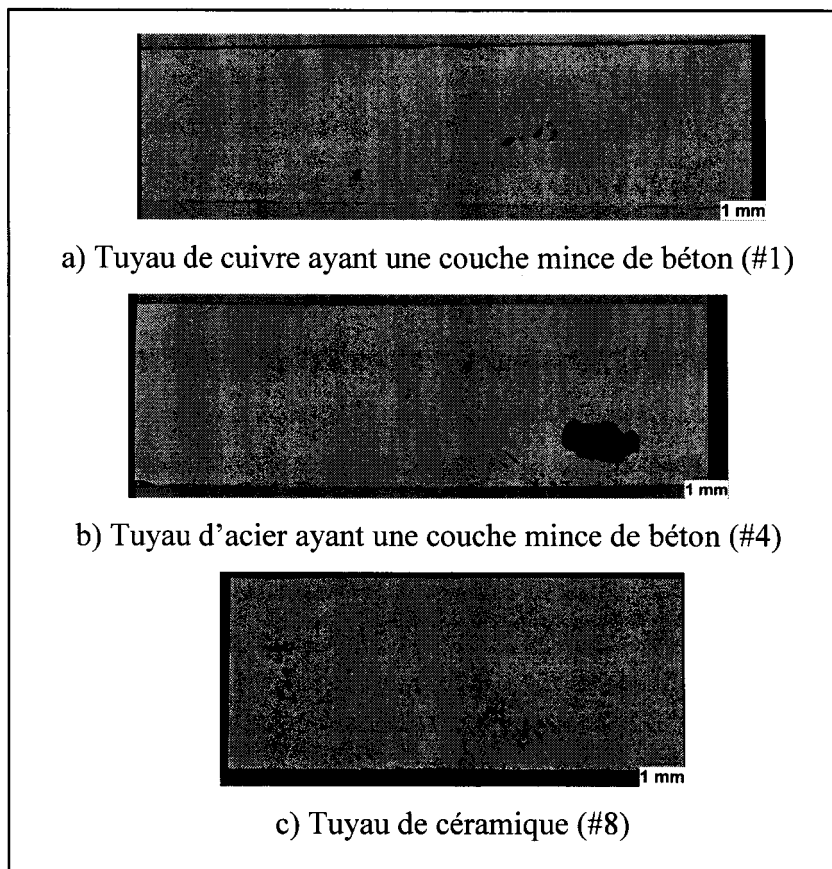


Figure 43 : Coupe transversale d'échantillons prélevés avec différents tuyaux utilisés.

6.2.3 Évaluation de la fraction solide des échantillons

L'examen de la microstructure des échantillons coupés selon l'axe transversal a donc permis de constater que seuls les tuyaux de céramique, de cuivre et d'acier ayant une couche de béton mince permettent de prélever un échantillon représentatif de la pâte. À la suite de ses observations, deux séries d'échantillons ont été prélevées dans la pâte à différents moments en utilisant des tuyaux de céramique et de cuivre. Il est à noter que les tuyaux d'acier auraient aussi pu être utilisés, mais comme il donnait des résultats

semblables à ceux obtenus avec les tuyaux de cuivre, ils n'ont pas été utilisés. Le cuivre a été préféré à l'acier en raison de sa meilleure conductivité thermique.

La première série d'échantillonnage a été faite en utilisant des tuyaux de céramique. Des échantillons ont été pris après 15, 20, 25, 30, 35, 40 et 45 secondes de brassage des lopins produit par le procédé SEED. Les échantillons ont ensuite été coupés selon l'axe radial pour évaluer la fraction solide de la pâte. La Figure 44 montre une mosaïque de quelques-uns des échantillons. À première vue, on constate que la fraction solide augmente lorsque l'échantillon est prélevé après une plus longue période de brassage, ce qui est tout à fait conforme aux attentes. L'échantillon d, pris après 35 secondes, est par contre une exception à cette tendance. Cet échantillon a en effet une fraction liquide très élevée et peu de particules solides avant la trempe ont pénétré à l'intérieur du tuyau. Comme cet échantillon a été pris à la fin du brassage, après un certain temps de refroidissement, il devrait avoir une portion de solide beaucoup plus importante. Tout indique que lors de la prise de cet échantillon, la fraction solide de la pâte était relativement élevée et sa viscosité était trop grande pour permettre un écoulement correct dans le tuyau. Ce type de problème associé à une fraction solide et une viscosité trop élevées a déjà été soulevé dans la littérature [57].

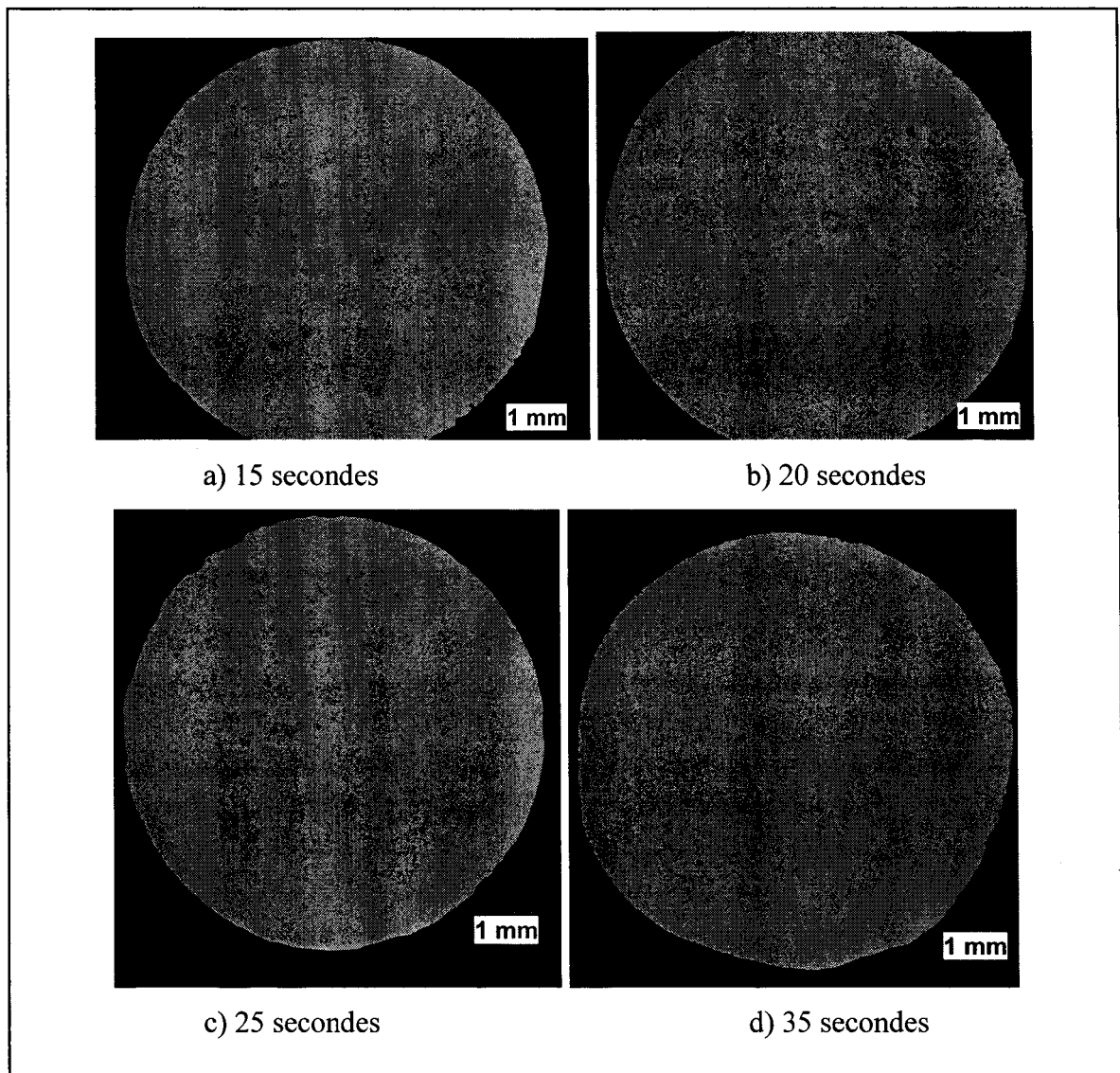


Figure 44 : Échantillons prélevés à différents temps avec des tuyaux de céramique.

Une deuxième série d'échantillons a été prélevée avec des tuyaux de cuivre recouverts d'une couche mince de béton. Des échantillons ont été pris à différents temps dans le cycle de brassage du procédé SEED et trempés dans l'eau. Ils ont par la suite été coupés de façon radiale. La Figure 45 montre des exemples de la microstructure des échantillons. La phase

primaire qui s'est solidifiée dans le creuset d'acier au cours du procédé SEED est beaucoup moins globulaire que ce qui était attendu. On observe en effet plusieurs structures en forme de dendrites, de dendrites dégénérées et de rosettes. Il est donc très difficile de distinguer la phase primaire de la phase secondaire qui était liquide au moment de l'échantillonnage et qui s'est solidifiée lors de la trempe.

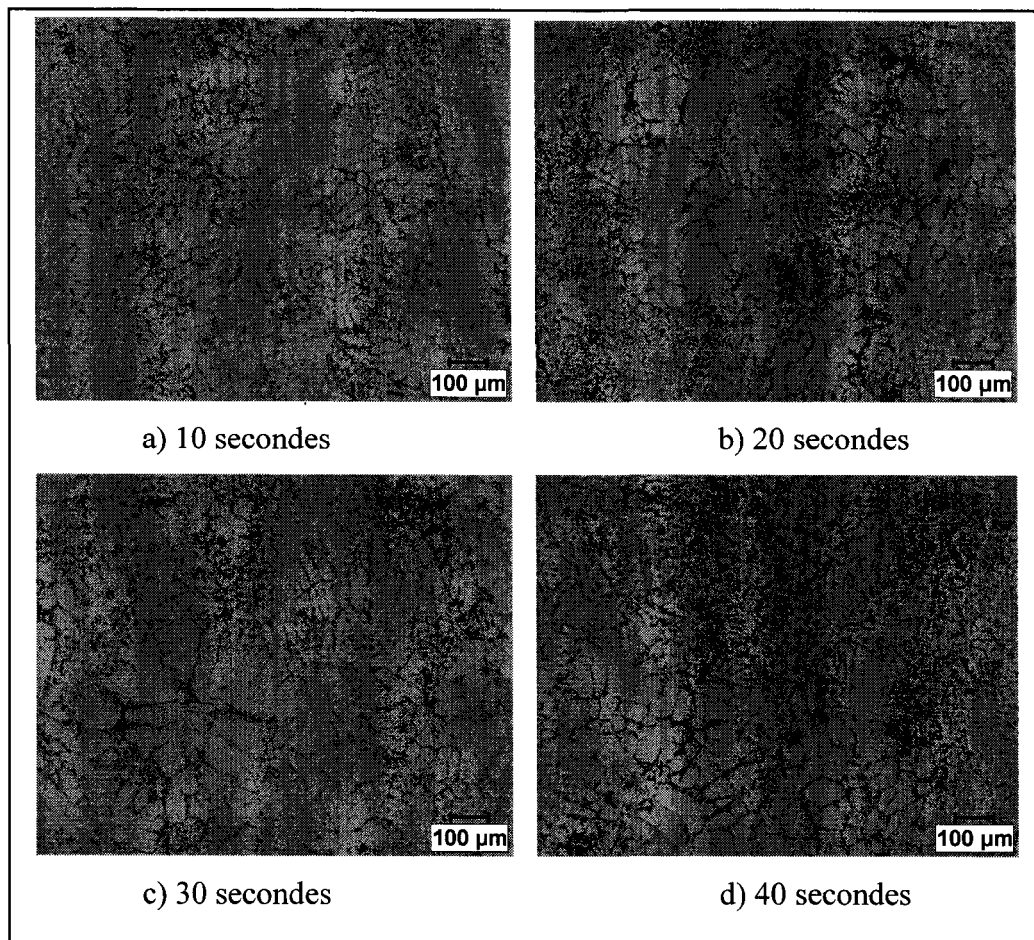


Figure 45 : Échantillons prélevés à différents temps avec des tuyaux de cuivre.

Les observations métallographiques des échantillons prélevés ont fait ressortir la difficulté de quantifier de façon juste et précise la fraction solide et ce, autant avec les

tuyaux de céramiques qu'avec ceux de cuivre. Il est en effet pratiquement impossible d'identifier la phase primaire, solide avant la trempe, et la phase secondaire, liquide avant la trempe. La Figure 46a représente la microstructure d'un échantillon prélevé avec un tuyau de céramique après 20 secondes de brassage. Cet exemple montre à quel point il est difficile de séparer la phase primaire de la phase secondaire. Il y a en effet sur cette photo plusieurs formes à caractère dendritique qui pourraient tout aussi bien être une particule de phase primaire qu'une particule de phase secondaire qui aurait grossi pendant la trempe. Sur la Figure 46b, l'analyse d'image a été utilisée pour quantifier l'aire occupée par les particules qui pourraient appartenir à l'une ou l'autre des phases. Les particules appartenant à cette zone grise sont pratiquement impossibles à identifier. Cette région, colorée en vert, représente environ 40% de la surface totale, ce qui est énorme. Cette cause d'erreur est beaucoup trop importante pour tenter de quantifier la fraction solide. La région en bleu correspond à l'eutectique et la région en rouge représente une partie qui appartient assurément à la phase secondaire. Cette photo n'est qu'un exemple, mais l'ensemble des échantillons observés ont soulevé les mêmes difficultés. L'examen de la microstructure des échantillons prélevés a donc permis de conclure qu'il est impossible de mesurer de façon relativement exacte la fraction solide de la pâte à partir des méthodes proposées. Les difficultés rencontrées sont causées par la morphologie des particules de la phase primaire qui n'est pas complètement globulaire et de leur taille relativement petite, ce qui les rend difficile à distinguer de la phase secondaire.

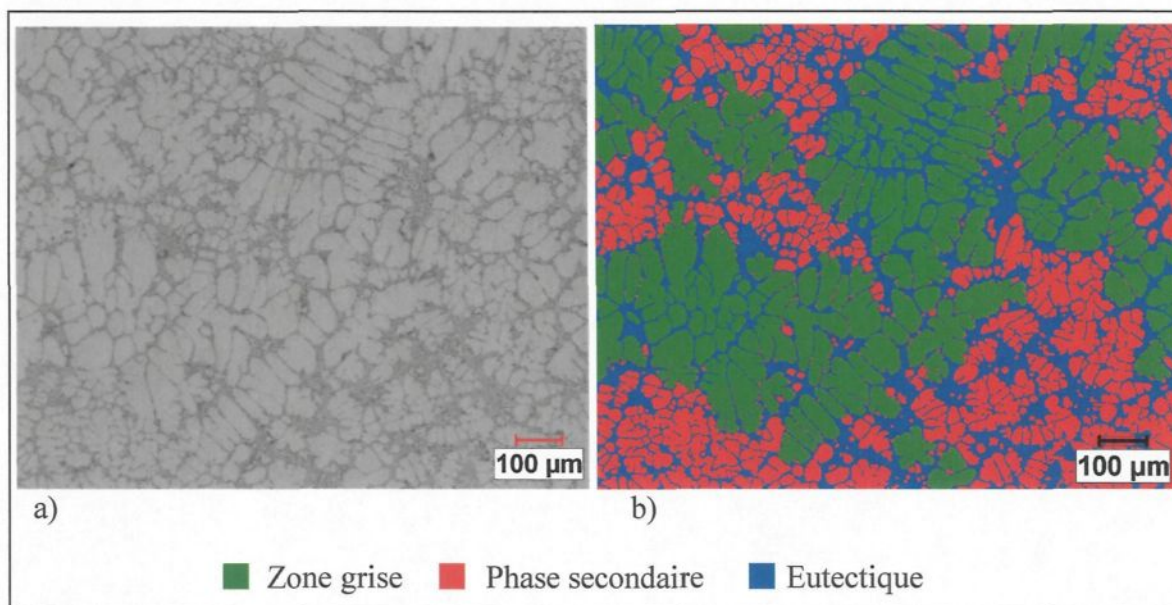


Figure 46 : a) Microstructure d'un échantillon prélevé avec un tuyau de céramique après 20 secondes de brassage. b) Utilisation de l'analyse d'image pour mettre en évidence la difficulté de quantifier la fraction solide.

La caractérisation de la fraction solide à partir d'un échantillon trempé a été présentée abondamment dans la littérature. En thixomoulage notamment, cette méthode a beaucoup été utilisée pour connaître la fraction solide de la pâte [19, 60]. Différentes raisons peuvent expliquer les difficultés rencontrées pour quantifier la fraction solide pour le procédé SEED. La cause principale est certainement le temps de maintien dans la région semi-solide qui n'est pas suffisamment long pour permettre la maturation des globules. En thixomoulage le temps de maintien varie entre habituellement entre 3 et 15 minutes [10]. Ce maintien à l'état semi-solide, combiné à un taux de cisaillement, permet aux particules solides d'évoluer vers une morphologie globulaire et d'augmenter de volume. Cette

maturation des particules solides s'explique par les phénomènes de mûrissement d'Ostwald et de coalescence. Lors du maintien dans la région semi-solide, les petites particules disparaissent au profit des plus grosses par diffusion, c'est ce qu'on nomme le mûrissement d'Ostwald. La coalescence quant à elle consiste en la réunion de deux particules solides par frittage. Un temps de maintien suffisamment long permet donc aux particules solides d'évoluer vers une forme globulaire et de grossir et ainsi de se distinguer plus facilement de la phase secondaire dendritique qui se forme lors de la trempe. Plusieurs recherches ont fait ressortir l'influence du temps de maintien dans la région semi-solide sur la morphologie et la taille des particules solides notamment en thixomoulage [58, 59]. La caractérisation de la fraction solide a aussi été faite en rhéomoulage. Par contre, les études qui existent analysent la fraction solide en fin de procédé, au moment où la pâte est prête pour le moulage [60, 61, 62]. L'étude de la fraction solide est donc toujours réalisée après une période de maturation des particules solides, ce qui facilite l'analyse d'images. Les échantillons prélevés dans les lopins produits par le procédé SEED ont été extraits au tout début de la solidification, les particules solides étaient donc relativement petites et avaient une morphologie en forme de dendrites et de rosettes. La distinction entre la phase primaire solide avant la trempe et la phase secondaire liquide avant la trempe est alors très difficile.

La température de versement du métal liquide a aussi une influence sur la microstructure. En effet, plus le métal est versé à une température près du liquidus et plus la microstructure sera dendritique plutôt que globulaire. Cet effet a été reporté pour différents procédés de rhéomoulage [63, 64], mais aussi pour le procédé SEED [65]. Ce serait les

phénomènes de germination au début de la solidification qui expliqueraient l'impact de la température de versement sur la microstructure. Lorsque la température de versement est près du liquidus, la germination se produit rapidement alors que le liquide est encore en mouvement dans le creuset. Cette dynamique contribue à fracturer les bras dendritiques et à produire une grande quantité de germes, ce qui se traduit par une microstructure globulaire. Dans le procédé SEED, la température de versement est de 645°C, ce qui est relativement près du liquidus du A356 (614°C) et donc, les conditions ne sont pas optimales pour l'obtention d'une structure complètement globulaire.

Le taux de refroidissement a aussi un effet important sur la microstructure. Des recherches ont montrés que pour avoir une microstructure globulaire, le taux de refroidissement doit être suffisamment lent [64, 66]. Lorsque le taux de refroidissement augmente, les particules passent graduellement de globules à rosettes et finalement à dendrites. Ce phénomène s'explique par le rejet de soluté dans la phase liquide. Lorsque le taux de refroidissement est élevé, le rejet de soluté est rapide et alors, les fortes instabilités à l'interface favorisent la croissance des bras dendritiques. Dans le procédé SEED, le taux de refroidissement moyen en régime permanent est d'environ 10 K/min, ce qui est appréciable. La formation de rosettes plutôt que de globules est favorisée, rendant d'autant plus difficile la caractérisation de la fraction solide.

La fraction solide de la pâte produite par le procédé SEED n'a donc pas pu être déterminée à partir des méthodes d'échantillonnage proposées. Il est en effet très difficile

d'identifier la phase primaire s'étant solidifiée en cours de procédé parce que les particules ont une forme de dendrites, de dendrites dégénérées et de rosettes et qu'elles sont relativement petites. Elles ont donc une morphologie et une taille trop semblables aux particules de la phase secondaire pour être distinguables. Ce problème est principalement dû à un échantillonnage beaucoup trop tôt après le début de la solidification et alors les particules solides n'ont pas eu le temps de mûrir vers une forme globulaire et de grossir. La température de versement relativement près du liquidus et le taux de refroidissement rapide nuisent aussi à la formation de globules et rendent difficile l'analyse d'images.

7

ANALYSE THERMIQUE

Deux types d'analyse thermique ont été réalisés. Une première série de mesures a été faite en utilisant un petit creuset de graphite. Cette étape a permis de se familiariser avec l'analyse thermique et d'obtenir des résultats pour d'un refroidissement près de l'équilibre. Ensuite, une analyse thermique a été appliquée au procédé SEED. Ces manipulations ont permis d'évaluer l'évolution de la fraction solide propre au procédé SEED.

7.1 Démarche expérimentale

7.1.1 Analyse thermique utilisant un creuset de graphite

Une analyse thermique a d'abord été réalisée en suivant une démarche expérimentale standard décrite dans la littérature. Cette méthode a été abordée précédemment à la section 2.2.3 - Analyse thermique. L'aluminium est tout d'abord fondu dans un four à une température de 800°C. Ensuite, une certaine quantité du métal en fusion est versée dans un creuset de graphite. Ce creuset doit être préalablement chauffé aux alentours de 600°C en étant plongé directement dans le métal en fusion. Cette étape permet d'éviter que le creuset n'absorbe trop de chaleur provenant de l'aluminium et afin que le refroidissement se

produise très lentement. Quatre thermocouples ont été utilisés pour mesurer la température à différents endroits. Trois de ces thermocouples de type K 0,813 mm (0,032") étaient situés dans la pâte semi-solide à la mi-hauteur du creuset, à diverses distances de la paroi. Un dernier thermocouple de surface de type K était placé sur la paroi externe du creuset également à la mi-hauteur. L'utilisation d'un thermocouple de surface est une nouveauté par rapport à l'analyse thermique classique présentée dans la littérature. Ce thermocouple permettra de connaître l'énergie absorbée par le creuset et l'énergie perdue à sa surface par convection et par rayonnement. La Figure 47 montre les dimensions du creuset utilisé ainsi que l'emplacement des thermocouples. Les mesures de température ont été enregistrées jusqu'à ce que l'aluminium soit complètement solidifié, soit à une température de 350°C. Suite à l'analyse thermique, le lopin obtenu a été coupé selon l'axe radial à mi-hauteur afin de mesurer de façon précise l'emplacement des thermocouples.

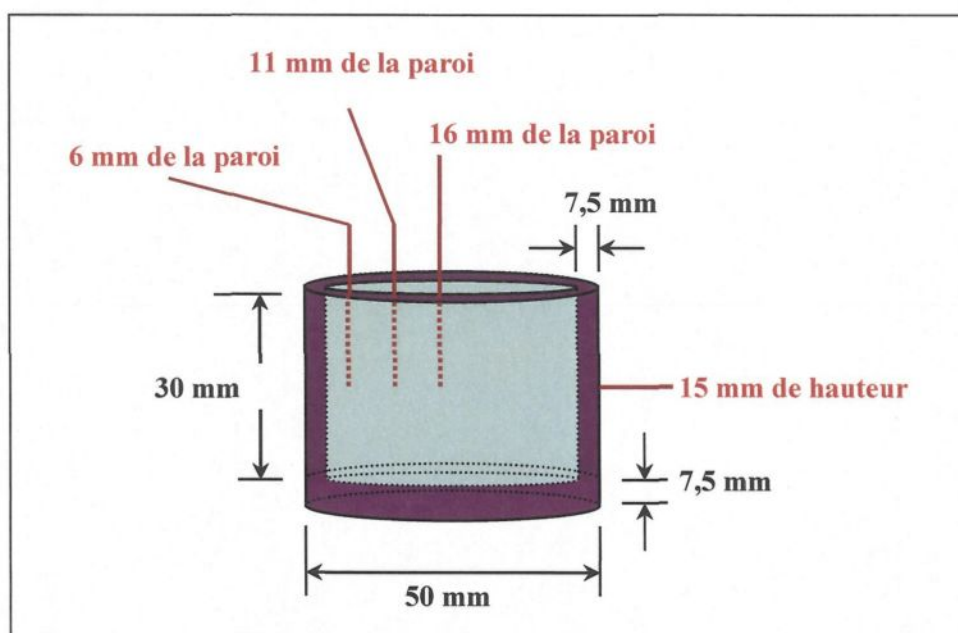


Figure 47 : Creuset de graphite utilisé et emplacement des thermocouples.

Un module d'acquisition de données de la compagnie DATAQ Instruments (modèle D1-718B) a été utilisé pour recueillir les mesures de température. Ce module était relié à un ordinateur (Pentium 3 de Dell) permettant d'enregistrer les données. Le logiciel Windaq Acquisition de DATAQ Instruments permettait d'exploiter l'ensemble du système d'acquisition. Les mesures de température ont été enregistrées avec une fréquence de 20 Hz. Avant chaque campagne de prise de mesures, le module d'acquisition était calibré à partir d'un appareil Omega (CL25).

Afin de procéder à l'analyse thermique, il est important de connaître l'émissivité du creuset puisque qu'une quantité importante de chaleur est perdue par rayonnement. L'émissivité du creuset a été déterminée à l'aide d'une caméra infrarouge (Flir, Thermacam SC3000) et d'un thermocouple de surface de type K. Le creuset était d'abord rempli d'aluminium liquide afin qu'il atteigne une température comparable à celle retrouvée lors de l'analyse thermique. La caméra était ensuite pointée vers le creuset et la mise au point était faite sur un point adjacent à l'emplacement du thermocouple de surface. Par la suite, l'émissivité était ajustée dans le système d'exploitation de la caméra infrarouge de façon à ce que la caméra et le thermocouple de surface indiquent la même température. L'émissivité trouvée correspond à celle du creuset.

7.1.2 Analyse thermique dans le procédé SEED

L'analyse thermique a aussi été effectuée à l'intérieur d'un lopin produit par le procédé SEED. Ce procédé est décrit en détail à la section 6.1.1 - Description du montage et du procédé. Cependant, plutôt que de procéder au cycle standard (45 secondes brassage – 10 secondes repos – 45 secondes drainage), lorsque le creuset était rempli d'aluminium, il était agité à 150 rpm pour une période de 15 minutes, soit le temps nécessaire pour que l'aluminium se solidifie complètement et atteigne la température voulue d'environ 350°C.

Pendant le refroidissement du système, la même procédure de prise de mesures de la température réalisée lors de l'analyse thermique utilisant un creuset de graphite a été reprise. Quatre thermocouples ont permis de mesurer la température. Trois thermocouples de type K 0,813 mm (0,032") étaient situés dans la pâte semi-solide à la mi-hauteur du lopin et à différentes distances de la paroi. Un thermocouple de surface de type K était placé sur la paroi externe du creuset à la mi-hauteur du lopin. La Figure 48 montre l'emplacement des thermocouples et les dimensions du creuset. Cette analyse fut effectuée à l'aide du même système d'acquisition de données employé lors de l'analyse thermique de la section précédente. L'émissivité du creuset d'acier SEED fut également mesurée de la même façon que pour celui en graphite.

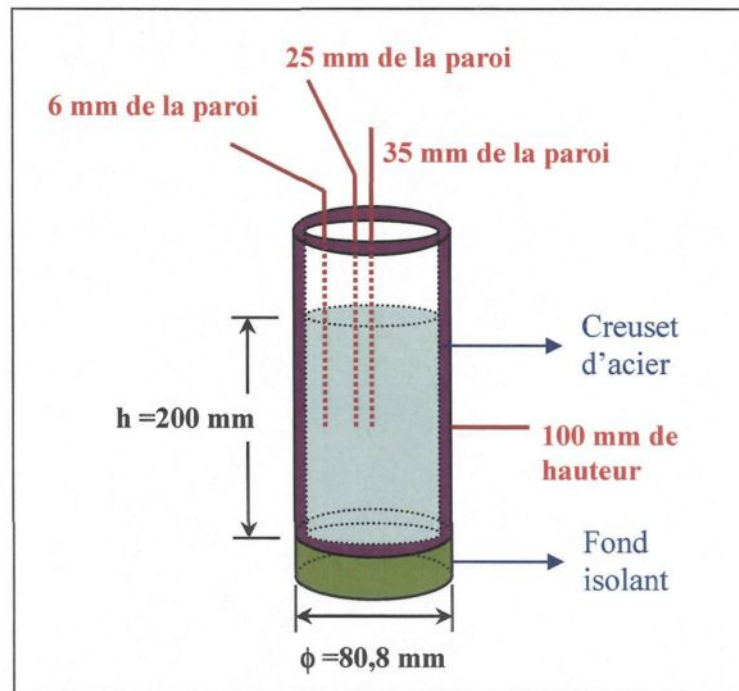


Figure 48 : Emplacement des thermocouples utilisés pour l'analyse thermique.

Dans cette méthode d'analyse thermique, deux différences majeures sont à noter comparativement à la démarche classique. Tout d'abord, le creuset utilisé est généralement préchauffé afin que l'équilibre thermique soit atteint dès le début de la prise de mesure. Dans l'analyse thermique réalisée pour le procédé SEED, le creuset est initialement à la température de la pièce. Il faudra donc tenir compte de l'énergie absorbée par le creuset lors des calculs. Ensuite, dans la méthode classique, le métal en fusion est versé dans le creuset à une température bien supérieure au liquidus tandis que pour la démarche appliquée au procédé SEED la température de versement de l'aluminium est de 645°C , ce qui est très près du liquidus.

7.2 Analyse, résultats et discussion

Une approche différente de celle présentée dans la littérature a été utilisée pour calculer l'évolution de la fraction solide à partir des courbes de température. Une courbe de base est habituellement tracée pour isoler la chaleur latente de la réaction de solidification. Par ailleurs, cette approche est discutable puisqu'il y a beaucoup d'incertitudes reliées à l'évaluation de la courbe de base et plusieurs démarches différentes ont été proposées pour la déterminer. Une nouvelle démarche a donc été développée pour s'affranchir des causes d'erreur associées à la courbe de base. Cette démarche repose sur le calcul de l'enthalpie du lopin d'aluminium à partir des mesures de température et de l'évaluation quantitative de l'énergie perdue par le lopin. La première étape de cette nouvelle démarche est de calculer l'énergie perdue par le lopin d'aluminium. À partir de ces calculs, l'évolution de l'enthalpie du lopin peut être connue. Finalement, la fraction solide est calculée en supposant que la proportion d'énergie dégagée depuis le début de la solidification est proportionnelle à la fraction solide. Des calculs ont été faits pour valider cette hypothèse, les résultats sont présentés en annexe. La Figure 49 présente un schéma montrant les différentes étapes nécessaires au calcul de la fraction solide à partir de la nouvelle démarche développée.

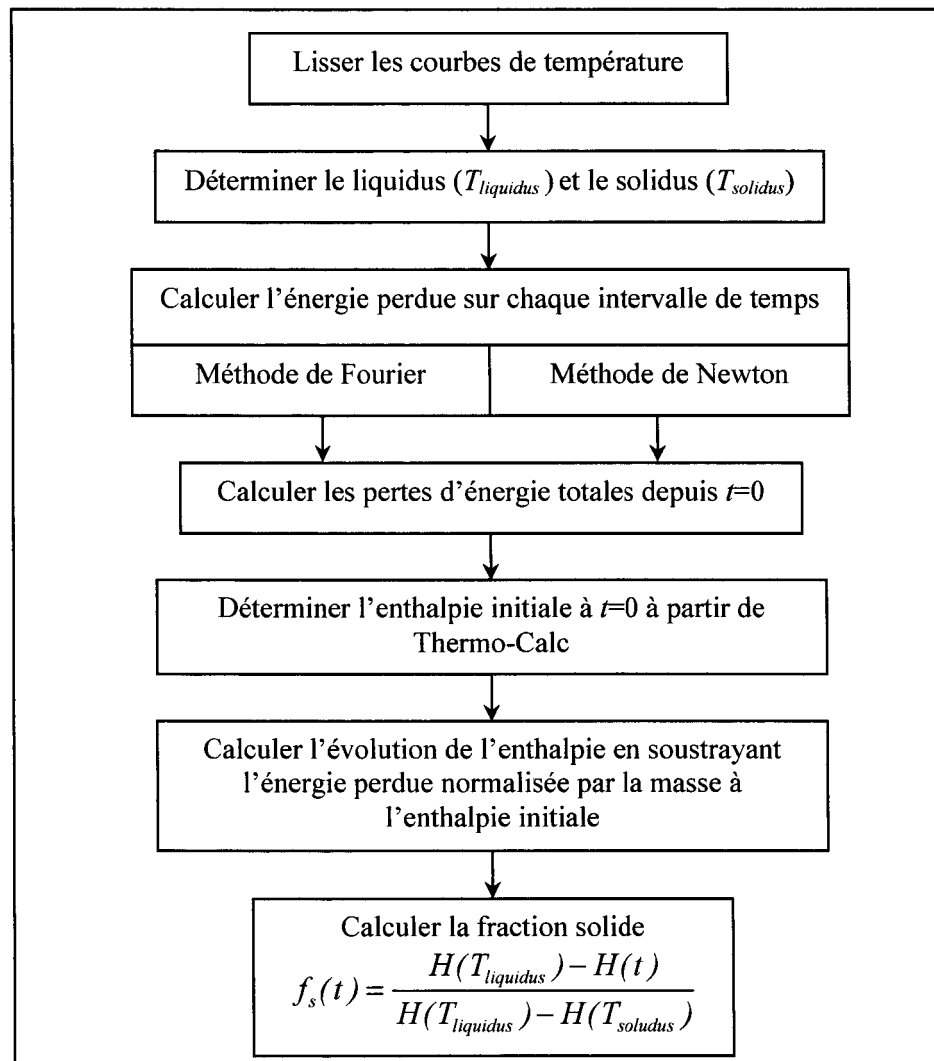


Figure 49 : Schéma présentant les étapes nécessaires au calcul de la fraction solide.

Les résultats de l'analyse thermique sont plus précis si on tient compte de la variation des propriétés du lopin en fonction de la température et de la fraction solide. Ceci peut être réalisé à partir d'un processus itératif de calculs. En première approximation, les propriétés ont été considérées comme constantes. Une première courbe de fraction solide en fonction de la température a pu être tracée. Ensuite, l'évolution de la fraction solide a permis de calculer les propriétés en fonction de la température et de la fraction solide. Ces nouvelles

valeurs de propriétés ont été par la suite utilisées pour calculer une nouvelle courbe de fraction solide. Le processus a été reproduit jusqu'à la convergence des résultats, soit jusqu'à ce que la différence entre l'ancien et le nouveau calcul soit inférieure à 0,001. Les valeurs utilisées pour la première approximation ainsi que les valeurs qui sont fonction de la température et de la fraction solide pour le calcul final sont présentées dans un tableau en annexe. Ce tableau présente aussi toutes les valeurs numériques utilisées pour l'analyse thermique. Comme il a été expliqué à la section précédente, deux types d'analyse thermique ont été réalisés, soit une analyse thermique utilisant un creuset de graphite et une analyse thermique à l'intérieur d'un lopin produit par le procédé SEED.

7.2.1 Analyse thermique utilisant un creuset de graphite

7.2.1.1 Filtrage des courbes de température

Les courbes de température mesurées ont tout d'abord été lissées pour réduire le bruit. Pour ce faire, un filtre linéaire butterworth a été utilisé. Ce filtre traite le signal d'entrée par l'application d'un opérateur linéaire de façon à atténuer le bruit dans le signal de sortie. Les filtres butterworth sont conçus pour obtenir un gain le plus constant possible dans la bande de fréquences passante, mais nul dans la bande de coupure. Ainsi, les légères oscillations résultantes de la prise de mesures sont atténuées. La Figure 50 montre les courbes de température mesurées dans l'aluminium et à la surface du creuset de graphite obtenues après le lissage. Les incertitudes de mesure engendrées par le bruit sont de l'ordre de 1°C.

Ces courbes ont subi une translation horizontalement pour faire correspondre la température maximale enregistrée au temps initial.

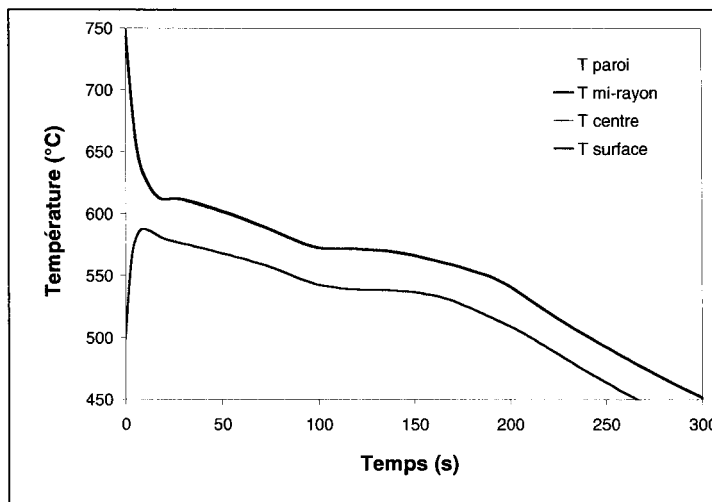


Figure 50 : Courbes de température mesurées dans l'aluminium et à la surface du creuset.

7.2.1.2 Détermination des températures de liquidus et de solidus

L'analyse thermique commence ensuite par la détermination des températures de liquidus et de solidus. Le liquidus correspond à la température maximale atteinte juste après la surfusion, comme le montre la Figure 51a. Pour déterminer le solidus, la courbe représentant la dérivée de la température par rapport au temps a été tracée en fonction du temps. Le moment où se termine la solidification correspond à l'intersection entre la courbe de refroidissement et une droite extrapolant la courbe de refroidissement après la solidification complète. La température de solidus correspond simplement à la température du lopin à ce temps. Cette démarche est montrée à la Figure 51b. Ces méthodes utilisées

pour localiser le liquidus et le solidus sont habituellement utilisées dans la littérature [30]. Pour l'analyse thermique utilisant le creuset de graphite, on trouve une valeur de liquidus de 613°C et une valeur de solidus de 545°C. La valeur du liquidus trouvée se rapproche beaucoup de la valeur donnée par Thermo-Calc qui est de 614°C. Par contre, la valeur du solidus est inférieure à la valeur théorique de 557°C. La détermination du liquidus et du solidus a été faite à partir des mesures de température du thermocouple central.

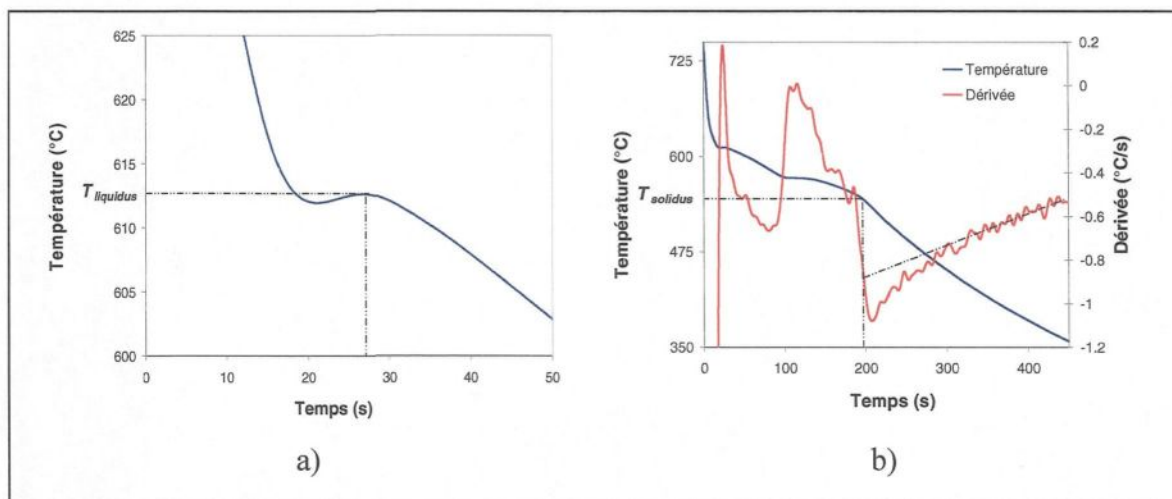


Figure 51 : Détermination graphique du liquidus et du solidus.

7.2.1.3 Calcul de l'énergie perdue

La seconde étape est de trouver l'énergie perdue par le lopin. Pour calculer les pertes thermiques, deux méthodes ont été utilisées, soit celle de Fourier et celle de Newton. L'énergie sortant du lopin sera ultérieurement utilisée pour évaluer la variation de l'enthalpie du lopin à partir de l'équation suivante.

$$\text{Équation 36} \quad \rho_a V_a = \frac{\partial H}{\partial t} = \dot{E}_{out}$$

7.2.1.3.1 Calcul de l'énergie perdue par la méthode de Fourier

Selon l'approche de Fourier, l'énergie est perdue par conduction à l'intérieur du lopin:

$$\text{Équation 37} \quad \dot{E}_{out} = Ak_a \nabla^2 T$$

Pour évaluer le Laplacien de la température, on considère un cylindre de longueur unitaire dont les pertes de chaleur ne se produisent que de façon radiale. On verra plus loin, à la section 7.2.1.3.2 - Calcul de l'énergie perdue par la méthode de Newton, que cette approximation est valable et induit peu d'erreurs puisque les pertes de chaleur à la surface de l'aluminium sont très faibles par rapport aux pertes d'énergie radiale. On voit bien sur la Figure 53, où l'énergie perdue à la surface de l'aluminium a été calculée à partir de la méthode de Newton, que les pertes de chaleur se font principalement de façon radiale. Un système de coordonnées cylindriques à une dimension peut alors être utilisé. Le profil de température dans le lopin est habituellement modélisé par une fonction polynomiale de degré deux [33]. Le Laplacien est alors donné par l'équation suivante :

$$\text{Équation 38} \quad \nabla^2 T = \frac{4(T_2 - T_1)}{(r_2^2 - r_1^2)}$$

Dans cette équation, T_1 , T_2 , r_1 et r_2 sont respectivement les mesures de température des deux thermocouples et la distance à laquelle ils se trouvent du centre. Dans l'analyse thermique réalisée ici, les deux thermocouples les plus près de la paroi du creuset ont été utilisés pour déterminer le profil de température parce que c'est à cet endroit que le gradient thermique est le plus important. L'évolution de l'énergie perdue par le lopin calculée à partir de la méthode de Fourier en utilisant un profil de température polynomial de degré deux est présentée à la fin de cette section.

Il serait par ailleurs intéressant de modéliser le profil de température dans le lopin par une fonction d'erreur plutôt que par un polynôme. La fonction d'erreur est abondamment présentée dans la littérature comme la solution aux équations différentielles de transfert de chaleur [67, 68]. Quoique cette fonction ait déjà été utilisée dans un contexte théorique, elle n'a par contre, jamais été utilisée dans la littérature dans un contexte d'analyse des courbes de refroidissement (communément appelé CA-CCA pour Computer-aided cooling curve analysis). L'utilisation de la fonction d'erreur en analyse thermique est donc une toute nouvelle approche qui n'est aucunement documentée dans la littérature. Cette nouvelle méthodologie, très novatrice, sera ici testée pour évaluer les avantages qu'on pourrait tirer de son utilisation en analyse thermique. La Figure 52 montre l'évolution radiale de la température dans le lopin lorsqu'une fonction d'erreur est utilisée pour estimer le profil. L'axe des abscisses représente la distance depuis la paroi interne du creuset. Seulement une moitié du lopin est montré, l'autre est parfaitement symétrique. Les coordonnées des trois

thermocouples utilisés sont montrées sur la figure. Le rayon du lopin est noté par r_{in} . Cette courbe peut s'exprimer à partir de la fonction d'erreur suivante :

$$\text{Équation 39} \quad T(x) = A \operatorname{erf}\left(\frac{Bx}{r_{in}}\right) + C = \frac{2A}{\pi^{1/2}} \int_0^x e^{-\left(\frac{Bx^*}{r_{in}}\right)^2} dx^* + C$$

Les trois inconnues A , B et C sont des constantes qu'il faudra déterminer. Elles permettent de faire correspondre la fonction d'erreur aux points mesurés par les thermocouples. La constante A étire ou contracte la fonction d'erreur verticalement et la constante B étire ou contracte la fonction d'erreur horizontalement. La constante C , quant à elle, lui fait subir une translation verticale.

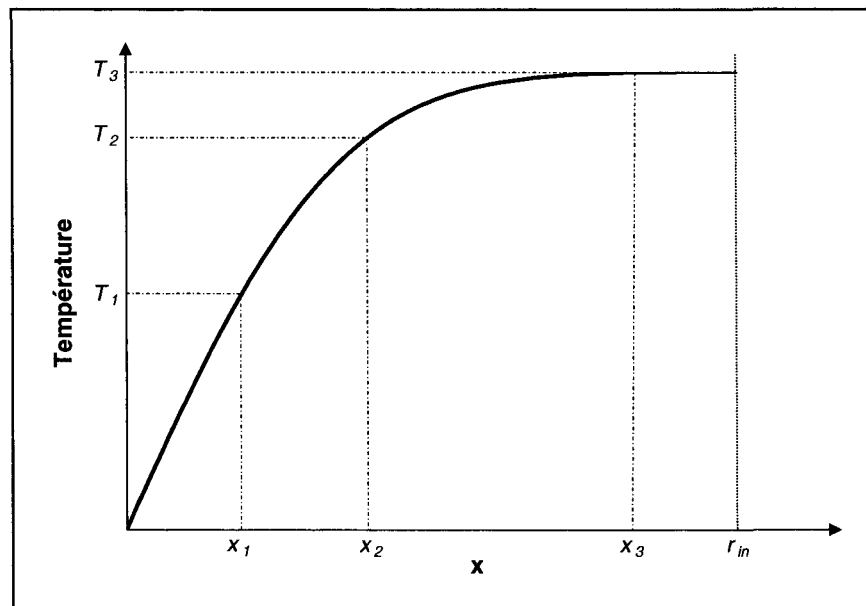


Figure 52 : Approximation du profil de température dans le lopin par une fonction d'erreur.

La valeur de B ne peut être trouvée que par des méthodes numériques. Comme la fonction d'erreur est utilisée pour la première fois en analyse thermique et que cette démarche n'est aucunement documentée dans la littérature, une première approximation sera faite en imposant une valeur de 2 à la constante B . Cette valeur a été choisie de sorte que la pente de la fonction tende vers zéro lorsque l'on s'approche du centre du creuset. Ainsi, on respecte la symétrie du profil de température. Lorsque B est connu, les valeurs des inconnues A et C peuvent être trouvées facilement de façon algébrique en imposant que la température à la position x_1 est de T_1 et que la température à la position x_2 est de T_2 :

$$\text{Équation 40} \quad T_1 = A \operatorname{erf}\left(\frac{Bx_1}{r_{in}}\right) + C$$

$$\text{Équation 41} \quad T_2 = A \operatorname{erf}\left(\frac{Bx_2}{r_{in}}\right) + C$$

La solution de ce système d'équations permet d'exprimer la valeur des constantes A et C en fonction des valeurs de B , x_1 , x_2 , T_1 et T_2 , qui sont toutes connues :

$$\text{Équation 42} \quad C = \frac{T_3 \operatorname{erf}(Bx_1) - T_1 \operatorname{erf}(Bx_3)}{\operatorname{erf}(Bx_1) - \operatorname{erf}(Bx_3)}$$

$$\text{Équation 43} \quad A = \frac{T_1 - C}{\operatorname{erf}(Bx_1)}$$

Il est maintenant possible de déterminer la Laplacien en dérivant deux fois l'Équation 39 par rapport à l'axe des x :

$$\text{Équation 44} \quad \frac{dT(x)}{dx} = \frac{2AB}{\pi^{1/2} r_{in}} e^{-\left(\frac{Bx}{r_{in}}\right)^2}$$

$$\text{Équation 45} \quad \frac{d^2T(x)}{dx^2} = \nabla^2 T(x) = -\frac{4AB^3}{\pi^{1/2} r_{in}^3} x e^{-\left(\frac{Bx}{r_{in}}\right)^2}$$

Le Laplacien varie donc selon le rayon, c'est une fonction de x . On cherche par contre une valeur constante et non une fonction pour exprimer le Laplacien de la température, la valeur moyenne de la fonction présentée à l'Équation 50 sera utilisée :

$$\text{Équation 46} \quad \overline{\nabla^2 T} = -\frac{4AB^3}{\pi^{1/2} r_{in}^3} \frac{1}{r_{in}} \int_0^{r_{in}} x e^{-\left(\frac{Bx}{r_{in}}\right)^2} dx = \frac{A}{\pi^{1/2}} \left(\frac{B}{r_{in}}\right)^2 (e^{-4} - 1)$$

Le Laplacien moyen ne dépend donc maintenant que du rayon du lopin (r_{in}) et des valeurs des constantes A et B et il est constant sur tout le rayon du lopin. Le Laplacien est maintenant connu et par le fait même, l'énergie perdue par le lopin peut être calculée. Les résultats de ces calculs sont présentés plus loin, à la Figure 53.

7.2.1.3.2 Calcul de l'énergie perdue par la méthode de Newton

La démarche de Newton ne peut être utilisée que si le gradient thermique est faible à l'intérieur du système et par le fait même que le nombre de Biot est inférieur à 0,1. Pour évaluer s'il est valable d'utiliser cette méthode pour l'analyse thermique utilisant le creuset de graphite, la valeur du coefficient de transfert de chaleur maximum permis à la paroi du lopin a été calculée en imposant un nombre de Biot de 0,1. Pour un lopin d'aluminium ayant un rayon de 17,5 mm, le coefficient de transfert de chaleur global ne doit pas dépasser 697 W/m²K. La valeur de la conductivité thermique de l'aluminium liquide a été utilisée pour opter pour une approche prudente ($k_a = 61$ W/mK).

Équation 47 $Bi = \frac{hL_c}{k}$ où $L_c = r/2$

$$h_{max} = \frac{Bi \cdot k}{L_c} = 697 \text{ W/m}^2\text{K}$$

Par la suite, le logiciel Procast [69] a été employé pour calculer la température dans un lopin d'aluminium en utilisant un coefficient de transfert de chaleur de 697 W/m²K à sa paroi. Ce calcul a permis de déterminer le gradient thermique maximal admissible dans le lopin pour que le nombre de Biot soit toujours inférieur à 0,1. Pour les conditions décrites ci-dessus, la valeur obtenue est d'environ 100°C. Les mesures de température prises indiquent que le gradient thermique dans le lopin ne dépasse jamais 21°C. Il est donc tout à

fait approprié de le négliger et d'utiliser la méthode de Newton pour l'analyse thermique utilisant le creuset de graphite.

Pour évaluer l'énergie perdue selon la démarche de Newton, il faut d'abord tenir compte des pertes de chaleur par convection et par rayonnement à la paroi du creuset et à la surface de l'aluminium. Dans l'analyse thermique classique, l'énergie absorbée par le creuset est négligée. Par contre, le thermocouple de surface permet d'évaluer la quantité de chaleur que le creuset absorbe et tenir compte de cette énergie ne peut qu'améliorer la justesse des calculs. L'équation qui décrit les pertes de chaleur du système est donnée par :

$$\text{Équation 48} \quad \dot{E}_{out} = (\dot{E}_{convection} + \dot{E}_{radiation})_{creuset} + (\dot{E}_{convection} + \dot{E}_{radiation})_{aluminium} + \dot{E}_{creuset}$$

$$\dot{E}_{out} = h_{cg} A_{cg} (T_{s-cg} - T_{\infty}) + \varepsilon_{cg} \sigma A_{cg} (T_{s-cg}^4 - T_{\infty}^4) + h_a A_a (T_{s-a} - T_{\infty}) + \varepsilon_a \sigma A_a (T_{s-a}^4 - T_{\infty}^4) + \rho_{cg} V_{cg} c_{p,cg} \frac{\partial T_{cg}}{\partial t}$$

La valeur du coefficient de transfert de chaleur entre le creuset et l'air (h_{cg}) est d'environ 18 W/m²K et celui entre l'aluminium et l'air (h_a) est de 5 W/m²K. Ces valeurs ont été calculées à partir d'équations retrouvées dans la littérature, ces calculs sont présentés en annexe. La valeur de l'émissivité (ε_{cg}) du creuset a été mesurée expérimentalement en utilisant la démarche présentée à la section précédente, elle est de 0,95. La valeur de l'émissivité de l'aluminium (ε_a) liquide a plutôt été tirée d'un livre [70]. L'aluminium liquide étant très réfléchissant, la démarche utilisant la caméra infrarouge ne peut pas être réalisée facilement. Une valeur de 0,15 a été utilisée dans les calculs.

Dans l'Équation 48, T_{s-cg} et T_{cg} correspondent à la température à la surface du creuset et à la température du creuset. À l'intérieur de la paroi du creuset, un gradient thermique existe, mais il est très faible. Il sera donc considéré que la température est uniforme dans tout le creuset et est égale à la température mesurée par le thermocouple de surface. La température à la surface de l'aluminium est représentée par T_{s-a} . Dans les calculs, la valeur de l'aluminium moyenne donnée par les trois thermocouples sera utilisée pour faire une approximation de cette valeur.

Trois méthodes ont donc été utilisées pour calculer l'énergie perdue par le lopin se refroidissant dans le creuset de graphite : la méthode de Fourier en utilisant une approximation polynomiale du profil de température, la méthode de Fourier en modélisant par une fonction d'erreur et la méthode de Newton. La Figure 53 montre l'évolution de l'énergie perdue calculée à partir de chacune des méthodes. On constate d'abord que la méthode de Fourier donne des résultats équivalents, peu importe le type d'approximation utilisé pour le profil de température. Comme le gradient thermique est très faible dans le lopin, il est normal que le type d'approximation utilisé ait peu d'influence sur les résultats. La Figure 53c montre la contribution apportée par chacune des composantes présentes dans le calcul pour la méthode de Newton. Il est mis en évidence sur cette figure que les pertes de chaleur sont principalement dues à la convection et au rayonnement à la surface du creuset. L'énergie absorbée par le creuset est importante au tout début, mais devient rapidement négligeable. L'énergie perdue par convection et rayonnement à la surface de l'aluminium sont très faibles.

Dans la littérature, la grande majorité des auteurs utilisent les deux méthodes, soit celle de Newton et celle de Fourier, pour comparer les résultats obtenus. En général, si le gradient thermique est très faible, la méthode de Newton sera plus précise alors que lorsque le gradient est plus élevé, la méthode de Fourier est plus appropriée, tout dépend de la nature du montage expérimental utilisé. À cet effet, Ihsan-Ul-Haq, Shin et Lee présente un excellent résumé des avantages et des inconvénients de chacune des méthodes [32].

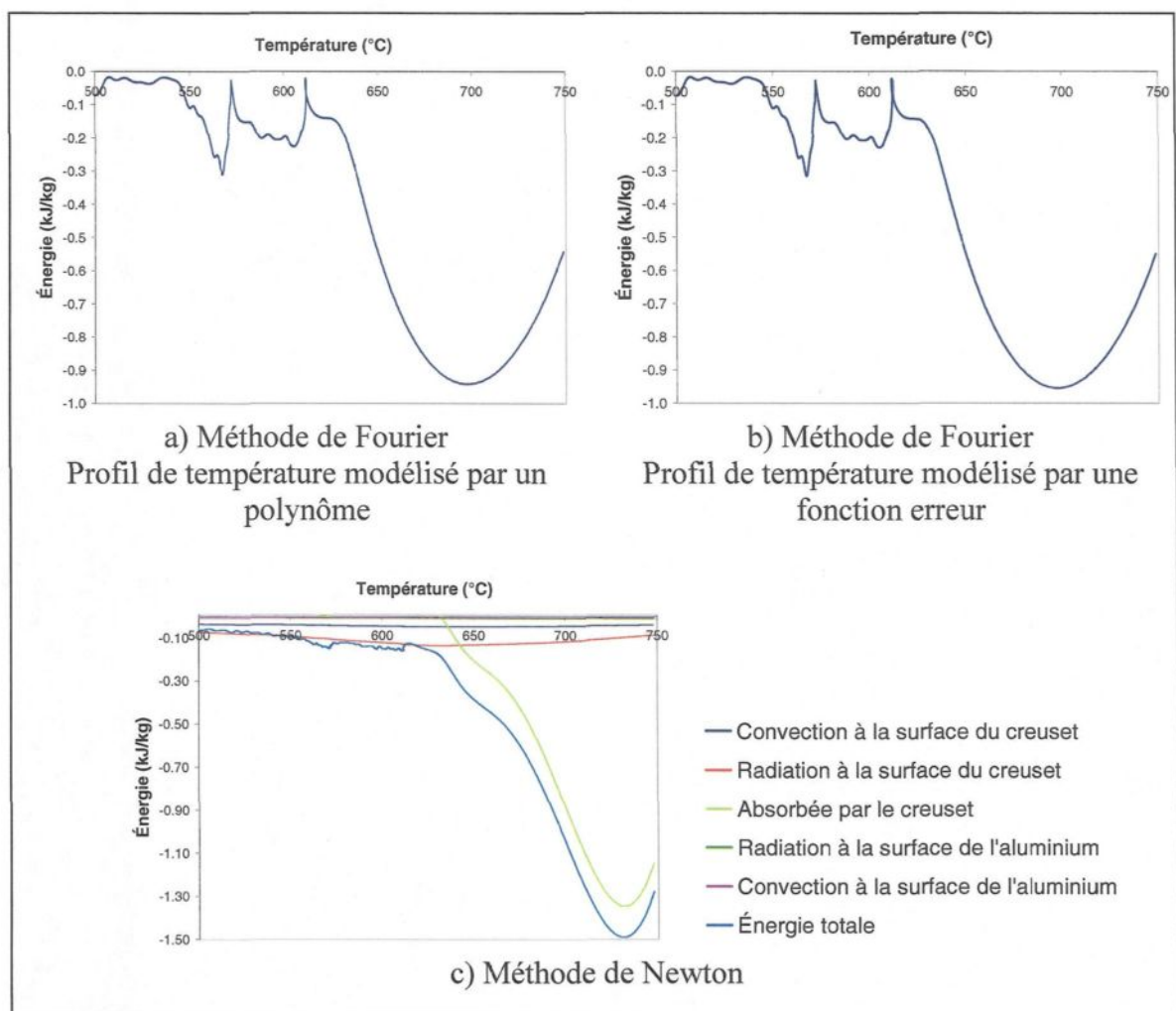


Figure 53 : Énergie perdue par le lopin en fonction de la température pour chacune des trois méthodes de calculs utilisées.

7.2.1.4 Détermination de l'évolution de l'enthalpie

L'enthalpie initiale du lopin a d'abord été déterminée en utilisant les résultats donnés par le logiciel Thermo-Calc. Sur le graphique de la Figure 29 de la page 59, on peut lire qu'à la température initiale de 748,5°C, l'enthalpie est de 1228 kJ/kg. Cette valeur est le point de départ des calculs, $H(t=0) = 1228$ kJ/kg. Ensuite, il est possible de calculer l'évolution de l'enthalpie à partir de l'Équation 48 en utilisant les calculs de pertes de chaleur réalisés à la section précédente. L'enthalpie au temps t est égale à la différence entre l'enthalpie initiale et l'énergie perdue normalisée par la masse de l'aluminium entre 0 et t .

$$\text{Équation 49} \quad \rho_a V_a \frac{\partial H}{\partial t} = \dot{E}_{out}$$

$$\text{Équation 50} \quad H(t) = \frac{1}{\rho_a V_a} \int_0^t \dot{E}_{out}(t^*) dt^*$$

Les résultats des calculs pour chaque démarche utilisée sont présentés à la Figure 54. L'évolution de l'enthalpie obtenue à partir du logiciel Thermo-Calc est aussi montrée sur ces figures. Pour les calculs utilisant la méthode de Fourier, les résultats collent bien à la courbe d'enthalpie théorique. Les calculs utilisant la méthode de Newton donnent des résultats légèrement supérieurs à ceux obtenus par Thermo-Calc. L'énergie perdue est donc quelque peu sous-estimée. Comme l'énergie est principalement perdue par convection et

par rayonnement à la surface du creuset, il est fort probable que le décalage provienne d'une sous-estimation de la valeur du coefficient de transfert de chaleur ou de l'émissivité du creuset. Il est aussi possible que l'énergie absorbée par le creuset soit quelque peu sous-estimée puisque la température du creuset est estimée par la température de surface mesurée qui est assurément plus basse que la valeur réelle. À partir de ces courbes, il est possible de déterminer la chaleur latente de la réaction de solidification. Le Tableau 12 présente les valeurs trouvées pour chacune des méthodes utilisées. Les valeurs de chaleur latente trouvées par analyse thermique sont très près de la valeur prédite par Thermo-Calc qui est de 425 kJ/kg (entre 5% et 7% d'écart).

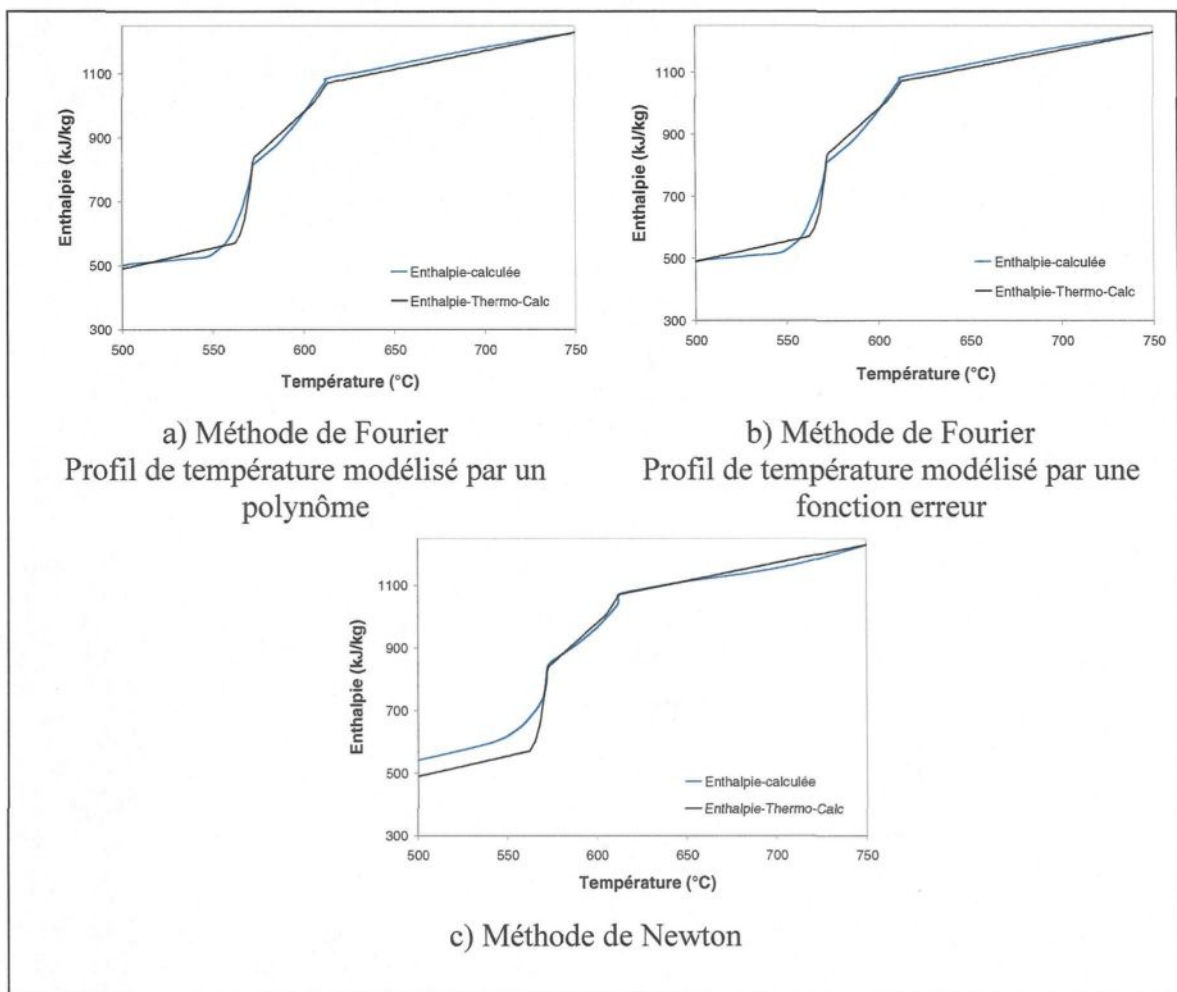


Figure 54 : Comparaison entre l'évolution de l'enthalpie calculée et la courbe d'enthalpie donnée par le logiciel Thermo-Calc.

Méthode	ΔH (kJ/kg)
Thermo-Calc	425
Fourier Profil de température - polynôme	450
Fourier Profil de température – fonction d'erreur	450
Newton	395

Tableau 12 : Chaleur latente de la réaction pour chacune des méthodes utilisées.

7.2.1.5 Calcul de la fraction solide

Finalement, la fraction solide peut-être calculée en supposant que la fraction d'énergie dégagée depuis le début de la réaction est égale à la fraction solidifiée.

$$\text{Équation 51} \quad f_s(t) = \frac{H(T_{\text{liquidus}}) - H(t)}{H(T_{\text{liquidus}}) - H(T_{\text{solidus}})}$$

La Figure 55 montre les résultats obtenus pour chacune des démarches. On constate que la fraction solide calculée se rapproche beaucoup des prédictions. Par contre, comme le solidus trouvé ici est inférieur de quelques degrés à la valeur théorique (545°C versus 557°C), les courbes calculées sont légèrement décalées vers la gauche dans leur partie supérieure. Il est à noter que la détermination du solidus a toujours été plus difficile et que, dans la littérature, sa valeur varie beaucoup plus que celle du liquidus. De plus, sa valeur varie en fonction du taux de refroidissement comme il l'a été montré avec les mesures prises au CBD et avec le logiciel Dictra (se référer aux sections : 5.2 - Calorimètre à balayage différentiel et 4 - Simulations numériques). Il est donc normal d'obtenir une valeur de solidus inférieur à valeur de Scheil puisqu'un taux de refroidissement appréciable est présent dans le lopin. Comme le gradient thermique est extrêmement faible dans ce lopin, l'approche de Newton est plus appropriée. Il est en effet difficile en laboratoire de détecter le gradient thermique puisque le bruit provenant des thermocouples et du système d'acquisition de données est important devant la différence de température présente dans le

lopin. Pour cette raison, les incertitudes sont plus importantes lors de l'utilisation de la méthode de Fourier.

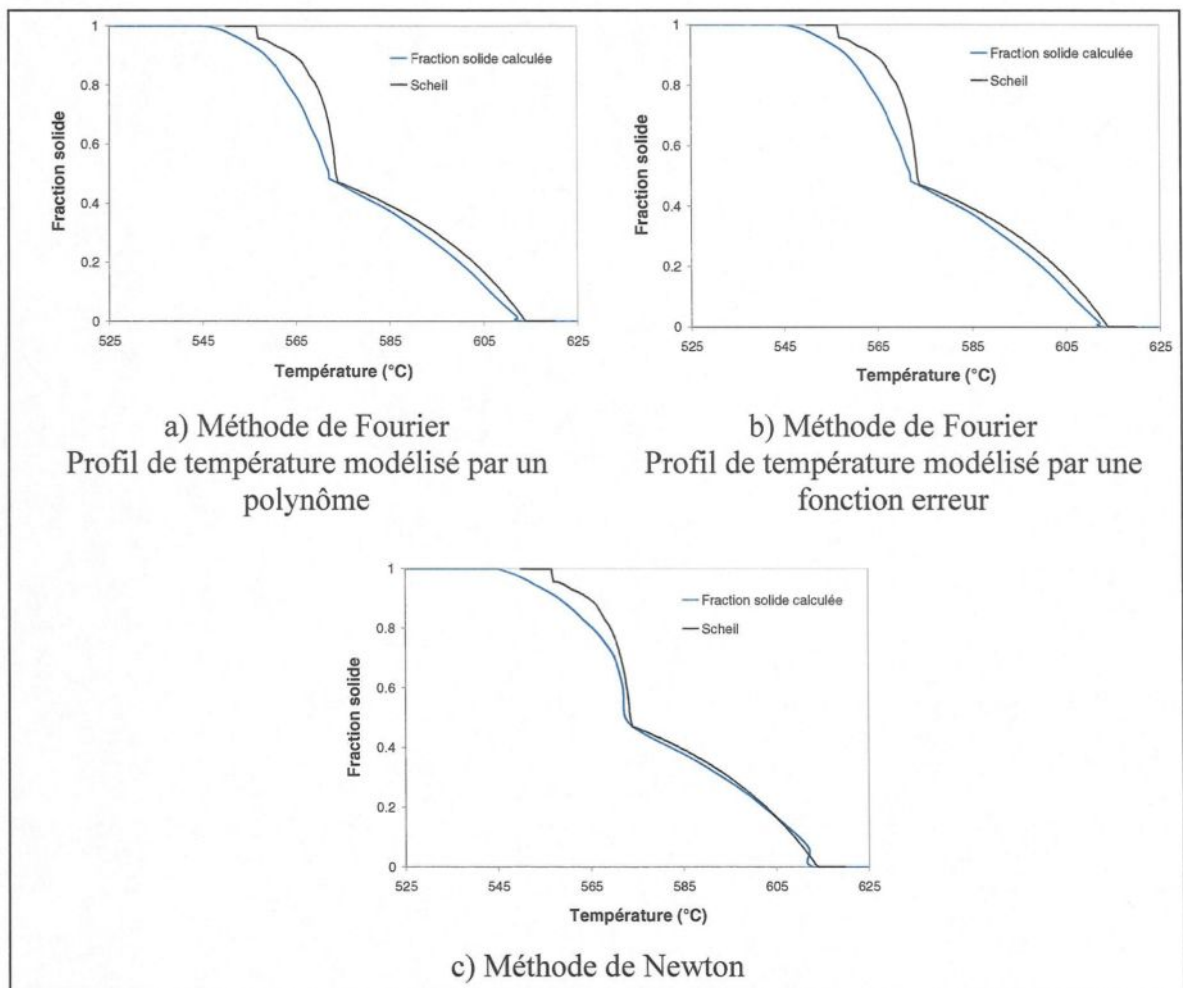


Figure 55 : Fraction solide calculée pour chacune des démarches utilisées et comparaison avec la courbe de Scheil.

7.2.2 Analyse thermique dans le procédé SEED

7.2.2.1 Filtrage des courbes de température

L'analyse thermique a ensuite été réalisée à partir des mesures de température prises dans un lopin du procédé SEED. Les courbes de température mesurées ont d'abord été lissées à l'aide d'un filtre butterworth pour réduire le bruit. La Figure 56 montre les résultats. Ces courbes ont été translatées horizontalement pour faire correspondre la température maximale enregistrée au temps initial.

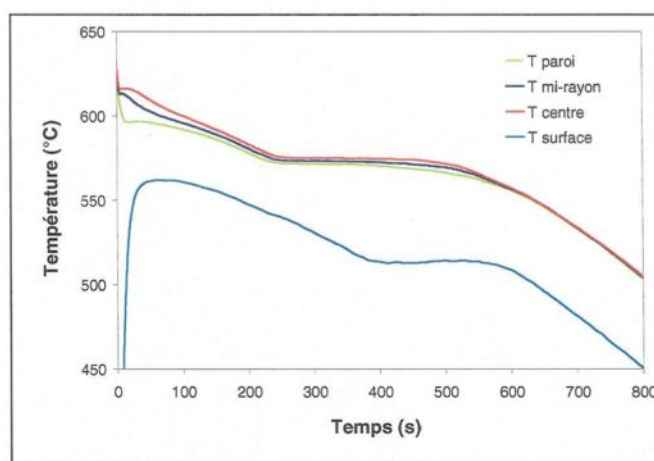


Figure 56 : Courbes de température mesurées dans un lopin SEED.

7.2.2.2 Détermination des températures de liquidus et de solidus

Le liquidus a ensuite été déterminé à partir de la courbe de température mesurée par le thermocouple central. La courbe représentant la dérivée de la température par rapport au

temps a aussi été tracée pour déterminer le solidus. La Figure 57a et la Figure 57b montrent la détermination graphique de ces points. À partir des figures, on trouve une valeur de liquidus de 616°C et une valeur de solidus de 533°C.

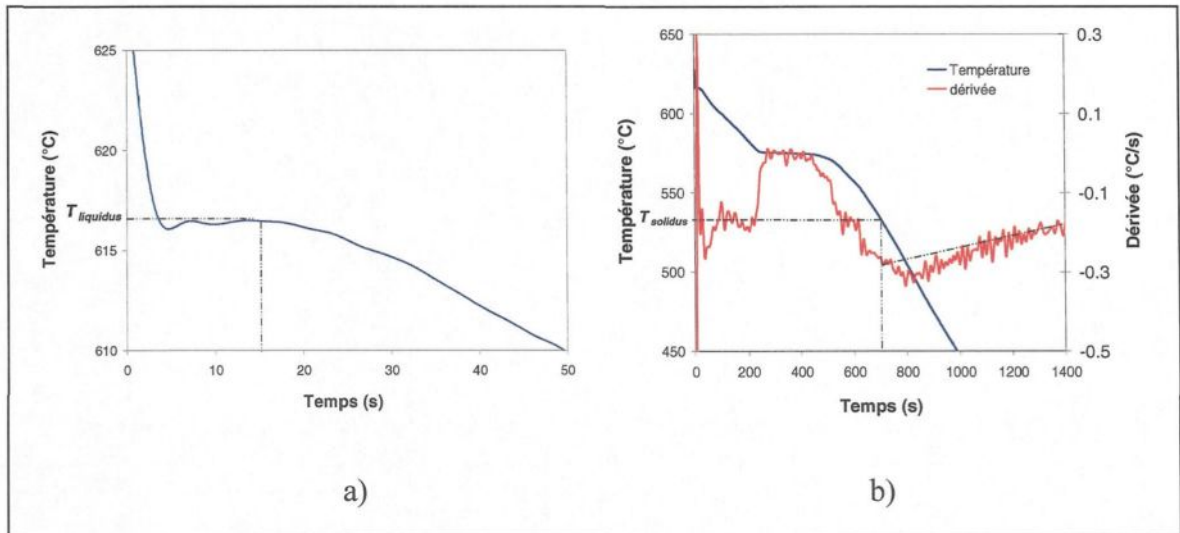


Figure 57 : Détermination graphique du liquidus et du solidus.

7.2.2.3 Calcul de l'énergie perdue

7.2.2.3.1 Calcul de l'énergie perdue par la méthode de Fourier

L'énergie perdue par le lopin a d'abord été calculée en utilisant la méthode de Fourier. Deux fonctions ont été utilisées pour modéliser le profil de température dans le lopin, une fonction polynomiale de degré deux et une fonction d'erreur. Les explications détaillant ces calculs ont été présentées à la section précédente.

La valeur de la variable B qui est présente dans la fonction d'erreur a été modifiée par rapport à l'analyse thermique utilisant un creuset de graphite. Dans le cas du procédé SEED une valeur de B de 3 a été utilisée (elle était estimée à 2 pour le creuset de graphite). Une valeur plus élevée a été utilisée pour tenir compte du fait que le gradient thermique est plus grand dans le lopin SEED que dans le lopin du creuset de graphite. Il faut donc que la fonction d'erreur représente cette réalité en utilisant une valeur de B plus élevée. Toutes les autres valeurs numériques utilisées dans les calculs sont présentées en annexe. Les résultats montrant l'évolution de l'énergie perdue par le lopin sont montrés à la section suivante, à la Figure 58.

7.2.2.3.2 Calcul de l'énergie perdue par la méthode de Newton

Pour l'analyse thermique utilisant un creuset SEED, il a aussi été évalué si le gradient thermique à l'intérieur du lopin était assez faible pour le négliger et utiliser la méthode de Newton. La valeur du coefficient de transfert de chaleur maximum permis à la paroi du lopin a été calculée en imposant un nombre de Biot de 0,1. Pour un lopin d'aluminium ayant un rayon de 38,1 mm, le coefficient de transfert de chaleur global ne doit pas dépasser 321 W/m²K. La valeur de la conductivité thermique de l'aluminium liquide a été utilisée pour opter pour une approche prudente ($k_a = 61$ W/mK).

Équation 52
$$Bi = \frac{hL_c}{k} \quad \text{où } L_c = r/2$$

$$h = \frac{Bi \cdot k}{L_c} = 321 \text{ W/m}^2\text{K}$$

Les calculs réalisés avec le logiciel Procast en utilisant un coefficient de transfert de chaleur de 321 W/m²K ont permis de calculer que le gradient thermique maximal admissible pour que le nombre de Biot soit toujours inférieur à 0,1 est d'environ 38°C. Les mesures de température prises indiquent que le gradient thermique dans le lopin ne dépasse jamais 20°C. Il est donc tout à fait approprié de négliger le gradient thermique et d'utiliser la méthode de Newton.

Pour évaluer l'énergie perdue selon la démarche de Newton, il faut tenir compte de trois composantes. D'abord, il faut calculer les pertes de chaleur par convection et par rayonnement à la paroi du creuset. Il faut aussi tenir compte de l'énergie que le creuset absorbe. Comme le creuset est initialement à la température de la pièce, on s'attend à ce qu'il absorbe beaucoup d'énergie dans les secondes suivant le versement de l'aluminium. Par contre, contrairement à l'analyse thermique utilisant un creuset de graphite, l'énergie perdue à la surface de l'aluminium sera négligée. Cette énergie avait une contribution très faible dans le lopin se refroidissant dans le creuset de graphite. Les pertes à la surface de l'aluminium seront encore plus faibles dans le cas présent puisque le rapport de la surface d'aluminium sur la surface du creuset est plus faible. L'équation qui décrit la variation d'enthalpie du système est donnée par :

Équation 53

$$\dot{E}_{out} = (\dot{E}_{convection} + \dot{E}_{radiation})_{creuset} + \dot{E}_{creuset}$$

$$\dot{E}_{out} = h_{ca}A_{ca}(T_{s-ca} - T_{\infty}) + \varepsilon_{ca}\sigma A_{ca}(T_{s-ca}^4 - T_{\infty}^4) + \rho_{ca}V_{ca}c_{p,ca} \frac{\partial T_{ca}}{\partial t}$$

La valeur du coefficient de transfert de chaleur (h_{ca}) est d'environ 21 W/m². Cette valeur a été calculée à partir d'équations retrouvées dans la littérature, ce calcul est présenté en annexe. Une étude de sensibilité des résultats à une variation du coefficient de transfert de chaleur a aussi été faite et est présentée en annexe. La valeur de l'émissivité (ε_{ca}) du creuset a été mesurée expérimentalement, elle est de 0,81.

Dans l'Équation 53, T_{s-ca} et T_{ca} correspondent à la température à la surface du creuset et à la température du creuset. À l'intérieur du creuset, un gradient thermique existe, mais il est très faible. Le nombre de Biot associé au creuset ne dépasse jamais 0,03. Cette valeur est calculée à partir du coefficient de transfert de chaleur maximum retrouvé à la paroi du creuset qui se trouve à l'interface entre le creuset et le lopin. Ce coefficient a une valeur d'environ 1300 W/m²K [1]. Il sera donc considéré que la température est uniforme dans tout le creuset et est égale à la température mesurée par le thermocouple de surface.

Trois méthodes ont donc été utilisées pour calculer l'énergie perdue par le lopin : la méthode de Fourier en utilisant une approximation polynomiale du profil de température, la méthode de Fourier en utilisant une fonction d'erreur et la méthode de Newton. La Figure 58 montre l'évolution de l'énergie perdue calculée à partir de chacune des méthodes. Pour la méthode de Fourier, la forme de la courbe est la même pour les calculs faits avec un

modèle polynomial et ceux faits à partir d'une fonction d'erreur. Par contre, la valeur de l'énergie perdue varie légèrement entre les deux courbes. Comme le gradient thermique est plus important dans un lopin SEED, il est normal que les résultats soient plus sensibles à la manière d'évaluer le Laplacien. Cette figure montre aussi la contribution apportée par chacune des trois composantes présentes dans le calcul de Newton. Comme le creuset est initialement à la température de la pièce, il absorbe beaucoup d'énergie dans les premières secondes après le versement de l'aluminium liquide. Par ailleurs après environ 25 secondes, ce sont la convection et le rayonnement à la surface du creuset qui contribuent le plus aux pertes thermiques. La température de l'aluminium est alors d'environ 615°C.

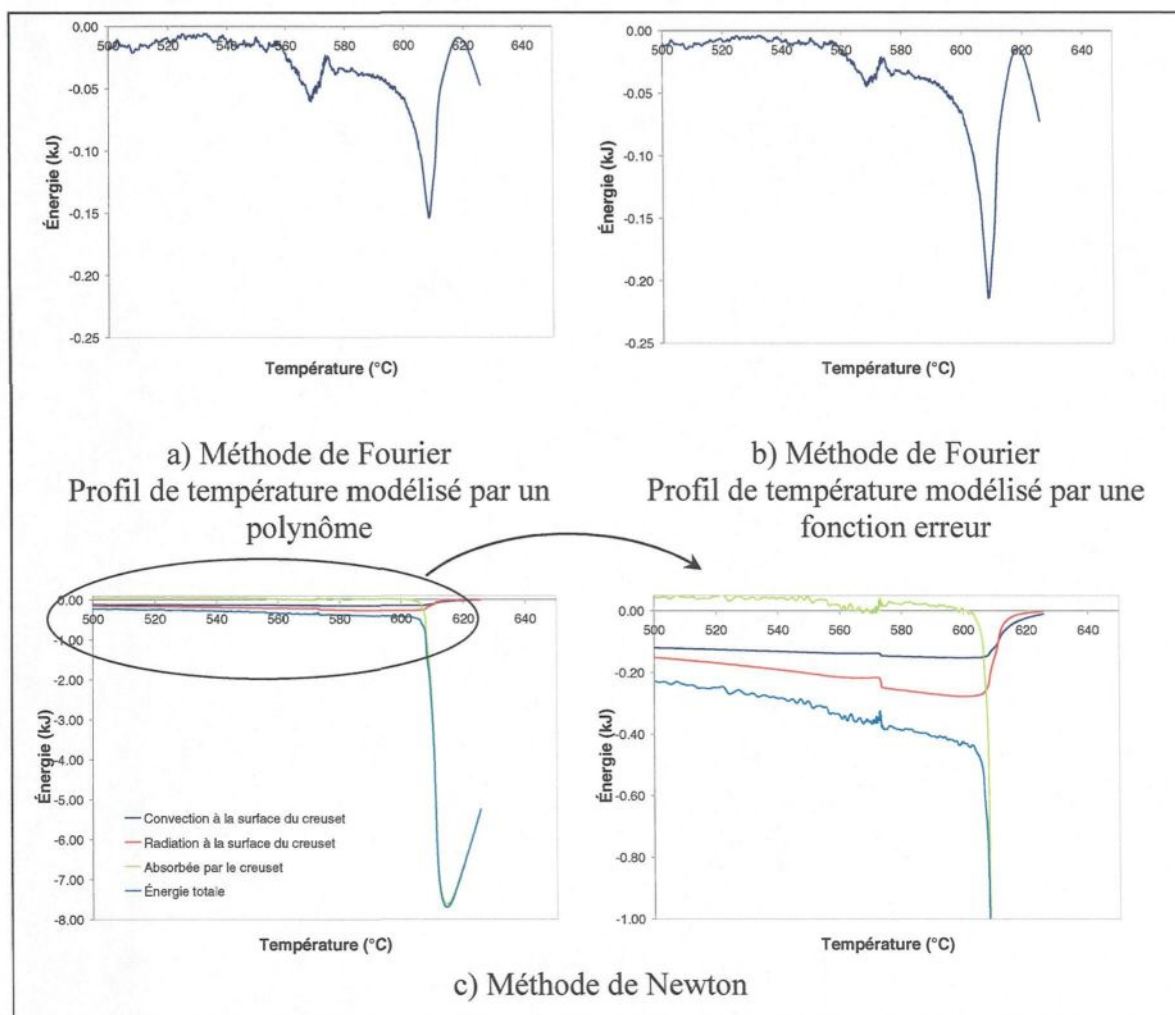


Figure 58 : Énergie perdue par le lopin pour chacune des méthodes utilisées.

7.2.2.4 Détermination de l'évolution de l'enthalpie

L'enthalpie initiale du lopin été déterminée en utilisant les résultats donnés par le logiciel Thermo-Calc. Sur le graphique de la Figure 29 de la page 59, on peut lire qu'à la température initiale de 626°C, l'enthalpie est de 1086,5 kJ/kg. Cette valeur est le point de

départ des calculs, $H(t=0) = 1086,5 \text{ kJ/kg}$. Ensuite, l'évolution de l'enthalpie a été calculée. Les résultats de ces calculs pour chaque démarche utilisée sont présentés à la Figure 59. L'évolution de l'enthalpie obtenue à partir du logiciel Thermo-Calc est aussi montrée sur ces figures. À partir de ces courbes, il est possible de déterminer la chaleur latente de la réaction de solidification. Le Tableau 13 présente les valeurs trouvées pour chacune des méthodes utilisées. Les valeurs trouvées sont encore une fois très près de la valeur prédite par Thermo-Calc qui est de 425 kJ/kg (entre 1% et 7% d'écart).

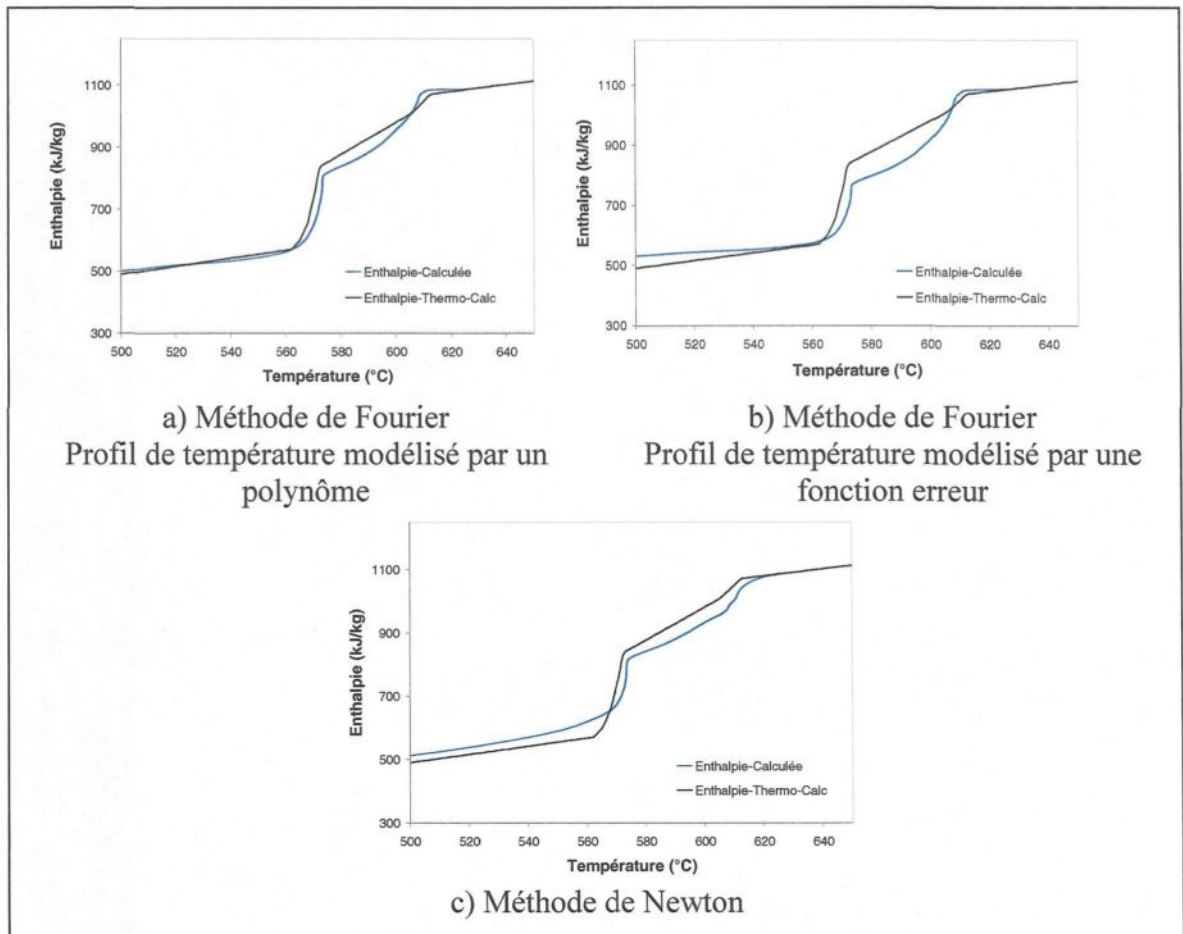


Figure 59 : Comparaison entre l'évolution de l'enthalpie calculée et la courbe d'enthalpie donnée par le logiciel Thermo-Calc.

Méthode	ΔH (kJ/kg)
Thermo-Calc	425
Fourier Profil de température - polynôme	430
Fourier Profil de température – fonction d’erreur	435
Newton	395

Tableau 13 : Enthalpie aux températures de liquidus et de solidus et chaleur latente de la réaction pour chacune des méthodes utilisées.

7.2.2.5 Calcul de la fraction solide

Finalement, la fraction solide peut-être calculée en supposant que la fraction d'énergie dégagée depuis le début de la réaction est égale à la fraction solidifiée. La Figure 60 montre les résultats obtenus pour chacune des démarches utilisées. Ce graphique montre aussi la courbe de Scheil pour des fins de comparaison. On constate que les résultats collent assez bien à la courbe de Scheil pour les calculs utilisant la méthode de Fourier en modélisant le profil de température par un polynôme et pour les calculs utilisant la méthode de Newton. Ces deux méthodes sont équivalentes et permettent de connaître l'évolution de la fraction solide. Tout comme pour l'analyse thermique utilisant le creuset de graphite, le solidus trouvé est plus bas que celui prédit par Thermo-Calc (533°C versus 577°C) et donc, les courbes sont toujours légèrement décalées vers la gauche dans leur section supérieure. La fraction solide calculée avec la méthode de Fourier qui utilise la fonction d'erreur diverge de façon appréciable de la courbe de Scheil. Il est à noter que les résultats obtenus par cette

méthode sont très sensibles à la valeur de B . Pour les calculs faits ici, B a été estimé par une constante. Par contre, dans la réalité la valeur de B varie certainement dans le temps puisque le gradient thermique dans le lopin varie beaucoup. Le décalage entre la courbe calculée et celle donnée par Thermo-Calc pourrait s'expliquer ainsi. Le calcul de la valeur réelle de B et de son évolution dans le temps apporterait assurément beaucoup au modèle.

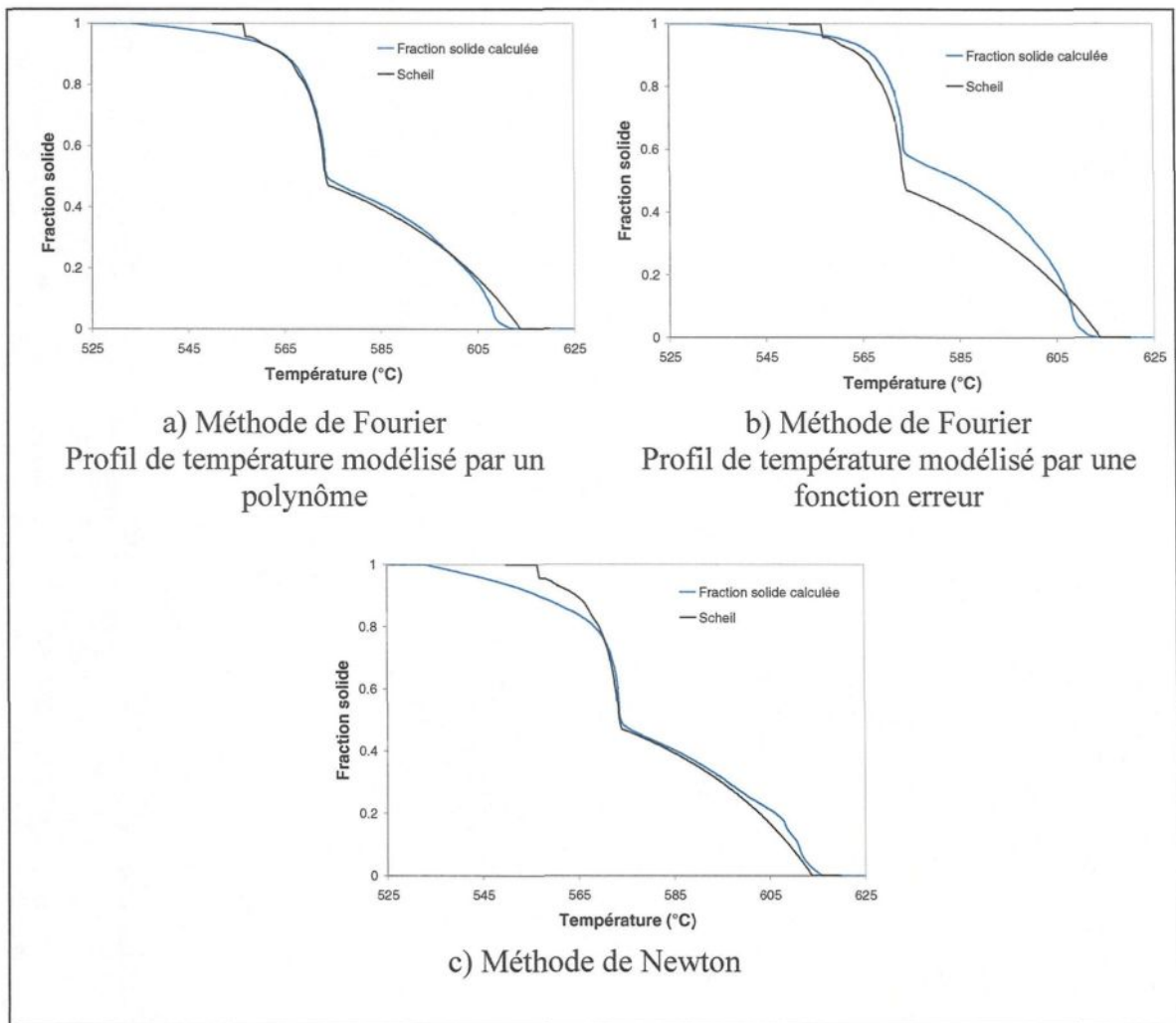


Figure 60 : Fraction solide calculée et comparaison avec la courbe de Scheil.

Que ce soit pour la démarche utilisant un creuset de graphite ou pour celle réalisée avec un creuset SEED, les résultats de l'analyse thermique concordent en général assez bien avec les prédictions théoriques, à l'exception de la méthode de Fourier utilisant une approximation par une fonction d'erreur pour l'analyse thermique fait dans le lopin SEED. Parfois, de légères variations des courbes calculées étaient présentes par rapport aux courbes données par Thermo-Calc, mais les décalages observés proviennent certainement des causes d'erreur et des incertitudes associées aux manipulations expérimentales et à l'estimation des paramètres. L'analyse thermique confirme que l'évolution de la fraction solide peut être prédite de façon assez juste par le modèle de Scheil.

8

PRÉDICTION DE LA FRACTION SOLIDE FINALE DANS LE PROCÉDÉ SEED

Les différentes analyses thermiques réalisées ont permis de confirmer que la courbe de Scheil prédit de façon correcte l'évolution de la fraction solide à l'intérieur du procédé SEED avant la période de drainage. Par ailleurs, les phénomènes se produisant pendant la phase de drainage sont complexes et seules les mesures de températures ne suffisent plus pour prédire la fraction solide. Pendant le drainage, trois facteurs contribuent à augmenter la fraction solide. D'abord, la masse de liquide drainée augmente de façon importante la fraction solide. Ensuite, le changement de température du lopin contribue aussi à augmenter la fraction solide. Finalement, comme le liquide qui est drainé est enrichi en soluté, la composition globale du lopin est modifiée lors du drainage. Ce changement de composition apporte un changement dans la courbe de Scheil et donc, dans l'évolution de la fraction solide.

Pour prédire la fraction solide après le drainage, il faut donc tenir compte de ces trois facteurs. Il est par contre impossible de dire jusqu'à quel point le système se réajuste pour

coller à la nouvelle courbe de Scheil et dans quelle mesure la variation de température provient d'un changement de phase du lopin. Deux cas limites seront donc étudiés pour déterminer un intervalle de fraction solide dans lequel se trouve la fraction solide réelle de la pâte. Le premier cas négligera l'influence de la température et du changement de composition du lopin. L'augmentation de la fraction solide sera uniquement calculée à partir des pertes de liquide lors du drainage. Ces calculs permettront de connaître la fraction solide minimale atteinte après le drainage. Le deuxième cas tiendra compte de l'influence de la température et du changement de composition. Il sera supposé que le système se réajuste instantanément à la nouvelle courbe de Scheil calculée pour la nouvelle composition et que la variation de température se reflète directement par un changement de phase. Ces calculs permettront de connaître la fraction solide maximale possiblement atteinte dans le lopin. Ainsi, il sera possible de connaître l'intervalle de fraction solide dans laquelle la fraction solide réelle du lopin se situe.

La masse drainée moyenne pour un cycle standard du procédé SEED est de 180g. Dans les calculs réalisés ici, il sera supposé que toute la masse drainée ne contient que du liquide. Pour appuyer cette hypothèse, une photo de la microstructure d'une masse drainée a été prise. Cette photo est présentée à la Figure 61. On voit bien sur cette image que la microstructure est dendritique et qu'elle est très fine. Il n'y a aucune rosette ou aucun globule qui proviendrait de la partie solide lors du drainage.

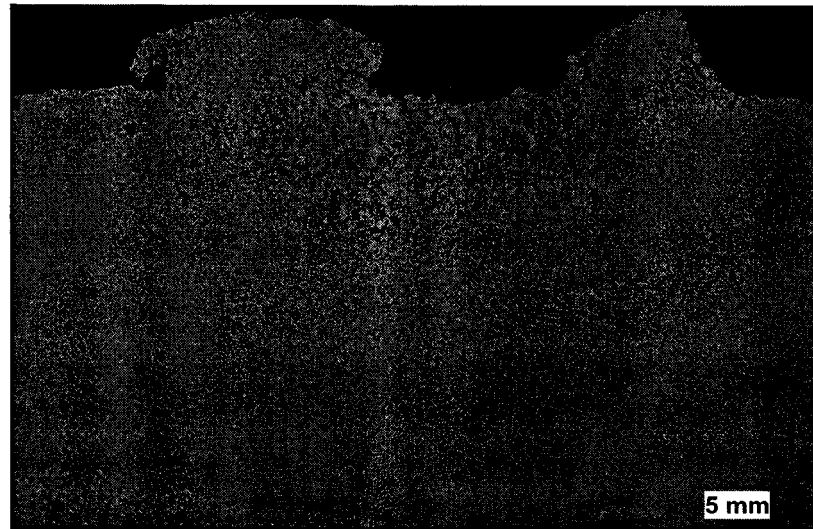


Figure 61 : Microstructure de la masse drainée.

Cas 1 : Seul le drainage contribue à augmenter la fraction solide

On peut évaluer la fraction solide minimale du lopin après un cycle standard en tenant compte uniquement de la perte de liquide perdue lors du drainage. Comme le montre la Figure 62, après la période de brassage et de repos, la température moyenne du lopin SEED est de 601,9°C. Ce graphique provient de la prise de mesures de trois thermocouples placés à mi-hauteur et à différentes distances du centre du lopin lors d'un cycle standard du procédé SEED. La relation de Scheil, calculée pour un alliage de A356 (7,2% Si – 0,4% Mg, 0,1% Fe) avec Thermo-Calc, indique que la fraction solide est alors de 21,3% (se référer à la Figure 30 de la page 61). Si on suppose que 180 g de liquide sont perdus lors du drainage et que la masse initiale du lopin est de 2,2 kg, on calcule facilement que la fraction solide après le drainage est de 25,2%.

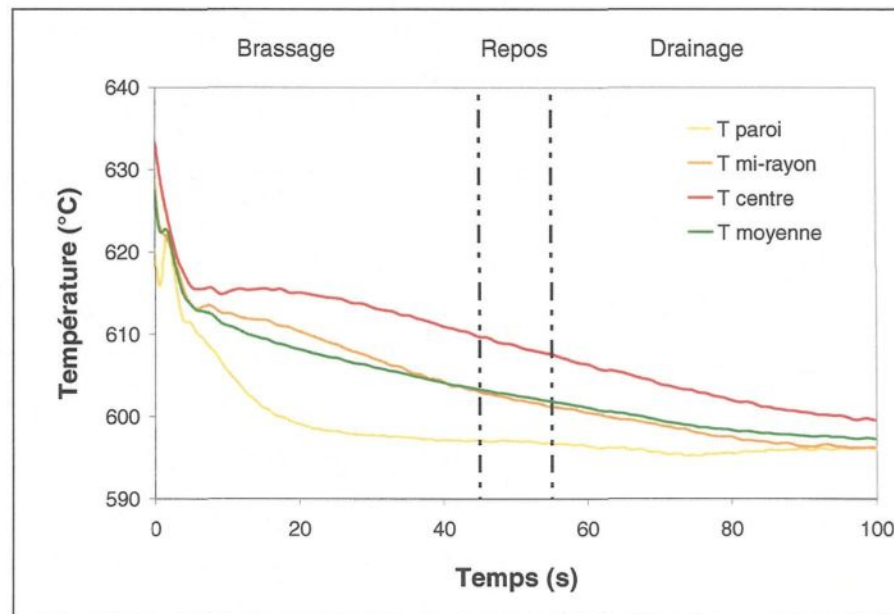


Figure 62 : Évolution de la température dans un cycle standard du procédé SEED.

Cas 2 : Le drainage, le changement de composition et l'évolution de la température contribuent à augmenter la fraction solide

Au cours de la formation de la partie solide dans le lopin, il y a un rejet de soluté dans la partie liquide. Le liquide qui est drainé est donc enrichi en soluté, ce qui a pour effet de modifier la composition globale du lopin tout au long du drainage. On peut supposer que le système réajuste automatiquement sa fraction solide pour respecter la relation de Scheil de la nouvelle composition. Pour évaluer l'évolution de la fraction solide en fonction de la nouvelle composition, le logiciel Thermo-Calc est utilisé. Ce logiciel permet de connaître la composition de la phase liquide en fonction de la température, les résultats sont montrés à

la Figure 63. On voit très bien sur cette figure que la phase liquide est progressivement enrichie en silicium et en magnésium tout au long du refroidissement. La composition du fer étant très faible, elle n'a pas été montrée sur le graphique. On peut déterminer à partir de cette figure la composition de la phase liquide au tout début du drainage, lorsque la température moyenne du système est de $601,9^{\circ}\text{C}$ et la fraction solide de 21,3%. Comme la composition initiale et la composition du liquide au début du drainage sont connues, la loi de la conservation de masse permet de connaître facilement la composition de la phase solide à ce moment. Le Tableau 14 présente les résultats obtenus ainsi que le poids de chacun des éléments en présence en supposant que le lopin a une masse de 2,2 kg.

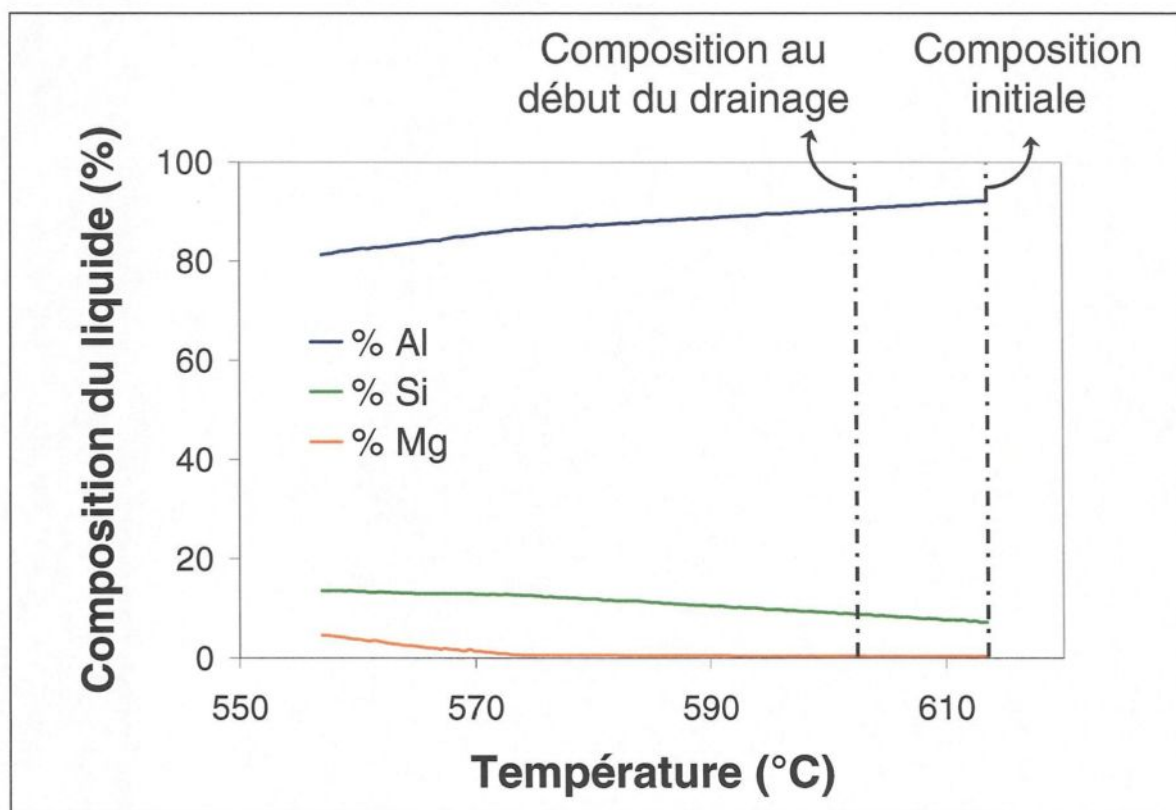


Figure 63 : Évolution de la composition de la phase liquide selon la température.

Élément	Composition initiale $t = 0$ seconde		Composition du liquide au début du drainage $t = 55$ secondes		Composition du solide au début du drainage $t = 55$ secondes	
	Composition (%)	Masse (kg)	Composition (%)	Masse (kg)	Composition (%)	Masse (kg)
Al	92,3	2,0306	90,540	1,5676	98,800	0,4630
Si	7,2	0,1584	8,850	0,1532	1,100	0,0052
Mg	0,4	0,0088	0,485	0,0084	0,090	0,0004
Fe	0,1	0,0022	0,125	0,0022	0,000	0,0000

Tableau 14 : Composition initiale du lopin et composition de la phase solide et de la phase liquide au début du drainage.

Si on suppose maintenant que 180g de liquide enrichi en soluté ayant la composition présentée au tableau précédent est perdu pendant le drainage, on peut facilement calculer la nouvelle composition globale du lopin à la fin du cycle.

Élément	Composition (%)	Masse (kg)
Al	92,46	1,87
Si	7,05	0,143
Mg	0,39	0,008
Fe	0,10	0,002

Tableau 15 : Composition global du système après le drainage ($t = 100$ secondes).

Le logiciel Thermo-Calc est ensuite utilisé pour tracer l'évolution de la fraction solide selon le modèle de Scheil pour un alliage ayant la composition donnée au Tableau 15. Cette

nouvelle courbe est présentée à la Figure 64 et elle est comparée à la relation de Scheil avant le drainage.

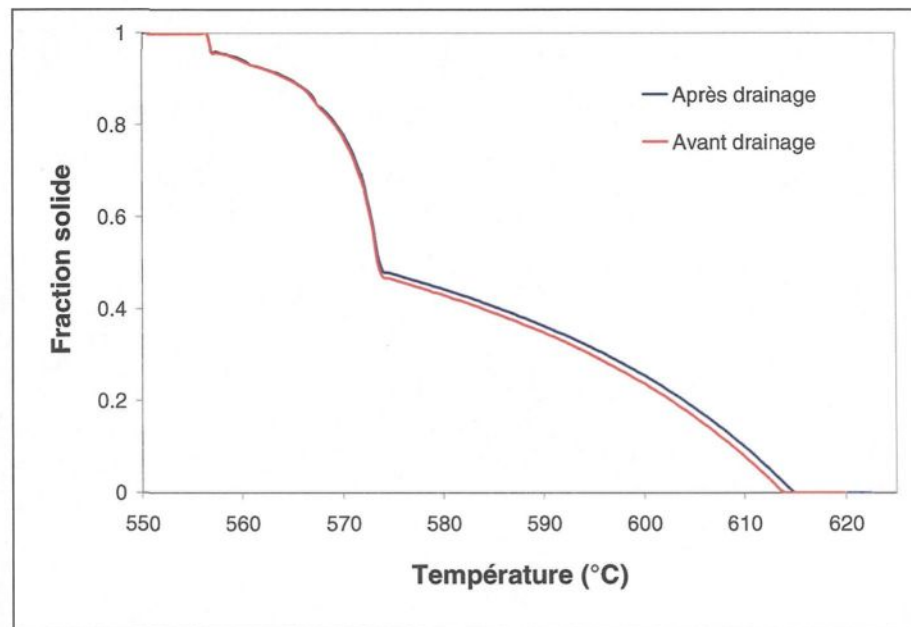


Figure 64 : Évolution de la fraction solide selon Scheil pour les compositions avant et après drainage.

Pour évaluer la fraction solide après le drainage en tenant compte de la nouvelle composition du lopin, il faut utiliser la nouvelle courbe de Scheil, qui est en bleue sur le graphique. De plus, comme on le voit sur la Figure 62, la température moyenne du lopin après le drainage est de 597°C. La Figure 62 illustre une baisse de température de l'aluminium lors du drainage et on fait l'hypothèse que la fraction solide est alors modifiée en conséquence. La Figure 65 montre le changement de fraction solide causé par un

changement de composition et une baisse de température. On trouve ainsi que la nouvelle fraction solide qui tient compte de ces deux facteurs de 28,9 %.

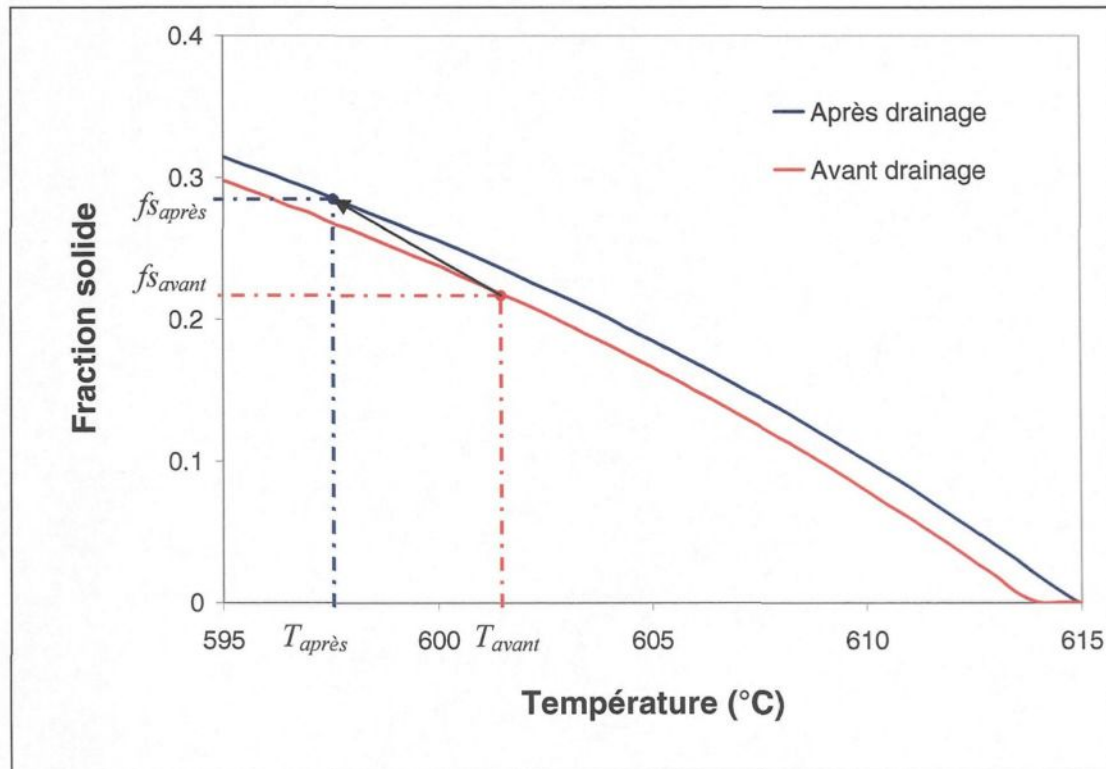


Figure 65 : Augmentation de la fraction solide causée par le changement de composition et la baisse de température.

Finalement, il ne reste plus qu'à soustraire la masse de liquide qui est drainée (180g) tout comme il l'a été fait pour le cas 1. On trouve ainsi une fraction solide finale de 31,5 %.

Ces deux cas limites théoriques permettent de trouver l'intervalle de fraction solide dans lequel se trouve la fraction solide réelle du lopin produit par le procédé SEED. La fraction solide après le drainage se situe entre 25,2 % et 31,5% pour un lopin de A356

produit dans les conditions standard du procédé SEED. Avec un intervalle d'environ 5%, cette méthode de prédiction permet de connaître la valeur réelle de la fraction solide du lopin avec une assez bonne précision.

Il est raisonnable de croire que la fraction solide réelle est plus près de la limite supérieure car le drainage s'effectue sur une échelle de temps relativement longue (~40s) et les travaux ont démontré que la fraction solide s'ajuste assez rapidement aux changements de température et de composition prédits par le modèle de Scheil.

La démarche développée ici pourra facilement être reprise pour évaluer la fraction solide de lopins ayant été produits avec d'autres conditions ou avec d'autres alliages. À partir de mesures de température prises dans le lopin au moment de sa fabrication et des courbes calculées avec Thermo-Calc, il sera facile de reprendre les mêmes calculs et d'évaluer la fraction solide du lopin.

9

CONCLUSIONS ET SUGGESTIONS

9.1 Conclusions

Les travaux réalisés dans le cadre de ce projet de maîtrise avaient comme objectifs de développer une démarche permettant de connaître l'évolution de la fraction solide dans les lopins produits par le procédé SEED. Des simulations numériques ont d'abord été réalisées avec le logiciel Thermo-Calc pour tracer les courbes théoriques d'évolution de la fraction solide calculées à partir des modèles de solidification à l'équilibre et de Scheil et à partir des équations de diffusion. Des mesures ont par la suite été prises avec un calorimètre à balayage différentiel pour valider de façon expérimentale les courbes obtenues avec le logiciel Thermo-Calc. Finalement, deux démarches expérimentales, l'échantillonnage et l'analyse thermique, ont été étudiés pour évaluer les possibilités de mesurer la fraction solide directement dans les lopins semi-solides produits par le procédé SEED.

Le logiciel Thermo-Calc a d'abord permis de tracer l'évolution de l'enthalpie et de la fraction solide lors de la solidification d'un alliage d'aluminium A356 en utilisant les modèles de solidification à l'équilibre et de Scheil. Dictra a ensuite été utilisé pour tracer

les mêmes courbes, mais cette fois en imposant un taux de refroidissement et en basant les calculs sur la vitesse de diffusion des atomes. Pour valider les courbes tracées par les simulations, des mesures ont été faites à partir d'un calorimètre à balayage différentiel. Des taux de refroidissement ont été imposés à des échantillons de quelques milligrammes pour connaître l'évolution de l'énergie lors de la solidification. Les résultats obtenus par calorimétrie sont comparables aux courbes tracées avec Thermo-Calc. En effet, les températures de liquidus et de solidus suivent les mêmes tendances en fonction du taux de refroidissement et les chaleurs latentes de fusion calculées et mesurées sont du même ordre.

Par la suite, il a été tenté de mesurer la fraction solide des lopins SEED en prélevant des échantillons directement dans la pâte. Différentes méthodes d'échantillonnage ont été étudiées pour développer une démarche permettant de prélever des échantillons représentatifs de la pâte et de connaître sa fraction solide. Toutes les démarches explorées n'ont pas permis de prendre des échantillons représentatifs de la pâte. En effet, seuls les tuyaux de cuivre et d'acier ayant une couche mince de béton ainsi que ceux en céramique ont permis d'obtenir des échantillons corrects. Par ailleurs, l'analyse de la microstructure de ces échantillons n'a pas permis de mesurer leur fraction solide parce que la morphologie et la taille des particules de la phase primaire ne permettaient pas de les distinguer de la phase secondaire solidifiée pendant la trempe. Un temps de maintien insuffisant dans la région semi-solide pour permettre aux particules solides de grossir et d'évoluer en globules pourrait expliquer les difficultés rencontrées.

L'analyse thermique a par ailleurs permis d'évaluer la fraction solide lors de la production d'un lopin SEED. Des mesures de température prises lors de la solidification d'un lopin ont été utilisées pour calculer l'énergie perdue par le lopin et l'évolution de son enthalpie. La fraction solide du lopin a ainsi pu être obtenue. Différentes méthodes de calculs ont été étudiées. Une approche différente de celle présentée dans la littérature a été utilisée pour connaître la fraction solide. Cette nouvelle démarche s'avère plus exacte puisqu'elle s'affranchit des incertitudes associées à l'utilisation du concept de courbe de base habituellement utilisée en analyse thermique classique pour isoler l'énergie de la réaction. Les résultats obtenus par analyse thermique permettent d'affirmer que la courbe de Scheil prédit de façon correcte l'évolution de la fraction solide des lopins produits par le procédé SEED avant la période de drainage.

Pour terminer, une démarche a été développée pour pouvoir prédire la fraction solide finale des lopins SEED après la période de drainage. Différentes hypothèses ont été faites pour calculer la fraction solide finale de deux cas limites théoriques. Ainsi, la fraction solide réelle finale d'un lopin produit par le procédé SEED se trouve à l'intérieur d'un intervalle connu et calculable. Cette démarche pourra être facilement reprise pour calculer la fraction solide de lopins SEED qui sont produits en utilisant des conditions sortant du cadre standard en utilisant seulement des mesures de température des lopins et des courbes tracées avec le logiciel Thermo-Calc.

9.2 Suggestions

D'abord, les mesures prises avec le calorimètre à pression constante seraient plus exactes si un isolant thermique était ajouté entre les deux contenants du calorimètre. De plus, le couvercle pourrait aussi être isolé plus efficacement. Ainsi, les pertes d'énergie seraient minimisées et les résultats seraient plus justes. Ensuite, il serait intéressant de laisser les thermocouples à l'intérieur des lopins au moment de la trempe et tout au long du retour à l'équilibre thermique entre les lopins et le calorimètre. Ainsi, la température tout juste avant la trempe pourrait être connue. De plus, il serait alors possible de s'assurer que le cœur des lopins est bien complètement refroidi et que tout le système est à l'équilibre.

L'échantillonnage pourrait être revu pour tenter d'évaluer la fraction solide par cette méthode. La prise d'échantillons à la fin du cycle juste avant le moulage pourrait faciliter l'analyse d'images parce que les particules solides auraient alors le temps de grossir et d'évoluer vers une morphologie globulaire. La phase primaire pourrait ainsi se distinguer plus facilement. Par ailleurs, la méthode d'échantillonnage utilisée dans le cadre des travaux réalisés ici devrait alors être repensée parce que la viscosité élevée de la pâte ne permettrait pas un échantillonnage représentatif et correct. Des tuyaux ayant un plus grand diamètre pourraient par exemple être utilisés ou encore une méthode d'aspiration plus puissante pourrait être développée.

L'analyse thermique s'est avérée être une méthode simple et efficace pour connaître l'évolution de la fraction solide lors de la solidification d'un métal. Dans le cadre des travaux, la fraction solide a été évaluée au centre du lopin, il serait maintenant intéressant de réaliser des analyses thermiques à différents endroits dans le lopin. Les thermocouples pourraient d'abord être placés à la même distance de la paroi, mais à différentes hauteurs. Ainsi, en utilisant la démarche de Fourier ou celle de Newton, il serait possible de connaître la distribution de la fraction solide sur la hauteur du lopin. Ensuite, la distance entre les thermocouples et la paroi du creuset pourrait être modifiée pour évaluer si la fraction solide évolue de façon radiale. La méthode de Newton devrait alors être utilisée. Une cartographie globale de la fraction solide dans lopin pourrait ainsi être faite.

Une amélioration importante pourrait être faite en analyse thermique en calculant par des méthodes numériques la valeur de B utilisée dans la fonction d'erreur. Dans le présent travail, ce paramètre a été estimé par une constante, mais son calcul ajouterait de la justesse au modèle. Tout porte à croire que la valeur de B évolue dans le temps puisque le gradient thermique varie aussi dans le temps dans le lopin SEED et son calcul raffinerait le modèle. Il sera donc fort intéressant de refaire une analyse thermique en utilisant une approximation du profil de température par une fonction d'erreur dont la valeur de B aurait été calculée et de comparer les résultats à ceux obtenus par une approximation polynomiale du profil de température.

Ensuite, il sera intéressant de développer une méthode pour valider les prédictions faites sur la fraction solide finale du lopin après le drainage. La solidification rapide d'un échantillon de la pâte à ce moment pourrait être faite et l'analyse d'image permettrait peut-être de mesurer la fraction solide réelle de la pâte. L'analyse thermique pourrait aussi être utilisée. Il faudrait dans ce cas trouver une méthode pour mesurer la température de la masse drainée et ainsi être en mesure de quantifier l'énergie perdue par le drainage. Cette étape serait assurément complexe et difficile à réaliser expérimentalement, mais une caméra infrarouge permettrait peut-être d'atteindre cet objectif. Ainsi, la fraction solide de la pâte après le drainage pourrait être connue pour obtenir une valeur plus précise que l'intervalle calculé dans le présent travail.

D'autres méthodes existent pour mesurer la fraction solide. Leurs utilisations pourraient être complémentaires aux travaux réalisés dans ce travail. La mesure des vitesses d'ondes ultrasonores se propageant dans le métal semi-solide permettrait de déterminer la fraction solide. La mesure de la résistance électrique ou de la perméabilité magnétique est aussi des candidats potentiels. Également, la réponse mécanique d'un corps semi-solide à une déformation quelconque permet d'évaluer la fraction solide. Ces méthodes pourraient être explorées et celles qui sont intéressantes pourraient être utilisées pour évaluer la fraction solide dans les lopins produits par le procédé SEED.

RÉFÉRENCES

- 1 J. Colbert et D. Bouchard, *A Heat Transfer Model for the Production of Semi-Solid Billets with the SEED Process*, Materials Science Forum, Vol. 519-521, Juillet 2006, pp. 1525-1532.
- 2 H.V. Atkinson, *Modelling the Semisolid Processing of Metallic Alloys*, Progress in Materials Science, Vol. 50, no. 3, Mars 2005, pp. 341-412.
- 3 Z. Fan, *Semisolid Metal Processing*, International Materials Reviews, Vol. 47, No. 2, Avril 2002.
- 4 <http://www.techniques-ingenieur.fr>, consulté le 2007/01/11.
- 5 Spencer, Mehrabian et Flemings, *Rheological Behavior of SN-15 Percent Pb in the Crystallization Range*, Metallurgical Transactions, Vol. 3, no. 7, Juillet 1972.
- 6 *Aluminum Permanent Mold Handbook*, American Foundry Society, USA, 2001, pp.9A-1, 9A-9.
- 7 S. Chayong, H.V. Atkinson et P. Kapranos, *Thixoforming 7075 Aluminum Alloys*, Materials Science and Engineering A, Vol. 390, no. 1-2, Janvier 2005, pp. 3-12.
- 8 N. Saklakoglu et Al., *Mechanical Properties and Microstructure Evaluation of AA5013 Aluminum Alloy Treated in the Semi-Solid State by SIMA Process*, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 148, no. 1, 2004, pp. 103-107.
- 9 *ASM Handbook, Volume 15, Casting*, Materials Park, USA, 1998.
- 10 M. Suéry, *Mise en forme des alliages métalliques à l'état semi-solide*, Hermès science publications, Paris, France, 2002.
- 11 D. Dautre, G. Hay et P. Wales, *Semi-solid Concentration Processing of Metallic Alloys*, US Patent No. 6,428,636, 2002.

- 12 J. Langlais, D. Bouchard, F. Pineau et A. Lemieux, *Procédé SEED et moulage sous pression de pièces d'aluminium : Description du procédé et transfert de chaleur*, Troisième édition du congrès TransAl, Trois-Rivière, Canada, 2005.
- 13 D. Doutre, G. Hay, P. Wales et J.P. Gabathuler, *SEED: A New Process for Semi-Solid Forming*, Canadian Metallurgical Quarterly, Vol. 43, no. 2, Avril 2004, pp. 265-272.
- 14 H. Blanchette, D. Bouchard, A. Lemieux et Z. Zhang, *Novel Quality Control Methodologies to Assess Semi-solid Aluminum Produced with the SEED Process*, Proceedings of the International Symposium on Aluminium (COM 2006), Montréal, Canada, 2006, pp. 423-433.
- 15 G. W. H. Höhne, W. F. Hemminger et H.-J. Flammersheim, *Differential Scanning Calorimetry*, Springer, USA, 2003.
- 16 E. Tzimas et A. Zavaliangos, *Evaluation of Volume Fraction of Solid in Alloys Formed by Semisolid Processing*, Journal of Materials Science, Vol. 35, 2000, pp. 5319-5329.
- 17 D. Larouche, C. Laroche et M. Bouchard, *Analysis of Differential Scanning Calorimetric Measurements Performed on a Binary Aluminum Alloys*, Acta Materialia, Vol. 51, 2003, pp. 2161-2170.
- 18 S.W. Chen, C.C. Lin et C.M. Chen, *Determination of Melting and Solidification Characteristics of Solders using Differential Scanning Calorimetry*, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 29, 1998, pp. 1965-1972.
- 19 A.M. de Figueredo, Y. Sumartha et M.C. Flemings, *Measurement and Calculation of Solid Fraction in Quenched Semi-solid Melts of Rheocast Aluminum Alloy A357*, Light Metals 1998, San Antonio, TX, USA, 1998, pp. 1103-106.
- 20 S.W. Chen et C.-C. Huang, *Solidification Curves of Al-Cu, Al-Mg and Al-Cu-Mg Alloys*, Acta Materialia, Vol. 44, no. 5, Mai 1996, pp. 1955-1965.
- 21 O. Ludwig, M. DiMichiel, L. Salvo, M. Suéry et P. Falus, *In-situ Three-Dimensional Microstructural Investigation of Solidification of an Al-Cu Alloy by Ultrafast X-Ray Microtomography*, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 36A, no. 6, Juin 2005, pp. 1515-1523A.
- 22 D.S. Han, G. Durrant et B. Cantor, *Semi-solid Deformation of 2014 Al Alloys*, Proceedings of the 5th International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites, Colorado, USA, 1998, pp. 43-50.

- 23 J.W. Martin et R.D. Doherty, *Stability of Microstructure in Metallic Systems*, Cambridge University Press, 1976.
- 24 O. Pompe et M. Rettenmayr, *Microstructural Changes during Quenching*, Journal of Crystal Growth, Vol. 192, 1998, pp. 300-306.
- 25 M. Suéry, L. Salva, C.Josserond et M.D. Michiel, *In-situ 3D Investigation by fast X-Ray microtomography of the Microstructural Changes Occurring during Partial Remelting of Al-Cu Alloys*, Solid State Phenomena, Vols. 116-117, 2006, pp. 231-234.
- 26 L. Backerud, E. Krol et J. Tamminen, *Solidification Characteristics of Aluminium Alloys, Vol. 1*, Skan-Aluminum, Norvège, 1986, pp. 63-73.
- 27 K.G. Upadhyaya, D.M. Stefanescu, K. Lieu et D.P. Yeager, *Computer-Aided Cooling Curve Analysis :Principles and Applications in Metal Casting*, Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol. 97, San Antonio, Texas, USA, 7-11 Mai 1989, pp. 61-66.
- 28 L. Backerud, G. Chai et J. Tamminen, *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys, Vol. 2, Foundry Alloys*, American Foundrymen's Society, USA, 1990.
- 29 S.L. Backerud et G.K. Sigworth, *Recent Developments in Thermal Analysis of Aluminum Casting Alloys*, Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol. 97, 1990, pp. 459-464.
- 30 J. Tamminen, *Thermal Analysis for Investigation of Solidification Mechanisms in Metals and Alloys*, Dept. of Structural Chemistry, Stockholm, Suède, 1988.
- 31 D. Emadi, *Study the Solidification Characteristics of Al-Si Casting Alloys Using a Computer-Aided Cooling Curve Analysis (CA-CCA) Technique*, Light Metals 2000, pp. 579-595.
- 32 Ihsan-Ul-Haq, J.S. Shin et Z.H. Lee, *Computer-Aided Cooling Curve Analysis of A356 Aluminium Alloy*, Metals and Materials International, Vol. 10, No. 1, 2004, pp.89-96.
- 33 E. Fras, W. Kapturkiewicz, A. Burbielko et H.F. Lopez, *A New Concept in Thermal Analysis of Casting*, Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol. 101, Chicago, Illinois, USA, 24-27 Avril, 1993, pp. 505-511.
- 34 J.O. Barlow et D.M. Stefanescu, *Computer-Aided Cooling Curve Analysis Revisited*, Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol. 105, 1997, pp. 349-354.

- 35 J.P. Baillon et J.M. Dorlot, *Des Matériaux*, Presses internationales polytechnique, Canada, 2000.
- 36 D.A. Porter, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, Van Nostrand Reinhold, USA, 1981.
- 37 B. Chalmers, *Principles of Solidification*, John Wiley & Sons, USA, 1964.
- 38 W. Kurz et D. J. Fischer: *Fundamentals of Solidification*, Trans Tech Publications, Switzerland, 1986.
- 39 M.C. Flemings, *Solidification Processing*, McGraw Hill, USA, 1974.
- 40 THERMOCALC, TCW3, Stockholm, Suède, 2004.
- 41 J. Philibert, J. Vignes, Y. Bréchet et P. Combrade, *Métallurgie : Du minerai au matériau*, 2e édition, Éditions Dunod, Paris, France, 2002.
- 42 *Aluminum : Properties and Physical Metallurgy*, Metals Park, American Society for Metals, Ohio, USA, 1984.
- 43 Jones, *Microstructure of Rapidly Solidified Materials*, Materials Science and Engineering, Vol 65, No. 1, 1984, pp. 145-156.
- 44 Muojekwu, Samarasekera et Brimacombe, *Heat Transfer and microstructure during the Early Stage of Metal Solidification*, Metallurgical and Material Transactions B, Vol. 26B, No. 2, Avril, 1995, pp. 361-382.
- 45 Hills, *Microstructural Engineering of Near Net Shape Casting*, Advanced Materials and Processes proceeding of the First European Conference, Aix-la-Chapelle, Allemagne, 22-24 nov 1989, pp.75-86
- 46 Matyja, *The Effect of Coling Rate on the Dendrite Spacing in Splat-Cooled Aluminium Alloys*, Journal Institute of Metals, Vol. 96, 1968, pp. 30-32.
- 47 Wiskel, *The Effect of Cooling Rate on the Solidification Microstructure of an Aluminum – Copper Alloy*, Light Metals 99, pp.363-372.
- 48 *Aluminum Alloy Castings*, ASM International, Material Park, OH, USA, 2004.

- 49 Vorren, Evensen et Pedersen, *Microstructure and Mechanical Properties of AlSi(Mg) Casting Alloys*, AFS Transactions, Vol. 92, 1984, pp. 459-466.
- 50 Okamoto et Kishitake, *Dendritic Structure in Unidirectionally Solidified Aluminum, Tin and Zinc Base Binary Alloys*, Journal of Crystal Growth, Vol. 29, 1975, pp. 137-146.
- 51 Anyalebechi, *Effects of Solidification Rate, Fe, and Ca on the Cast Microstructure of Aluminum Alloy A356*, Light Metals 2003, pp. 1005-1015.
- 52 M.C. Flemings, J. Yurko et R. Martinez, *Semi-Solid Forming: our Understanding Today and its Implications for Improved Processes*, Solidification Processes and Microstructures: A Symposium in Honor of Wilfrid Kurz as held the 2004 TMS Annual Meeting, Charlotte, NC, USA, 2004, pp. 3-14.
- 53 J. R. Holman, *Heat Transfer*, McGraw-Hill, USA, 1981.
- 54 F.P. Incropera et D.P. DeWitt, *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*, John Wiley & Sons, USA, 2002.
- 55 M. Bishop et K.E. Fletcher, *Diffusion in Al*, International Metallurgical Reviews, Septembre 1972, pp. 203-225.
- 56 Y.F. Chen, S.H. Jong et W.S. Hwang, *Effects of Cooling Rate on Latent Heat Released Mode of Near Pure Aluminium and Aluminium-Silicon Alloys*, Materials Science and Technology, Vol. 12, No. 7, Juillet 1996, pp. 539-544.
- 57 G. Bartos-Tausig, K. Xia, *Rheocasting and Semisolid Forming of a Usually Wrought Aluminium Alloy*, 4th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Sheffield, UK, Juin 1996, pp. 290-295.
- 58 E.J. Zoqui, *Effect of the Re-Heating Holding Time on Two A356 Thixotropic Raw Material*, International Symposium on Materials in the Automotive Industry, Toronto, Canada, Août 2001, pp.225-238.
- 59 O. Hervieu et J. Collot, *Die-Casting of Light Metal in the Semi-Solid State: Study of the PID Process*, 4th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Sheffield, UK, 1996, pp.283-289.
- 60 P.K. Seo, D.U. Kim et C.G. Kang, *The Characteristics of Grain Size Controlled Microstructure and Mechanical Properties of Al-Si Alloy by Thixocasting and Rheocasting Process*, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 162-163, 2005, pp. 570-578.

- 61 M. Lukasson, D. Apelian et R. DasGupta, *Alloy Characterization for the New UBE Rheocasting Process*, Transactions of the American Foundry Society and the One Hundred Sixth Annual Casting Congress, Kansas City, USA, May 2002, pp. 271-284.
- 62 N. Apaydin, K.V. Prabhkar et R.D. Doherty, *Special Grain Boundaries in Rheocast Al-Mg*, Materials Science and Engineering, Vol. 46, No. 2, Décembre 1980, pp. 145-150.
- 63 G. Bartos-Tausig, *Rheocast Microstructure of a Usually Wrought Aluminium Alloy*, Material Science Forum, Vol. 217-222, No. 1, 1996, pp.323-328.
- 64 M.F.Zhu, *Modeling of Globular and Dendritic Structure Evolution in Solidification of and Al-7mass%Si Alloy*, ISIJ International, Vol. 41, No. 9, 2001, pp.992-998.
- 65 H. Blanchette, *Développement d'un système de contrôle de qualité pour les lopins d'aluminium semi-solide obtenus avec le procédé SEED*, Université du Québec à Chicoutimi, Canada, 2006.
- 66 P.J. Uggowitzer, *Evolution of Globular Microstructure in New Rheocasting and Super Rheocasting Semi-Solid Slurries*, Steel Research International, Vol. 75, No. 8-9, 2004, pp.525-530.
- 67 D.R. Poirier et G.H. Geiger, *Transport Phenomena in Materials Processing*, TMS, Warrendale, PA, USA, 1994, pp. 327-329.
- 68 D.R. Gaskell, *An Introduction to Transport Phenomena in Materials Engineering*, Macmillan Publishing Compagny, New York, USA, 1992, pp.401-416.
- 69 ProCAST 2005, ESI Software, France, 2005.
- 70 Thermal Properties of Metals, ASM International, USA, 2002.

ANNEXE 1

**Article publié à la Conférence internationale sur les
alliages d'aluminium 2006**

**A Heat Transfer Model for the Production of Semi-Solid
Billets with the SEED Process**

A Heat Transfer Model for the Production of Semi-Solid Billets with the SEED Process

Josée Colbert^{1,2,a} and Dominique Bouchard^{1,b}

¹Aluminum Technology Center, National Research Council of Canada, 501 boul. de l'Université Est, Chicoutimi, QC, Canada, G7H 8C3

²Université du Québec à Chicoutimi, 555 boul. de l'Université Est, Chicoutimi, QC, Canada, G7H 2B1
^a josee.colbert@imi.cnr-cnr.gc.ca, ^b dominique.bouchard@imi.cnr-cnr.gc.ca

Keywords: Semi-solid aluminum, SEED, heat transfer coefficient, inverse heat conduction, empirical model, numerical simulations

Abstract

A heat transfer model was built to predict the temperature evolution of semi-solid aluminum billets produced with the SEED process. An inverse technique was used to characterize the heat transfer coefficient at the interface between the crucible and the semi-solid billet. The effect of several process parameters on the heat transfer coefficient was investigated with a design of experiments and the coefficient was inserted in a computer model. Numerical simulations were carried out and validated with experimental results.

Introduction

A great deal of research and development has been devoted over the years to die cast semi-solid aluminum [1]. This is explained by the high integrity components that are obtained, compared to the conventional casting of liquid metal. Thixocasting and rheocasting are two different routes to produce castings from semi-solid aluminum and both process a feedstock having a globular structure. With thixocasting, liquid aluminum is first solidified into bar stock in the presence of mechanical or magnetic agitation. The bars are then sliced into billets and heated in the semi-solid condition before their injection in a die-casting press. Rheocasting is simpler since it only has two basic steps. Liquid metal is brought into the solid-liquid temperature range and injected in the press [1].

The process using the Swirled Enthalpy Equilibration Device (SEED) belongs to the rheocasting family. Details in the preparation of semi-solid billets with this process patented by Alcan International Limited have been given elsewhere [2, 3, 4] but basically consist of cooling a poured amount of liquid metal in a swirling crucible followed by draining. During cooling, the heat loss in the aluminum is mainly controlled by the crucible material and mass. Their proper selection is thus instrumental to ensure that the slurry has the desired combination of temperature and solid fraction. When selecting a crucible, heat transfer simulations are valuable to reduce the number of costly and time consuming experimental trials. A heat transfer analysis of SEED has already been reported for a single billet dimension and fixed process parameters [5]. The objective of this study is to develop a more general computer model that simulates heat flow prior to drainage and to predict requirements for crucibles at various billet dimensions and process conditions for the A356 alloy.

Theory

Heat Transfer: In the SEED process, the heat supplied by the aluminum is mainly absorbed by the crucible and some by the ambient air. Conduction is the main transport mode but convection and radiation are also present. Figure 1 depicts the crucible and the aluminum along with boundary conditions involving the aluminum, the crucible and the ambient air. The bottom of the crucible

consists of refractory material and the refractory/billet interface may be treated as an adiabatic boundary.

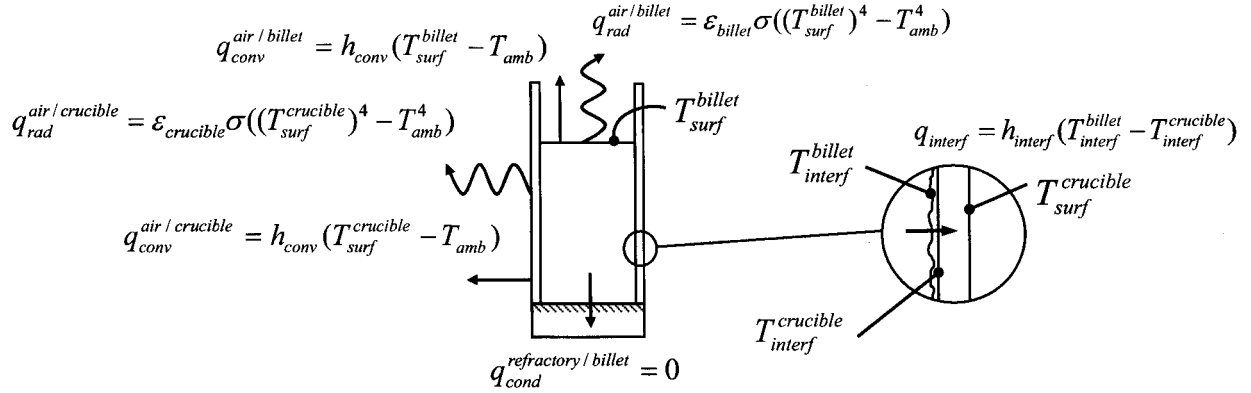


Figure 1 : Schematic view of the billet and the crucible. Boundary conditions to perform numerical simulations of the heat flow are also shown. Their parameters are all known except the heat transfer coefficient at the interface between the billet and the crucible, h_{interf} , illustrated in the zoomed portion. This coefficient was evaluated in this study.

The temperature evolution in the crucible and the billet may be calculated by solving the unsteady state heat conduction equation. Due to symmetry, a two dimensional expression in cylindrical coordinates of the longitudinal half is sufficient. For the crucible, the unsteady state heat conduction equation is:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \cdot k \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k \frac{\partial T}{\partial z} \right) = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t}. \quad (1)$$

For the aluminum, an enthalpy formulation [6] of Equation (1) is utilized to deal with the phase transformation. The swirling of the crucible also produces motion of the aluminum that enhances the heat flow and this effect can be accounted in the model by using an effective thermal conductivity [7], k_{eff} , for the liquid phase such that $k_{eff} = k_c k(T)$. The value of the multiplying factor k_c in this equation is typically between 5 and 10 and $k(T)$ is the thermal conductivity of the solid. A commercial finite element software, ProCAST™, was used to solve equation (1) for the crucible and the billet. The materials properties required by this equation were taken from the ProCAST™ databank. Initial and boundary conditions must however be applied in the utilization of such finite element software. The initial temperatures of the crucible and the aluminum are process parameters selected by the user. The radiation boundary conditions require values for the emissivity of the crucible and the aluminum. Those used for the study were respectively: 0.75, 0.8 and 0.15 for the two different crucibles and the aluminum alloy [8] that were tested. The convection boundary conditions require heat transfer coefficients at the air/crucible and air/billet interfaces and for processes undergoing free convection such coefficients typically vary between 5 and 25 W/m²K [9]. A value of 25 W/m²K was used here to account for the eccentric movement of the crucible caused by swirling.

The crucible/billet interface is also treated as a boundary condition that requires a heat transfer coefficient. This coefficient was characterized by solving an inverse heat conduction problem (IHCP) using a methodology developed by Beck [10]. The methodology can be summarized in four steps: 1) temperatures are measured apart from the interface, 2) the interfacial heat flux per unit area, q , that reproduces the measurements is solved, 3) the surface temperatures of the two portions

that compose the interface are calculated using that flux as a boundary condition, 4) the interfacial heat transfer coefficient, h_{interf} , is obtained by applying Newton's law of cooling. In step 2), the heat flux per unit area, q , is solved at each time step with the following iterative formula:

$$q_m^{n+1} = q_m^n + \frac{\sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^J [Y_{m+i-1,j} - T_{m+i-1,j}(q_m^n)] \cdot [(T_{m+i-1,j}(q_m^n(1+\delta)) - T_{m+i-1,j}(q_m^n)) / \delta q_m^n]}{\sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^J [(T_{m+i-1,j}(q_m^n(1+\delta)) - T_{m+i-1,j}(q_m^n)) / \delta q_m^n]^2} \quad (2)$$

In this expression, J is the number of thermocouples and r is the number of future time step. δ is a small quantity that increments q_m^n and its superscript 'n' refers to the n th iteration and 'm' is a time index. $Y_{m+i-1,j}$ corresponds to the measured temperature at the time interval $m+i-1$ with sensor j . Calculated temperatures for that sensor, for an imposed interfacial heat flux q_m^n and $q_m^n(1+\delta)$, are represented by $T_{m+i-1,j}(q_m^n)$ and $T_{m+i-1,j}(q_m^n(1+\delta))$, respectively. Equation 2 is iterated until the relative difference between q_m^{n+1} and q_m^n is small. At this point, the solution for the heat flux at time index 'm', has converged. Steps 3) and 4) are then performed and the sequence of calculations is repeated for the next time index.

Design of Experiments (DoE): Several experimental factors affect the evolution of the heat transfer coefficient at the interface between the crucible and the billet. Some of them may be more significant than others and their independent evaluation would require a large number of experiments. Design of experiments, (DoE) [11], was used in this work to identify the significant factors and to reduce the number of trials required to evaluate the response variables, in occurrence, the interfacial heat transfer coefficient. In this study, 9 experimental factors of the SEED process were investigated at 2 different levels with a Taguchi design consisting of 16 experiments and 15 degrees of freedom (L16). The list of experimental factors and their levels is given in Table 1 .

Experiment number	A:Crucible initial temperature [°C]	B:Aluminum pouring temperature [°C]	C:Bottom plate initial temperature [°C]	D:Crucible materials*	E:Draining grids*	F:Coating materials*	G:Bottom plates*	H:Crucible wall thickness [mm]	I:Coating thickness [µm]
1	25	645	25	CM1	G1	C1	P1	1.85	30
2	25	645	25	CM2	G2	C2	P1	3.25	30
3	25	645	100	CM1	G2	C2	P2	1.85	60
4	25	645	100	CM2	G1	C1	P2	3.25	60
5	25	685	25	CM1	G2	C2	P2	3.25	60
6	25	685	25	CM2	G1	C1	P2	1.85	60
7	25	685	100	CM1	G1	C1	P1	3.25	30
8	25	685	100	CM2	G2	C2	P1	1.85	30
9	75	645	25	CM1	G2	C1	P1	3.25	60
10	75	645	25	CM2	G1	C2	P1	1.85	60
11	75	645	100	CM1	G1	C2	P2	3.25	30
12	75	645	100	CM2	G2	C1	P2	1.85	30
13	75	685	25	CM1	G1	C2	P2	1.85	30
14	75	685	25	CM2	G2	C1	P2	3.25	30
15	75	685	100	CM1	G2	C1	P1	1.85	60
16	75	685	100	CM2	G1	C2	P1	3.25	60

* Proprietary SEED components. Coatings are applied inside the crucibles.

Table 1 : List of experimental factors (A to I) with corresponding levels in the experimental design.

As mentioned earlier, the heat transfer coefficient was treated as the response variable subject to the experimental factors. Figure 2 illustrates a typical qualitative evolution of this coefficient for a metal solidifying on a mold wall [12,13]. It is characterized by a transient regime having a relatively rapid rise and fall with an exponential decay followed by a steady state regime having a more stable value. This behavior is approximated by the set of three solid lines on the graph; one for the rise, another for the fall and the last for the stable value. The dotted line can be fairly reconstructed from the knowledge of the following principal parameters: the initial value, h_0 , occurring at $t_0 = 0$, the peak value h_1 , occurring at t_1 and the steady state value, h_2 , occurring at t_2 . Therefore, the experimental design treated 5 response variables: h_0 , h_1 , h_2 , t_1 , and t_2 . Linear regressions were also performed on the collected data to yield empirical models for these response variables. From these models, an entire heat transfer coefficient curve could be reproduced for a given set of experimental condition.

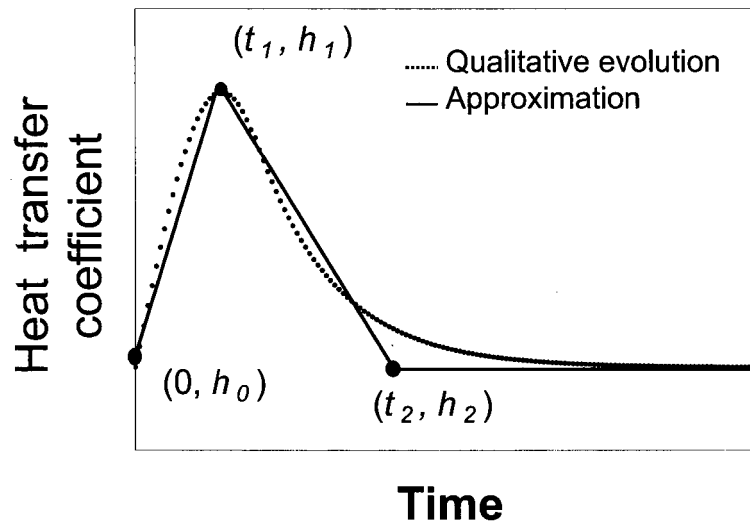


Figure 2 : Qualitative and approximated evolution of the heat transfer coefficient for a metal solidifying on a mold wall.

Experimental Procedure

As listed in Table 1 of the previous section, 16 different experimental conditions were investigated. Each experiment was performed twice for a total of 32 tests. The effect of two proprietary crucibles was evaluated along with two coatings applied at the interface between the crucible and the billet, two draining grids and two refractory bottom plates for the crucibles. The aluminum alloy that was utilized was the A356 and the crucibles had diameters and lengths fixed at 76 and 200 mm, respectively.

The experimental procedure was the same for the 32 tests. Ingots of the A356 alloy were first melted in a resistance furnace to a temperature of 700°C. Approximately 2.5 kg of liquid aluminum was ladled from the furnace with a spoon and a thermocouple was inserted into the molten aluminum it contained. When the desired temperature was reached, the SEED crucible was tilted to 45° and filled to the edge with aluminum. The crucible was then put in an upright position providing a metal height close to 150 mm. The crucible and the aluminum were swirled at 150 rpm during 45 s followed by a 10 s rest and a 45 s drainage. The last step was performed by sliding a gate at the bottom of the crucible. After drainage, the crucible was turned upside down so the billet could slide out.

Thermocouples in contact with the crucibles and inserted in the billets were used to provide the data for the inverse heat transfer calculations. Three type K surface thermocouples (Omega, model 88006) were installed against the external wall of the crucible and at different heights (75, 110 and 140 mm). Two type K grounded thermocouples were also located inside the semi-solid billet at mid-height. One was placed in the center of the billet and the other at 6 mm from the wall. The temperatures were recorded with a data acquisition system at a frequency of 10 Hz.

Results and Discussion

Figure 3 illustrates a typical evolution of the temperature given by the five thermocouples. Similar graphs were obtained for each experiment. The initial time, $t = 0$, was adjusted to correspond to the onset of the temperature rise detected by the thermocouples in the billet. Figure 4 depicts the heat flux evolution at the interface between the aluminum slug and the crucible. The curve was calculated on the basis of the temperature measurements presented in Figure 3 using the inverse method. The 2 regimes, transient and steady state, presented earlier in Figure 2 for the heat transfer coefficient can also be observed.

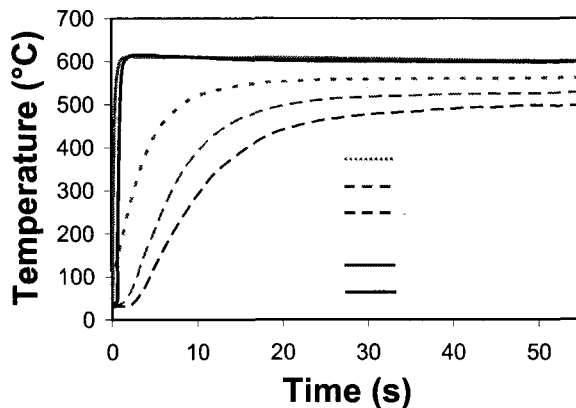


Figure 3 : Temperature evolution in the aluminum slug and at the surface of the crucible.

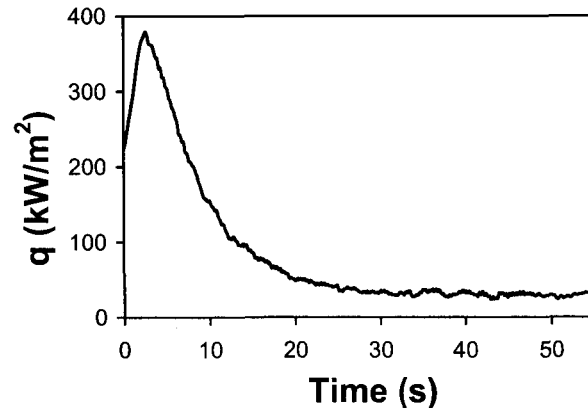


Figure 4 : Heat flux evolution at the crucible/billet interface.

Figure 5 illustrates the evolution of the heat transfer coefficient between the billet and the crucible with respect to time. As with the heat flux evolution, the transient and steady states are also present. The rapid fall in the coefficient is normally attributed to the formation of a gap between the solidifying material and its substrate [14]. This suggests that the slurry in the SEED crucible could have sufficient strength to contract away from the crucible wall. Also featured in Figure 5 is an idealized curve consisting of three linear segments; two of them representing the transient regime and the third, the steady one. The five response variables (h_0 , t_1 , h_1 , t_2 , h_2) are also identified and the effects of the experimental factors listed in Table 1 were evaluated for each of them.

Figure 6 is an example of a diagram constructed to evaluate the effects of the experimental factors on the response variable h_0 . It consists in a Pareto chart obtained from the statistical analysis of the entire experimental data [15]. The classification is based on the F test with a significance level of 5% in the F-distribution ($\alpha = 0.05$). Factors in this figure having a standardized effect greater than 2.55 have a significant effect on the response variable h_0 . It can be observed here that only the wall thickness of the crucible, H , is significant. Similar Pareto charts were also constructed for the other response variables t_1 , h_1 , t_2 and h_2 .

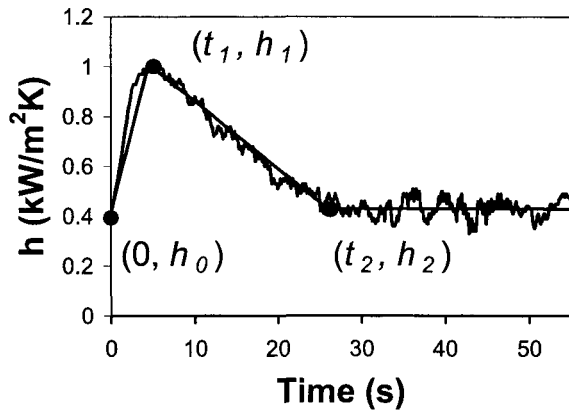


Figure 5 : Evolution of the heat transfer coefficient with respect to time with approximation using linear segments.

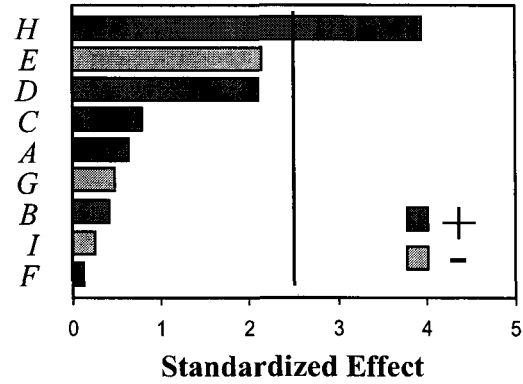


Figure 6 : Pareto diagram for h_0 illustrating the standardized effect. Letters on the ordinate refer to the experimental factors in Table 1.

Linear models were built for each response variable once their significant factors were identified and are shown in Table 2. It is noticed that only three experimental factors have an effect: the crucible wall thickness, H , the aluminum pouring temperature, B , and the proprietary coating, F . The latter is treated as a non-numeric label and can take the value of either 1 or 2, depending on the coating. The effects of the other process parameters are not significant in the range they were varied. It can also be observed that the steady state value of the heat transfer coefficient, h_2 , remains constant ($0.57 \text{ kW/m}^2\text{K}$) regardless of the experimental conditions. It is important to realize that this model is empirical, e.i., it only captures the trend of the data and is used to predict the coefficients and not to explain them. Other authors have used a different approach to build a model predicting heat transfer coefficients [16,17].

Response variables	Equations
$h_0 \text{ (kW m}^{-2} \text{ K}^{-1}\text{)}$	$-0.01 + 0.22 \cdot H$
$h_1 \text{ (kW m}^{-2} \text{ K}^{-1}\text{)}$	$0.86 + 0.19 \cdot H$
$h_2 \text{ (kW m}^{-2} \text{ K}^{-1}\text{)}$	0.57
$t_1 \text{ (s)}$	$22.41 - 0.02 \cdot B - 1.07 \cdot F$
$t_2 \text{ (s)}$	$13.23 + 5.72 \cdot H$

Table 2 : Linear models for each response variable. Letters in equations refer to the experimental factors in Table 1.

A heat transfer coefficient curve can be constructed from the equations in Table 2 by inserting the values of the required process parameters. As discussed earlier, this coefficient is necessary to perform numerical simulations of temperature evolutions in the SEED process. Figure 7 depicts the calculated temperatures in a billet obtained with the ProCASTTM finite element software along with the measured temperatures. The multiplying factor for the thermal conductivity of the liquid phase, k_c , was fixed to 5 in the model as the agreement between the simulations and the experiments did not justify using a higher value. Although the simulation results are well validated by the measurements, it should be realized that the value of the interfacial billet/crucible heat transfer coefficient was adjusted to reproduce the measured temperatures. The methodology used in this

work is thus one where the heat transfer model has adjustable parameters which are fitted to the experimental measurements. Figure 7 also shows a sensitivity analysis for the heat transfer coefficient where it was varied by $\pm 15\%$ to evaluate how it affected the temperature evolution. This change introduced a variation of $\pm 2^\circ\text{C}$ after 55 seconds of cooling.

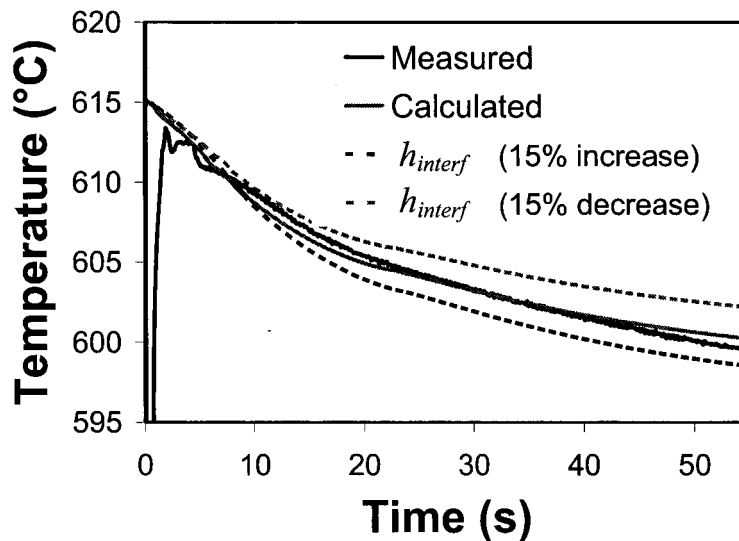


Figure 7 : Comparison of the measured and the calculated aluminum temperature in the billet and sensitivity analysis of the heat transfer coefficient on the temperature evolution.

It should be observed that the experimental measurements in Figure 7 are the average temperatures provided by the two thermocouples inserted in the billets. To perform the simulations, an initial temperature for the aluminum is required and the highest value given by either thermocouple from the experiments was used for that purpose. The simulations thus assumed that the crucible was initially full and the pouring temperature of the liquid aluminum given in Table 1 was not utilized since there is heat loss with an accompanying temperature drop during pouring. Work is presently carried out to predict the initial temperature of the aluminum after it is poured in a crucible. The present version of the model however provides a predictive tool to determine the temperature evolution in the billet for a given crucible mass and dimension. Each numerical simulation required one central processing unit (CPU) and approximately took two minutes on a Pentium 4 (3.00 GHz) computer. Time and efforts are then saved by performing numerical simulations to determine if a crucible provides the desired temperature evolution in the billet. Final experimental validations are required but the number of trials is reduced. Research is also carried out to determine the evolution of the solid fraction in the SEED billets. Presently, the solid fractions are determined from the temperatures assuming that the Scheil relationship [18] holds but this requires validation. A predictive model for drainage is also under evaluation and Darcy's law, typically applied to describe the flow of a liquid through a porous medium [19], is examined.

Conclusions

A heat transfer model for the production of semi-solid aluminum with the SEED process was built. Three factors were found to have a significant effect on the heat transfer coefficient at the interface between the SEED crucible and the aluminum billet: the crucible wall thickness, the initial pouring temperature, and the proprietary coatings. The simulations performed with the heat transfer model were well validated by the experimental measurements. Further work is presently carried out to model the evolution of the solid fractions and drainage.

Acknowledgments

Permission from Alcan International Limited was granted to publish this work. The authors are grateful towards Joseph Langlais from Alcan International Limited and towards Université du Québec à Chicoutimi (UQAC) for their collaboration. Technical assistance from Jean-Paul Nadeau, Daniel Simard, Martin Pruneau and Frédéric Pineau from the Aluminum Technology Center is acknowledged.

References

- [1] A. De Figueredo: *Science and technology of semi-solid metal processing* (North American Die Casting Association, USA 2001).
- [2] D. Doutre, G. Hay and P. Wales, US Patent No. 6,428,636 (2002)
- [3] J. Langlais, D. Doutre and S. Roy, Proceedings of the 8th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Limassol, Cyprus, September 21-23 (2004)
- [4] J. Langlais, A. Lemieux, D. Bouchard and C. Sheehy, Proceedings of the SAE 2006 World Congress & Exhibition, Detroit, USA (2006) *to be published*
- [5] D. Bouchard, F. Pineau, D. Doutre, P. Wales and J. Langlais, International Symposium on Light Metals, 42nd Annual Conference of Metallurgists of CIM, Vancouver, Canada, 24-27 Aug. (2003), pp. 229-241
- [6] F. P. Incropera and D. P. DeWitt: *Fundamentals of Heat and Mass Transfer* (Wiley, USA 2002).
- [7] B. Lally, L. Biegler and H. Henein, Metal. Trans. Vol. 21B (1990), pp. 761-770
- [8] *Thermal Properties of Metals* (ASM International, USA 2002).
- [9] D. R. Gaskell: *An Introduction to Transport Phenomena in Materials Engineering* (McMillan Publishing Company, USA 1992).
- [10] J. V. Beck, B. Blackwell, C. R. St. Clair: *Inverse Heat Conduction* (Wiley-Interscience Publication, USA 1985).
- [11] J.P. Holman: *Experimental Methods for Engineers* (McGraw-Hill, USA 2001).
- [12] C. A. Muojekwu, I. V. Samarasekera and J. K. Brimacombe, Metallurgical and Materials Transaction B Vol. 26B no. 2 (1995), pp. 361-382
- [13] J. S. Kim, M. Isac, R. I. L. Guthrie and J. Byun, Canadian Metallurgical Quarterly Vol. 41 no. 1 (2004), pp. 87-96
- [14] P. Schmidt and I. L. Svensson, Numerical Methods in Thermal Problems, Vol. VII : Proceedings of the Seventh International Conference, Stanford, Connecticut, USA, 8-12 July (1991), pp. 236-247
- [15] *Statgraphics Plus 5* (Mangistics Inc., USA 2000).
- [16] W. D. Griffiths, Metallurgical and Materials Transaction B Vol. 31B (2000), pp. 285-295
- [17] C. P. Hallam and W. G. Griffiths, Metallurgical and Materials Transaction B Vol. 35B (2004), pp. 721-733
- [18] W. Kurz and D. J. Fischer: *Fundamentals of Solidification* (Trans Tech Publications, Switzerland 1986).
- [19] R. W. Lewis, P. Nithiarasu and K. N. Seetharamu: *Fundamentals of the Finite Element Method for the Heat and Fluid Flow* (John Wiley & Sons Ltd, USA 2004).

ANNEXE 2

Valeurs numériques utilisées en analyse thermique

a) Valeurs associées au creuset de graphite

Paramètre	Valeur constante	Unité	Source de l'information
$c_{p, cg}$ Chaleur spécifique	710	J/kgK	[71]
ρ_{cg} Densité	2250	kg/m ³	[71]
k_{cg} Conductivité thermique	24	W/mK	[71]
r_{in} Rayon interne	17,5	mm	Mesuré
r_{ex} Rayon externe	25,0	mm	Mesuré
x_1 Position du thermocouple 1	6	mm	Mesuré
x_2 Position du thermocouple 2	11	mm	Mesuré
x_3 Position du thermocouple 3	16	mm	Mesuré
h_{cg} Coefficient de convection entre le creuset et l'air	18	W/m ² K	Calculé
h_a Coefficient de convection entre l'aluminium et l'air	5	W/m ² K	Calculé
ϵ_{cg} Émissivité du creuset	0,95	-	Mesuré
ϵ_a Émissivité de l'aluminium	0,15	-	[72]

b) Valeurs associées au creuset SEED

Paramètre	Valeur constante	Unité	Source de l'information
$c_{p,ca}$ Chaleur spécifique	610	J/kgK	[71]
ρ_{ca} Densité	7870	kg/m ³	[71]
k_{ca} Conductivité thermique	52	W/mK	[71]
r_{in} Rayon interne	38.1	mm	Mesuré
r_{ex} Rayon externe	40.4	mm	Mesuré
x_1 Position du thermocouple 1	6	mm	Mesuré
x_2 Position du thermocouple 2	20	mm	Mesuré
x_3 Position du thermocouple 3	35	mm	Mesuré
h_{ca} Coefficient de convection entre le creuset et l'air	21	W/m ² K	Calculé
ϵ_{ca} Émissivité du creuset	0,81	-	Mesuré

c) Propriétés de l'aluminium et température ambiante

Paramètre	Valeur constante	Valeur variable	Unité	Source de l'information
k_a Conductivité thermique de l'aluminium	151	$(60,3+0,033T)(1-f_s) + (149,5+0,058T)f_s$	W/mK	[73]
ρ_a Densité de l'aluminium	2685	$(-0,28T+2595)(1-f_s) + (-0,22T+2679)f_s$	kg/m ³	[74]
T_∞ Température ambiante	25	-	°C	Mesuré

Tableau 16 : Valeurs numériques des différents paramètres utilisés dans les calculs a)

Valeurs associées au creuset de graphite b) Valeurs associées au creuset SEED c)

Propriétés de l'aluminium et température ambiante.

71 www.matweb.com, consulté le 2007/02/16.

72 *Thermal Properties of Metals*, ASM International, USA, 2002.

73 Touloukian, *Thermophysical properties of matter*, Plenum publishing corporation, USA, 1979.

74 Virtual Measurement System, National Physical Laboratory, Royaume-Uni, 2007.

ANNEXE 3

Calcul du coefficient de transfert de chaleur entre le creuset et l'air

Le coefficient de transfert de chaleur à la paroi entre le creuset et l'air peut être calculé à partir d'équations retrouvées dans la littérature. D'abord, il faut évaluer si le transfert de chaleur est dominé par de la convection naturelle, forcée ou mixte. Le rapport entre le nombre de Grashof (Gr) et le carré du nombre de Reynolds (Re^2) permet de connaître le type de convection qui domine. Si $Gr/Re^2 \gg 1$, la convection naturelle domine, si $Gr/Re^2 \ll 1$, la convection forcée domine et si $Gr/Re^2 \approx 1$ alors il y a présence de convection mixte. Pour un cylindre, les nombres de Grashof et de Reynolds sont définis comme suit :

$$\text{Équation 54} \quad Gr = \frac{g\beta(T_s - T_\infty)D^3}{\nu^2} \quad \text{où } \beta = -\frac{1}{\rho_s} \left(\frac{\rho_\infty - \rho_s}{T_\infty - T_s} \right)$$

$$\text{Équation 55} \quad Re = \frac{uD}{\nu}$$

En utilisant les valeurs numériques présentées dans le Tableau 17, on trouve un nombre de Grashof de $1,1 \cdot 10^6$ pour le creuset de graphite et de $5,6 \cdot 10^5$ pour celui d'acier. Le nombre de Reynolds tend vers zéro pour le creuset de graphite (ce creuset est fixe) et il est de 500 pour le creuset d'acier (ce creuset est agité). Pour calculer le nombre de Reynolds, la vitesse de l'air autour du creuset doit être connue. Une valeur approximative de 0,5 m/s a été utilisée. On obtient un rapport Gr/Re^2 qui tend vers l'infini pour le creuset de graphite et qui est égal à et de 2,24 pour le creuset d'acier. Les pertes de chaleur sont donc dominées par de la convection naturelle pour le creuset de graphite. Par contre, pour le creuset d'acier, il y a présence de convection mixte. Ce résultat était prévisible puisque la forte différence de température entre le creuset et l'air induit une forte convection naturelle, alors que, dans le cas du creuset d'acier, son mouvement rotatif crée un mouvement d'air associé à de la convection forcée. Le Tableau 18 résume les résultats.

Variable	Symbole	Valeur	Unité	Source
Diamètre du creuset d'acier	D_{ca}	0,08	m	-
Diamètre du creuset de graphite	D_{cg}	0,05	m	-
Force de gravité	g	9,8	m ² /s	-
Conductivité thermique de l'air	k_{air}	$41 \cdot 10^{-3}$	W/mK	[76]
Longueur du creuset d'acier	L_{ca}	0,25	m	-
Longueur du creuset de graphite	L_{cg}	0,03	m	-
Nombre de Prandtl de l'air	Pr	0,684	-	[76]
Température de surface du creuset	T_s	500	°C	-
Température ambiante	T_∞	25	°C	-
Vitesse de l'air autour du creuset	u	0,5	m/s	-
Diffusivité thermique de l'air	α	$60 \cdot 10^{-6}$	m ² /s	[76]
Viscosité cinématique de l'air	ν	$40 \cdot 10^{-6}$	m ² /s	[76]
Densité de l'air à la surface du creuset	ρ_s	1,16	kg/m ³	[76]
Densité de l'air à la température ambiante	ρ_∞	0,45	kg/m ³	[76]

Tableau 17 : Valeurs numériques utilisées pour calculer le coefficient de transfert de chaleur à l'interface entre le creuset et l'air.

Creuset	Nombre de Grashof	Nombre de Reynolds	Rapport Gr/Re^2	Type de convection à l'interface creuset-air
Graphite (fixe)	$1,1 \cdot 10^6$	0	∞	Naturelle
Acier (agité)	$5,6 \cdot 10^5$	500	2,24	Mixte

Tableau 18 : Nombres de Grashof et de Reynolds pour chacun des creusets utilisés.

Le calcul du coefficient de transfert de chaleur par convection (h) doit se faire en déterminant d'abord le nombre de Nusselt (Nu). Ces deux paramètres sont reliés par l'équation suivante [76] :

$$\text{Équation 56} \quad Nu = \frac{hD}{k}$$

Le nombre de Nusselt associé à la convection naturelle autour d'un cylindre vertical peut être estimé par la relation suivante [75] :

$$\text{Équation 57} \quad Nu e^{(-2/Nu)} = 0,6 \left(\frac{D}{L} Gr Pr \right)^{1/4}$$

$$\text{avec} \quad 10^{-2} < \left(\frac{D}{L} Gr Pr \right)^{1/4} < 10^3$$

En utilisant les valeurs données dans le Tableau 17, on trouve une valeur du nombre de Nusselt associé à la convection naturelle de 22 pour le creuset de graphite et de 18 pour le creuset d'acier. Pour le creuset de graphite, où il n'y a que de la convection naturelle, il est possible de déterminer directement le coefficient de transfert de chaleur en utilisant l'Équation 59. La valeur calculée est de 18 W/m²K.

Pour le creuset d'acier qui est agité, il est aussi nécessaire de déterminer le nombre de Nusselt associé à la convection forcée. Le nombre de Nusselt associé au mouvement de l'air autour d'un cylindre vertical peut être estimé par la relation suivante [76] :

$$\text{Équation 58} \quad Nu = 0,3 + \frac{0,62 Re^{1/2} Pr^{1/3} \left(1 + \left(\frac{Re}{282} \right)^{5/8} \right)^{4/5}}{\left(1 + \left(\frac{0,4}{Pr} \right)^{2/3} \right)^{1/4}} \quad \text{valide pour } Re Pr > 0,2$$

En insérant les valeurs numériques, on obtient un nombre de Nusselt de 38,72 pour la convection forcée.

Pour évaluer le coefficient total (h_t) tenant compte de la convection naturelle (h_n) et de la convection forcée (h_f), la relation suivante est habituellement utilisée [77] :

$$\text{Équation 59} \quad Nu_t^3 = Nu_n^3 + Nu_f^3$$

À partir de cette équation, on trouve un nombre de Nusselt global de 40 pour le creuset d'acier. Cette valeur permet de trouver le coefficient de transfert de chaleur qui combine la convection naturelle et forcée. En utilisant l'Équation 56, on trouve une valeur de 21 W/m²K. Le tableau suivant résume les résultats pour chacun des creusets utilisés.

Creuset	<i>Nu</i> Convection naturelle	<i>Nu</i> Convection forcée	<i>Nu</i> Global	<i>h</i> (W/m²K)
Graphite	22	-	-	18
Acier	18	39	40	21

Tableau 19 : Coefficient de transfert de chaleur à la paroi entre le creuset et l'air.

Calcul du coefficient de transfert de chaleur entre le l'aluminium et l'air

Dans l'analyse thermique utilisant un creuset de graphite, les pertes de chaleur entre la surface supérieure du lopin d'aluminium et l'air ne sont pas négligeables puisque la surface d'aluminium étant à l'air libre est importante devant la surface totale du lopin. Il faut donc évaluer le coefficient de transfert de chaleur à cette interface pour quantifier les pertes de chaleur par convection. Comme le creuset est fixe et qu'il n'y a pas de déplacement d'air forcé, la convection est uniquement naturelle. On considère la surface d'aluminium comme une plaque horizontale ronde ayant un diamètre de 35 mm. Le nombre de Grashof associé est donné par [76] :

$$\text{Équation 60} \quad Gr = \frac{g\beta(T_s - T_\infty)L_c^3}{\nu^2} \quad L_c \equiv \text{Aire/Périmètre}$$

En utilisant les valeurs numériques présentées au Tableau 20, on trouve un nombre de Grashhof de $6,8 \cdot 10^3$.

Variable	Symbole	Valeur numérique	Unité	Source
Diamètre de la surface d'aluminium	D_a	0,035	m	-
Force de gravité	g	9,8	m^2/s	-
Conductivité thermique de l'air	k_{air}	$41 \cdot 10^{-3}$	W/mK	[76]
Nombre de Prandtl	Pr	0,684	-	[76]
Température de surface de l'aluminium	T_s	575	°C	-
Température ambiante	T_∞	25	°C	-
Viscosité cinématique de l'air	ν	$40 \cdot 10^{-6}$	m^2/s	[76]
Densité de l'air à la surface du creuset	ρ_s	1,16	kg/m^3	[76]
Densité de l'air à la température ambiante	ρ_∞	0,41	kg/m^3	[76]

Tableau 20 : Valeurs numériques utilisées pour calculer le coefficient de transfert de chaleur à l'interface entre l'aluminium et l'air ambiante.

Pour déterminer le nombre de Nusselt, on utilise l'équation suivante [76] :

$$\text{Équation 61} \quad Nu = 0,54(Gr Pr)^{1/4}$$

À partir de cette équation, on trouve un nombre de Nusselt de 4,5. Il ne reste plus qu'à évaluer le coefficient de transfert de chaleur :

Équation 62
$$Nu = \frac{hL_c}{k}$$

Le coefficient de transfert de chaleur entre la surface d'aluminium et l'air pour l'analyse thermique utilisant le creuset de graphite est de 5 W/m²K.

75 A.M. Bianchi, Y. Fautrelle et J. Etay, *Transferts thermiques*, Presses polytechniques et universitaires romandes, Suisse, 2004.

76 F.P. Incropera et D.P. DeWitt, *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*, John Wiley & Sons, USA, 2002.

77 E. Ruckenstein, *Prediction of Rates of Heat or Mass Transfer in Complex Situations by Interpolating Between Simpler Limiting Cases*, Chemical Engineering Science, Vol. 37, No. 10, 1982, pp. 1505-1511.

ANNEXE 4

Étude de sensibilité des résultats de l'analyse thermique à une variation du coefficient de transfert de chaleur à la paroi entre le creuset et l'air

Le coefficient de transfert de chaleur à la paroi entre le creuset et l'air est un paramètre important de l'analyse thermique. Ce paramètre a été calculé à partir d'équations retrouvées dans la littérature et demeure une approximation. Le calcul du coefficient de transfert de chaleur à partir de mesures expérimentales est complexe et n'a donc pas été réalisé dans le cadre de ses travaux. Par conséquent, il est intéressant d'évaluer l'impact d'une variation de ce paramètre sur les résultats de l'analyse thermique. La valeur du coefficient de transfert de chaleur entre le creuset et l'air a donc été augmentée de 25% et diminuée de 25%. L'enthalpie et la fraction solide ont ensuite été calculées en utilisant les nouvelles valeurs du coefficient. Les résultats sont présentés à la Figure 67 et à la Figure 68.

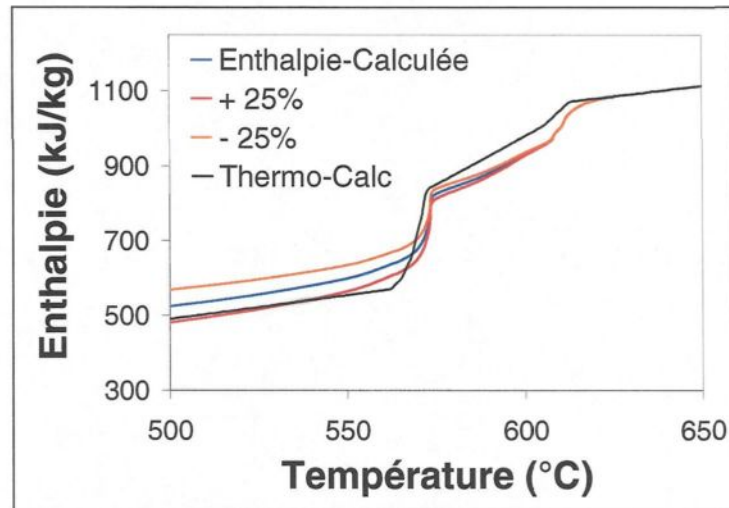


Figure 66 : Impacte de la variation de la valeur du coefficient de transfert de chaleur entre le creuset et l'air sur l'évolution de l'enthalpie.

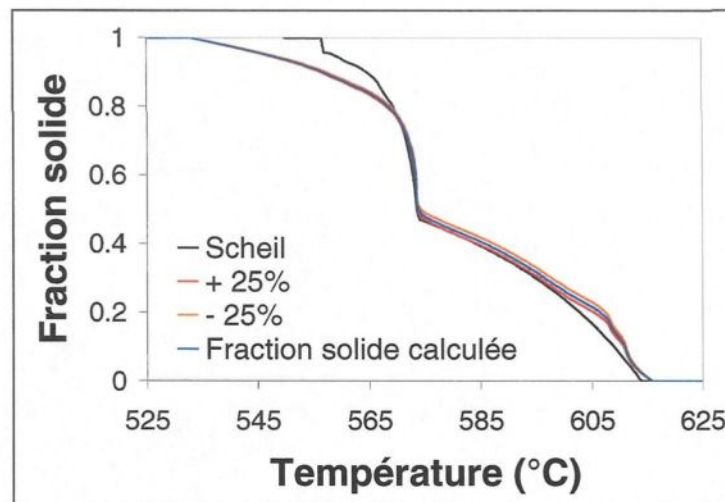


Figure 67 : Impacte de la variation de la valeur du coefficient de transfert de chaleur entre le creuset et l'air sur l'évolution de la fraction solide.

Un changement du coefficient de transfert de chaleur a un impact important sur l'évolution de l'enthalpie. En effet, une variation de 25% de la valeur du coefficient se traduit par une variation de 8,5% de la valeur finale de l'enthalpie. Par contre, la Figure 68 permet de constater que l'évolution de la fraction solide est très peu modifiée par une augmentation ou une diminution de la valeur du coefficient de convection. L'approximation du coefficient par une valeur de $21 \text{ W/m}^2\text{K}$ est donc tout à fait adéquate et il n'est pas pertinent, pour le moment, d'utiliser des mesures expérimentales pour tenter d'obtenir une valeur plus exacte de ce paramètre.

ANNEXE 5

Vérification de l'hypothèse de proportionnalité entre la variation d'enthalpie et la fraction solide

Les courbes théoriques d'évolution de la fraction solide selon les modèles de solidification à l'équilibre et de Scheil sont calculées à partir du diagramme d'équilibre. Par ailleurs, en calorimétrie et en analyse thermique, la fraction solide est calculée en supposant qu'elle est proportionnelle à l'énergie dégagée depuis le début de la solidification. Il est par ailleurs intéressant de valider cette hypothèse et d'évaluer si les écarts qu'elle engendre sont importants par rapport aux courbes théoriques données par Thermo-Calc. Pour ce faire, la fraction solide a été calculée à partir de la courbe d'enthalpie fournie par le logiciel Thermo-Calc (se référer à la Figure 29 : Évolution de l'enthalpie d'un alliage d'aluminium A356 [40].) en utilisant l'hypothèse que la fraction solidifiée est égale à la fraction d'énergie dégagée depuis le début de la solidification. La courbe obtenue a ensuite été comparée à la courbe de fraction solide donnée par le logiciel Thermo-Calc, qui elle a été calculée à partir du diagramme d'équilibre. Les résultats sont présentés à la Figure 68. On constate que les deux courbes sont très près l'une de l'autre. L'hypothèse que la fraction solidifiée est égale à la fraction d'énergie dégagée induit donc une légère erreur, mais les résultats obtenus montrent que cette erreur est très faible et peut être négligée. Il est donc

tout à fait valable de supposer la proportionnalité entre la variation d'enthalpie et la fraction solide pour un alliage d'aluminium A356.

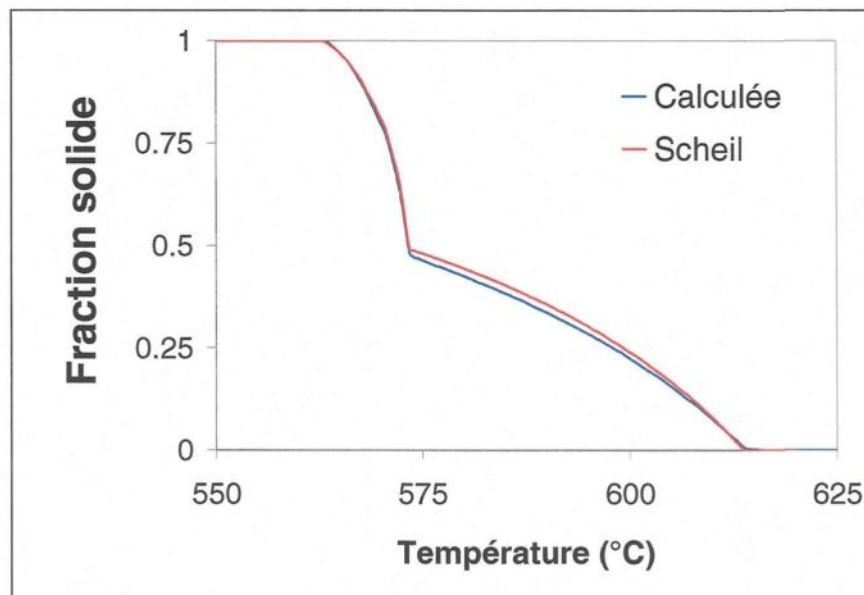


Figure 68 : Comparaison entre l'évolution de la fraction solide fournie par Thermo-Calc et calculée à partir de la courbe d'enthalpie en supposant que la fraction solidifiée est égale à la fraction d'énergie dégagée depuis le début de la solidification.

